

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

Школа: Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки: Машиностроение
 Отделение школы (НОЦ): Материаловедения

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Исследование физико-механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната

УДК 666.3.03-026.616

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Дюсебаев А.А.		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор отделения материаловедения	Хасанов О.Л.	Д.Т.Н., профессор		

Консультант

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Инженер отделения материаловедения	Пайгин В.Д.	-		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Рагозин Д.В	к.и.н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Исаева Е.С	-		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
15.04.01	Коростелева Е.Н.	к.т.н., доцент		

Томск – 2019 г.

Планируемые результаты обучения

Код	Результат обучения	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересованных сторон
	<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Применять <i>глубокие</i> естественно научные, математические и инженерные <i>знания</i> при разработке наукоемких технологий изготовления и обработки новых материалов и изделий из них	Требования ФГОС (ОК-1, ОПК-4, ПК-2, 3, 11, 12) ¹ , Критерий 5 АИОР (п.1.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P2	Применять <i>глубокие знания</i> в области современных технологий машиностроительного производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач	Требования ФГОС (ОПК-1, 2, ПК-1, 5, 8, 9, 11, 12, 13), Критерий 5 АИОР (пп.1.1,1.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P3	Ставить и решать <i>инновационные</i> задачи <i>инженерного анализа</i> , связанные с созданием и обработкой материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов машиностроения	Требования ФГОС (ОК-5, ОПК-14, ПК-9, 11) , Критерий 5 АИОР (пп.1.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P4	Разрабатывать технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование и инструменты для обработки материалов и изделий, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке машиностроительного производства, с подготовкой и анализом технической документации	Требования ФГОС (ОК-7, ПК-5, 6, 11, ОПК-11, 12), Критерий 5 АИОР (п.1.3), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P5	Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> , <i>расчеты на прочность</i> в области современных технологий обработки материалов, производства узлов, деталей и конструкций в машиностроении	Требования ФГОС (ОПК-1, 2, 12, ПК-8, 13), Критерий 5 АИОР (п.1.4), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P6	Внедрять, <i>эксплуатировать</i> и обслуживать современное высокотехнологичное производство, обеспечивать его <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.	Требования ФГОС (ОК-4, ОПК-6, ПК-3, 5, 7), Критерий 5 АИОР (п.1.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
	<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Использовать <i>глубокие знания</i> по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной	Требования ФГОС (ОПК-7, 8, ПК-3, 4, 7), Критерий 5 АИОР (п.2.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>

¹ В скобках указаны коды компетенций ФГОС по направлению 15.04.01 «Машиностроение», квалификация «магистр».

	деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности	
P8	<i>Активно владеть иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности	Требования ФГОС (ОК-8, ОПК-3, 6), Критерий 5 АИОР (п.2.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве члена и руководителя группы, состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.	Требования ФГОС (ОК-3, ОПК-5, 6, 10, ПК-10), Критерий 5 АИОР (пп.1.6, 2.3.), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P10	Демонстрировать глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах устойчивого развития.	Требования ФГОС (ОК-2, ОПК-5, 6, 9, ПК-5, 10), Критерий 5 АИОР (пп.2.4,2.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>
P11	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-3, 4, 6, ОПК-10, ПК-7), Критерий 5 АИОР (2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>

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

Школа: Инженерная школа производственных технологий
 Направление подготовки (специальность): Машиностроение
 Отделение школы (НОЦ): Материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ **на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

Магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Дюсебаеву Асылбек Асетулы

Тема работы:

Исследование физико-механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	28.05.2019, 4300/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:

--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i>	Целью работы является исследование влияния параметров (температура спекания, давление прессования, ультразвуковое воздействие) консолидации на физико-механические и фотолюминесцентные свойства $Y_3Al_5O_{12}$ -керамики, активированной ионами церия. Работа проводится на специальном оборудовании удовлетворяющим требованиям техники безопасности, с использованием средств индивидуальной защиты.
--	--

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	Задачи работы: 1. Изготовление люминесцентного керамического материала на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия, методом холодного статического и ультразвукового прессования с последующим спеканием в воздушной атмосфере. 2. Изучение микроструктуры и эксплуатационных свойств полученных материалов (микротвердость, трещиностойкость, плотность, фотолюминесценция). Литературный обзор выполнен по направлениям: 1. Оптическая люминесцентная керамика: общие сведения 2. Характеристики исходных сырьевых материалов и керамики на их основе 3. Современное состояние технологии производства люминесцентной керамики на основе $Y_3Al_5O_{12}$ 4. Области применения люминесцентной керамики на основе $Y_3Al_5O_{12}$
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	Презентация, выполненная в MS PowerPoint
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Рагозин Д.В
Социальная ответственность	Исаева Е.С
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Обзор литературы	

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

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор отделения материаловедения	Хасанов О.Л.	Д.т.н., профессор		
Инженер отделения материаловедения	Пайгин В.Д.	-		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Дюсебаев А.А.		

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

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Дюсебаев Асылбек Асетулы

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	15.04.01 Машиностроение

Тема НИР:

Исследование физико–механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната	
Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально – технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих 2. Нормы и нормативы расходования ресурсов 3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	- стоимость расходных материалов; - норматив заработной платы; - коэффициенты для расчета заработной платы; - тариф на электроэнергию;
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	– Анализ конкурентных технических решений; – Выполнение SWOT – анализа проекта
2. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	– Определение трудоемкости выполнения работ; – Разработка графика проведения научного исследования; – Расчет материальных затрат НТИ; – Формирование бюджета затрат научно – исследовательского проекта.
Перечень графического материала:	
1. Календарный график проведения исследования в виде диаграммы Ганта 2. Сегментирование рынка 3. Оценка конкурентоспособности технических решений 4. Матрица SWOT 5. График проведения и бюджет НТИ	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Рагозин Д.В.	к.и.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Дюсебаев А.А.		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Дюсебаев Асылбек Асетулы

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	15.04.01 машиностроение

Тема ВКР:

Исследование физико – механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	<i>Объект исследования – люминесцентные керамики на основе иттрий – алюминиевого граната активированный ионами церия спеченные в разных температурах и в разных давлениях прессования с использованием ультразвука, исследование их физико – механических свойств. Научная работа выполнялась в лаборатории НИ ТПУ 10-го корпус.</i>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	– Трудовой кодекс Российской Федерации 30.12.2001 N 197-ФЗ – Защита информации. Обеспечение информационной безопасности в организации. ГОСТ Р 53114-2008 – Рабочее место должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032-78 – В соответствии с СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200-03 в помещении должен быть организован воздухообмен. – СН 181-70 Указания по проектированию цветовой отделки интерьеров.
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	– Отклонение показателей микроклимата. – Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути. – Превышение уровня шума. – Отсутствие или недостаток естественного света. – Поражение электрическим током.
3. Экологическая безопасность:	– Воздействие на атмосферу вредных веществ при получения неразъемных соединений совместным воздействием электрической дуги и лазерного луча. - Воздействие на литосферу путем сливания химических растворов.
4. Безопасность в чрезвычайных	<i>Типичной ЧС является возникновение</i>

ситуациях:	<i>пожара, в связи с этим разработан ряд действий по ликвидации его последствий. Лаборатория обеспечена пожарными оповещателями и: огнетушителями разного вида, песок.</i> <i>В помещении имеется огнетушитель химический порошковый ОП ручной 5 литров.</i>
-------------------	--

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Исаева Е.С	-		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4АМ71	Дюсебаев А.А.		

Реферат

Выпускная квалификационная работа 110 страниц, 36 рисунков, 20 таблиц, 70 источников литературы, 1 приложение.

Ключевые слова: люминесцентная керамика, микропорошок, иттрий-алюминиевый гранат, оксид церия, холодное одноосное статическое прессование, оптические свойства.

Объект исследования: микропорошок на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия. Люминесцентная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия полученная методом холодного одноосного статического прессования с последующим спеканием на воздухе.

Цель работы: исследование влияния ультразвукового воздействия, температуры спекания и давления прессования на микроструктуру и механические свойства люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия.

В настоящей работе представлен аналитический обзор научных публикаций посвящённых получению люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната. Проведена характеристика исходных микропорошков иттрий-алюминиевого граната и оксида церия, изучены их морфологические и структурные характеристики. Керамические образцы изготовлены методом холодного одноосного статического прессования с последующим спеканием на воздухе. В работе использовано следующее оборудование: сканирующий электронный микроскоп JSM-7500FA (JEOL, Япония) с приставкой для энергодисперсионного анализа, лазерный анализатор размеров частиц SALD 7101 (Shimadzu, Япония), БЭТ-анализатор Sorbi-M (МЕТА, Россия), рентгеновский дифрактометр XRD-7000S (Shimadzu, Япония), микротвердомер PMT-3M, спектрофотометра Cary Eclipse. Обработка результатов экспериментов выполнена с использованием программного обеспечения “ImageJ”, “OriginPro” и пакета программ

Microsoft Office. Текст пояснительной записки набран при помощи текстового редактора Microsoft Word.

Выпускная квалификационная работа выполнена на базе НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национально исследовательского Томского политехнического университета, в рамках проекта РФФИ № 18-43-703014 p_мол_а.

Список условных обозначений и сокращений

ИАГ, YAG – иттрий-алюминиевый гранат (англ. Yttrium aluminium garnet)

БСИД, WLED – белый светоизлучающий диод (англ. - White light emitting diode)

НИГ, InGaN – нитрид индия галлия (англ. Indium gallium nitride)

ЭИПС, SPS – электроимпульсное плазменное спекание (англ. – Spark plasma sintering);

СЭМ – сканирующий электронный микроскоп;

Содержание

Введение.....	15
1 Обзор литературы	17
1.1 Оптическая люминесцентная керамика.....	17
1.2 Характеристики исходных сырьевых материалов и керамики на их основе	18
1.2.1 Физико-химические свойства иттрий-алюминиевого граната ($Y_3Al_5O_{12}$).....	18
1.2.2 Физико-химические свойства диоксида церия (CeO_2).....	20
1.3 Современное состояние технологии производства люминесцентной керамики на основе $Y_3Al_5O_{12}$	22
1.4. Области применения люминесцентной керамики на основе $Y_3Al_5O_{12}$	33
2. Материалы, оборудование и методы исследования	35
2.1 Материалы исследования и методика консолидации	35
2.2 Сканирующая электронная микроскопия.....	37
2.3 Метод энергодисперсионного анализа	38
2.4 Метод лазерной дифракции	39
2.5 Метод измерения удельной поверхности.....	41
2.6 Метод рентгенофазового анализа.....	42
2.7 Методика измерения механических свойств	43
2.8 Методика измерения фотолюминесценции	46
3. Экспериментальная часть.....	48
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..	59
4.1 Оценка коммерческого потенциала исследования.....	59
4.1.1 Анализ конкурентных технических решений.....	59
4.1.2 SWOT-анализ	61
4.2 Организация и планирование работ.....	62
4.2.1 Определение трудоёмкости выполнения работ.....	62

трещиностойкость образцов	66
4.2.2 Расчет сметы затрат на выполнение проекта	68
4.2.3 Расчет затрат на материалы	68
4.2.4 Расчет затрат на оборудование	69
4.2.5 Расчет заработной платы	69
4.2.6 Расчет затрат на социальный налог	70
4.2.7 Расчет затрат на электроэнергию	71
4.2.8 Расчет прочих расходов	72
4.2.9 Расчет общей себестоимости разработки	72
4.2.10 Расчет прибыли	73
4.2.11 Расчет НДС	73
4.2.12 Цена разработки НИР	73
4.3 Заключение по разделу	74
5 Социальная ответственность	75
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	76
5.2 Производственная безопасность	79
5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов	80
5.2.1.1 Отклонение показателей микроклимата	80
5.2.1.2 Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути	81
5.2.1.3 Превышение уровня шума	81
5.2.1.4 Отсутствие или недостаток естественного света	82
5.2.1.5 Поражение электрическим током.	82
5.2.2 Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя	84
5.2.2.1 Отклонение показателей микроклимата	84
5.2.2.2 Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути	85
5.2.2.3 Превышение уровня шума	86
5.2.2.4 Отсутствие или недостаток естественного света	86
5.2.2.5 Поражение электрическим током	87

5.3 Экологическая безопасность.....	88
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	89
5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований.....	89
5.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС	90
5.5 Заключение по разделу	92
Заключение	93
Список используемой литературы	94
Приложение А	101

Введение

В настоящее время светоизлучающие диоды играют важную роль в применении в качестве индикатора, подсветки, автомобильных фар и общего освещения благодаря своим превосходным характеристикам, таким как высока световая отдача, экономия энергии, экологичность и долговечность [1-4].

В последнее десятилетие самым распространенным материалом кристаллов в светодиодах белого света (WLED), является InGaN с люминофором на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия, который наносится на поверхность кристалла и заливается эпоксидной смолы и силиконом [5-8]. Однако эпоксидная смола или силикон обладают низкой теплопроводностью и термостойкостью, они подвержены деградации, происходящей из-за накопления тепла, испускаемого микросхемой [9, 10]. Это вызывает ряд проблем при практическом применении таких светодиодов: включая ухудшение качества светоизлучение (LE), сдвиг спектра цветности, и существенно сокращает срок службы светоизлучающих диодов [11, 12].

Решить данную проблему можно путем использования люминесцентных керамических материалов на основе порошков различных люминофоров, среди которых наиболее перспективным является иттрий-алюминиевый гранат ($Y_3Al_5O_{12}$, YAG) активированный ионами церия (Se^{3+}), поскольку он является перспективным материалом, обладающим высокой температурой плавления и термостойкостью и хорошими электрофизическими показателями, в нём отсутствуют полиморфные превращения. YAG:Ce-керамика может использоваться как конструкционный элемент различных оптических приборов, работающих в условиях ограниченной видимости, высоких температур, агрессивных сред. В последние годы такая керамика стала использоваться при производстве светоизлучающих диодов белого цвета в качестве преобразователей излучения [13, 14].

Для эффективного использования люминесцентных керамических материалов, в качестве преобразователей излучения, необходимо создание высокоплотной керамической структуры. Процесс получения, которого сопряжен с рядом проблем [15], решить которые возможно использованием методов горячего прессования или электроимпульсного плазменного спекания, однако это ведет к большим экономическим затратам [15].

В связи с этим, актуальным является использование рациональных методов прессования с последующим спеканием, не требующих больших затрат и позволяющих получить керамику с равномерной плотностью и минимальной остаточной пористостью. К таким методам относят ультразвуковое и коллекторное прессование [16], представляющие собой модифицированный метод холодного статического одноосного прессования в жестких пресс-формах.

Целью данной работы является исследование влияния ультразвукового воздействия, температуры спекания и давления прессования на микроструктуру и механические свойства люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия.

1 Обзор литературы

В данном разделе рассмотрены общие сведения о люминесцентных керамиках, области их применения и особенности технологии получения.

1.1 Оптическая люминесцентная керамика

Люминесценцией называют нетепловое свечение вещества, которое возникает после того, как оно поглощает различные виды энергии возбуждения, кроме тепла. Люминесценцией могут обладать твердые, жидкие и газообразные тела. В зависимости от агрегатного состояния тела, во время свечения могут происходить различные процессы. Однако во всех случаях их можно разделить на три этапа [17]:

- 1) поглощение возбуждающей энергии и переход тела в неравновесное состояние;
- 2) преобразование энергии возбуждения внутри тела;
- 3) излучение света и переход тела в состояние равновесия.

Все эти три этапа проходит и люминесцентная керамика. Она является разновидностью керамики оптического назначения, в состав которой добавлен активатор — вещество, способное преобразовывать энергию в световое излучение.

В зависимости от состава активатора можно получить разное свечение керамики в различных областях спектра электромагнитного излучения, электронную структуру [18].



Рисунок. 1.1. – Люминесцентная керамика

Люминесцентные керамические материалы в перспективе представляет собой материал способный заменить используемые в настоящее время преобразователи излучения в светоизлучающих диодах. Она может использоваться в таких сферах как производства индикаторов, подсветок, автомобильных фар, а так же освещение помещения.

1.2 Характеристики исходных сырьевых материалов и керамики на их основе

1.2.1 Физико-химические свойства иттрий-алюминиевого граната ($Y_3Al_5O_{12}$)

Неорганические люминофоры представляют собой полидисперсные порошки с размерами частиц от единиц до сотен микрометров. Они состоят из матричного материала допированного ионами редкоземельных или переходных металлов, называемых активаторами. К широко известным матричным материалам относятся гранаты с химической формулой: $A_3B_5O_{12}$. Среди всех прочих гранатов выделяется иттрий – алюминиевый гранат (ИАГ – YAG) с химической формулой $Y_3Al_5O_{12}$ [19-22]. Редкоземельные элементы

(РЗЭ), их оксиды и другие соединения используются в качестве активных добавок. Для использования люминофоров YAG в источниках белого света, чаще всего виде РЗЭ используются церий (Ce^{3+}) [23-26].

YAG можно рассматривать как типичный пример структуры граната, имеющей кубическую структуру с симметрией $\text{Ia}\bar{3}\text{d}$ (рисунок 1.2). Даже если структура кубическая, элементарная ячейка не проста. Общая формула для идеального граната: $\{\text{A}\}_3[\text{B}]_2(\text{C})_3\text{O}_{12}$, где А, В и С - катионы в разных местах симметрии. Структура граната может быть описана в терминах объемной центрированной ячейки на 160 атомов. В этой элементарной ячейке, изображенной на рисунке 1.2, атомы А занимают 24 (с) места 8-кратной додекаэдрической координации, атомы В находятся в 16 (а) местах с 6-кратной октаэдрической координацией, а атомы С занимают 24 (d) места с 4-кратной тетраэдрической координацией. Каждый октаэдр соединен с шестью тетраэдрами, а каждый тетраэдр соединен с четырьмя $[\text{AlO}_6]$ октаэдрами общими углами. Именно присутствие трех разных катионных ионов придает гранатам с Ce^{3+} их замечательную гибкость в настройке и оптимизации люминесцентных свойств, для конкретных применений путем замещения катионов [27].

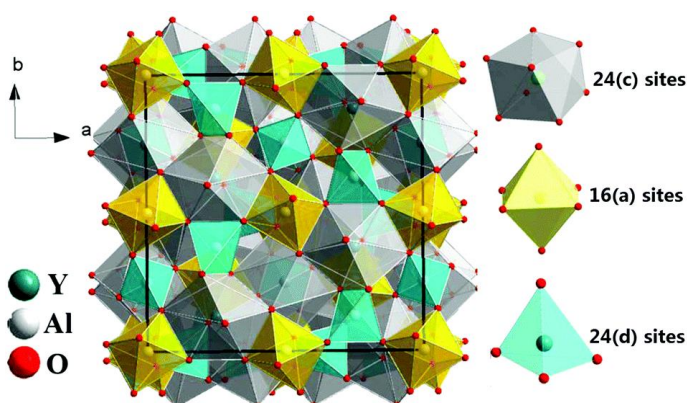


Рисунок 1.2. - Схема кристаллической структуры гранатового типа $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ и координационных атомов многогранников для разных ионов, 24 (с) ионов $[\text{YO}_8]$, 16 (а) ионов $[\text{AlO}_6]$ и 24 (d) ионов $[\text{AlO}_4]$ [27].

Беспримесные иттрий-алюминиевые гранаты бесцветны. Введение различных примесных компонентов позволяет получить гранаты различного

цвета и оттенков. На таблице 1.1 показаны основные физико – химические свойства иттрий-алюминиевого граната.

Таблица 1.1 Основные физико – химические свойства иттрий-алюминиевого граната

Свойство	Значения
Молекулярный вес, г/моль	593,618
Твердость по минералогической шкале	8.5
Диэлектрическая постоянная, Ф/м	11,7
Модуль Юнга, ГПа	300
Температура плавления, °С	1940
Плотность, г/см ³	4.56
Удельная теплоемкость, Дж/(кг*К)	590
Теплопроводность, Вт/(м*К)	14,0
Химическая устойчивость	инертная

1.2.2 Физико-химические свойства диоксида церия (CeO₂)

Диоксид церия относится к категории редкоземельных металлов и представляет собой тугоплавкий порошок, мелкого состава. Он не обладает запахом и имеет бледно-желтый или розоватый цвет. Наночастицы оксида церия (IV) имеют широкую область практических применений - от биомедицинских (например, офтальмология) до технологических применений (например, катализатор в окислительно-восстановительных процессах) и для защиты поверхностей от окисления или УФ-облучения [28].

Диоксид церия представляет собой ионное соединение, состоящее из ионов Ce⁴⁺ и O²⁻. При нагревании в вакууме, а также при восстановлении водородом или СО при умеренных температурах оксидные соединения с отклонением от стехиометрического состава CeO_{2-x} (0 < x < 0,5) относительно легко образуются из него. Основными дефектами, ответственными за нестехиометрию CeO₂ и его поведение в качестве полупроводника n-типа,

являются кислородные вакансии. При частичном удалении кислорода в структуре CeO_2 вакансии формируются согласно первому. Электроны могут быть локализованы в зоне проводимости или распределены среди нескольких окружающих их катионов $\text{Ce}^{\delta+}$, так что создается вакансия O^- , или они локализуются на Ce^{4+} , образуя Ce^{3+} [29].

В таблице 1.2. представлены основные физико-химические свойства диоксида церия.

Таблица 1.2. Основные физико-химические свойства диоксида церия

Свойство	Значения
Молекулярный вес, г/моль	172,12
Твердость по минералогической шкале	6
Потенциал ионизации, эВ	5,47
Модуль Юнга, ГПа	180
Температура плавления, °С	2400
Температура кипения, °С	3500
Плотность, г/см ³	7,65
Удельная теплоемкость, Дж/(кг*К)	390
Теплоемкость при постоянном давлении, Дж/моль·К	61,63

В химической и нефтяной промышленности в качестве катализатора используется диоксид церия в частности, CeO_2 значительно ускоряет реакцию между водородом и окисью углерода. Диоксид церия также хорошо и надежно работает в устройствах, где происходит дегидрирование спиртов.

Церий содержащие стекла, также широко используются в атомной технике, они не тускнеют под действием излучения, что позволяет изготавливать толстые стекла для защиты персонала.

Диоксид церия является компонентом специального стекла в качестве осветлителя, а иногда и в виде светло-желтого красителя. Это же вещество является основным компонентом полирита, наиболее эффективного порошка

для полировки оптического и зеркального стекла. Полирит представляет собой коричневый порошок, состоящий из оксидов редкоземельных элементов. Оксид церия в нем составляет не менее 45% [30].

1.3 Современное состояние технологии производства люминесцентной керамики на основе $Y_3Al_5O_{12}$

За последние десятилетия были разработаны различные способы получения керамик оптического назначения, однако как люминесцентные материалы они разрабатываются относительно недолго. Ниже рассмотрены особенности технологии производства и свойства люминесцентных керамических материалов на основе иттрий–алюминиевого граната.

Для получения качественной, высокоплотной керамики, важным аспектом является качество исходного сырья, то есть порошка. Порошки иттрий–алюминиевого граната получают разными методами. Например, твердофазный синтез, СВС, криохимический, механохимический, распылительный гидролиз и соосаждение из растворов, золь-гель технология.

Для начала рассмотрим один из наиболее распространенных способов получения порошка золь-гель методом. В настоящее время данный метод активно применяется и совершенствуется [31]. В работе [32] рассмотрено реализация специфического варианта золь-гель синтеза. А именно, гель получают из высокомолекулярного полимера с гомогенным раствором одного или нескольких оксидных компонентов, распределенных в нем. Высушенный ксерогель, прокаленный при температуре от 600 до 1300 °С, в зависимости от типа и природы оксида превращается из гелеобразной массы в сыпучий агломерированный порошок. Такой метод позволяет получить монодисперсные порошки с размером 1 мкм и намного меньше рисунок 1.3.

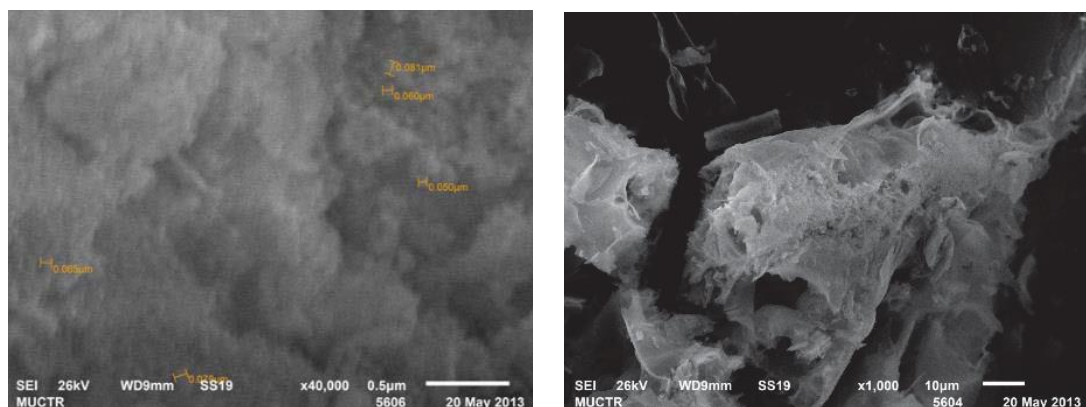


Рисунок 1.3. – Микроструктура порошка YAG после синтеза при 900 °C [32]

По данным электронной микроскопии, изображения представлены на рисунке 1.3, частицы порошка иттрий-алюминиевого граната синтезированного данным методом и прокаленного при температуре 900 °C, имеют размеры около 10 мкм.

На рисунке 1.4 приведены результаты микроскопии порошка, полученного при температуре 1300 °C. Размеры частиц находятся в диапазоне от 100 нм до 1,5 мкм, это свидетельствует о том, что данный метод хорошо подходит, для получения ультрадисперсных порошков. Кроме того, при помощи данного метода можно эффективно равномерно распределить по объему порошка добавку активатора [32].

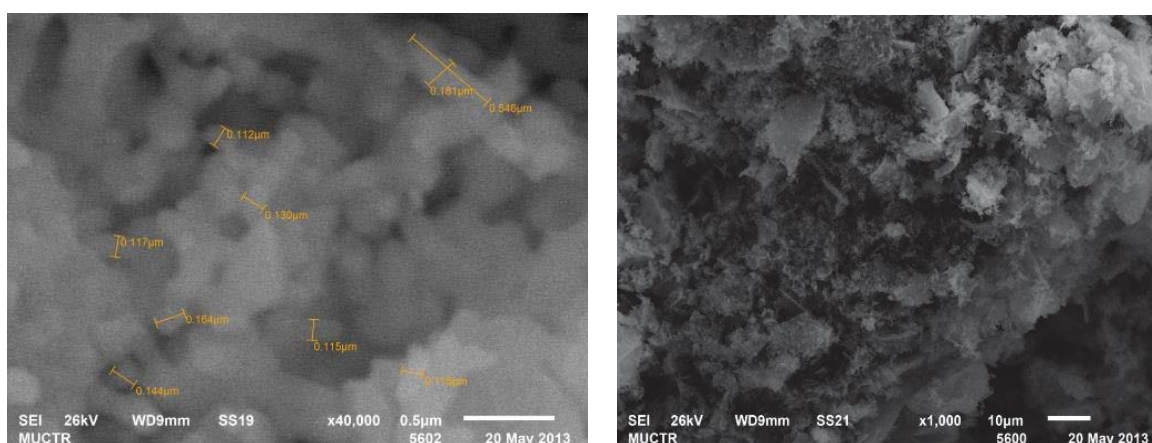


Рисунок 1.4. – Микроструктура порошка YAG после синтеза при 1300 °C [32]

Авторы работы [33] демонстрируют возможность получения нанопорошков YAG гибридным золь-гель методом и изготавливают из них модельные образцы керамики. Под гибридным золь-гель методом авторы понимают сочетания алкоксидных и солевых методов получения тонкодисперсных порошков. В ходе исследования рассматриваемого исследования были решены следующие задачи:

- подбор оптимальных условий синтеза: условия гидролиза и термообработки образующихся порошков;
- Исследование фазового и гранулометрического состава полученного иттрий-алюминиевого граната;
- Изготовление образцов керамики;
- Исследование их свойств.

Гибридной технология золь-гель синтеза были получены порошки иттрий-алюминиевого граната со средним размером частиц 70 нм. Образцы керамики, изготовленные из них, имели пористость 8 – 10 %.

В данной работе [34] исследована возможность синтеза нанопорошков иттрий-алюминиевого граната, активированного неодимом – YAG:Nd³⁺.

В качестве исходных веществ были использованы оксиды неодима и иттрия, лимонную кислоту, в качестве органического соединения - этиленгликоль, лаурилсульфат аммония, мочевины компании Alfa Aesar.

Микроструктуру и фазовый состав порошков и порошкообразных прекурсоров исследовали после отжига. В результате сделан вывод, что при синтезе порошков иттрий-алюминиевого граната золь-гель методом добавки существенно влияют на размер и морфологию частиц. Авторы считают, что использование в качестве добавок этиленгликоль и лаурилсульфат аммиака, является наиболее перспективным при производстве лазерной керамики YAG:Nd³⁺, в отличие остальных добавок [34].

Авторы [35] указывают, рассматривают несколько методов синтеза порошков оксида иттрия и иттрий-алюминиевого граната. Такие как золь-гель технологии, методом термического разложения солей, либо

твердофазным синтезом, методом «горения», «вымораживания», соосаждения, золь-гель и гидротермальными методами.

В данной работе порошковую смесь получали методом гетерофазного обратного осаждения. После чего порошки прессовали под давлением 100 МПа и получали компакты диаметром 30 и высотой 3 мм. Компакты обжигали в воздухе при температурах 1000-1500 °С, а затем вакууме 1600-1890 °С. И в конце проводили осветительный отжиг на воздухе и измеряли оптические свойства изготовленной керамики.

Научная группа [36] провели исследование оптические, структурные и морфологические свойства керамических образцов на основе иттрий – алюминиевого граната (YAG), активированные различной концентрацией Ce^{3+} . А так же оценили влияние концентрации церия на люминесцентные свойства образцов при различных способах возбуждения излучением УФ – диапазона.

Процесс получения образцов состоял из следующих стадий, исходные компоненты Al_2O_3 , Y_2O_3 , CeO_2 смешивались с добавлением 5% BaF_2 . После чего смесь перемешивалась в шаровой мельнице в течение 6 часов. Затем порошковую смесь отжигали в высокотемпературной печи, при температуре 1600 °С в течение 12 часов, и затем при температуре 550 °С в течение 4 часов.

Исследование морфологии проводили при помощи сканирующего электронного микроскопа, люминесцентные свойства оценивали при помощи импульсного азотного лазера и ультрафиолетовой эксилампы KtCl [36].

Результаты исследование показали, что наличие ионов церия в составе YAG приводит к увеличению интенсивности свечения в «желтой» полосе в области 530-570 нм. Повышение концентрации церия приводит к уменьшению интенсивности люминесценции в «синей» полосе 414 нм.

Кроме того порошки на основе YAG:Ce применяют при изготовлении прозрачных керамик [37]. На рисунке 1.5 технологическая схема синтеза

порошкового люминофора, используемого в качестве наполнителя в стеклокристаллических композитах.

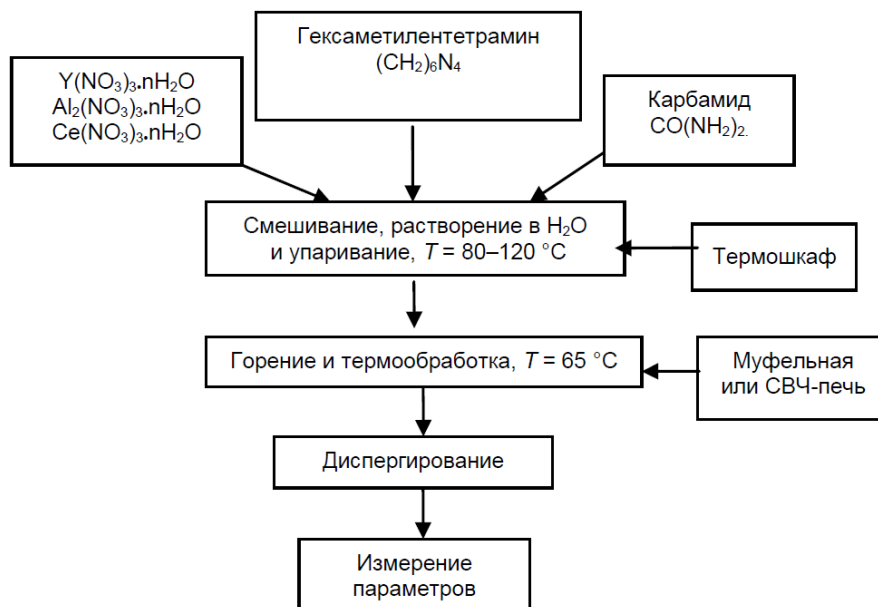


Рисунок 1.5. – Схема термохимического синтеза ультрадисперсных порошков иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия [37]

Образцы для спекания получили при давлении 150 МПа на гидравлическом прессе методом одностороннего прессования. После спекания, полученные образцы имели с относительную плотность 82%.

В следующей работе [38] авторы получали высокоплотную керамику на основе YAG:Ce и исследовали её люминесцентные свойства, ударную вязкость и микротвердость. Порошковые компакты, размерами 10x10x75 мм и массой 11 г прессовали, затем спекали в атмосферной печи при температуре 1600 °C в течение 2 часов со скоростью нагрева 350 °C/ч.

На рисунке 1.6 представлен спектр люминесценции образцов при фотовозбуждении. Полученная керамика, люминесцирует с высокой интенсивностью на длине 550 нм при возбуждении проходящим светом синего светодиода с длиной волны излучения 455 нм. В то же время механические свойства такой керамики сопоставимы с аналогичными характеристиками материалов, широко используемых в оптике [38].

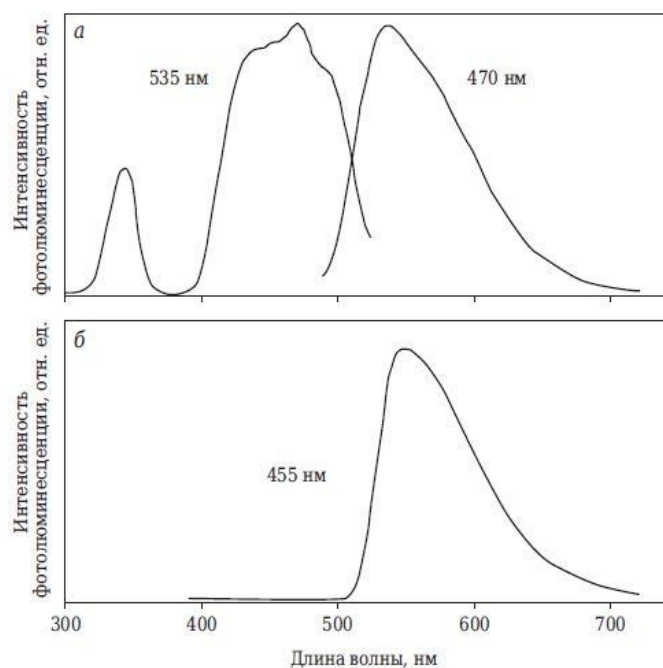


Рисунок 1.6 - Спектр фотовозбуждения (при регистрации длины волны 535 нм) и фотолюминесценции (при возбуждении длиной волны 470 нм) керамики YAG:Ce, (а, съемка на отражение); спектр излучения пластины из керамики YAG:Ce при возбуждении синим светодиодом с длиной волны 455 нм (б, съемка на пропускание) [38].

Авторы [39] изготовили прозрачную керамику на основе иттрий-алюминиевого граната путем спекания на воздухе. В качестве исходных материалов были использованы коммерческие порошки Al_2O_3 и Y_2O_3 . Порошковую смесь подпрессовывали при давлении 5 МПа методом одноосного статического прессования, а после при 250 МПа методом изостатического прессования. Спекание проводили в трубчатой печи. Для сравнения образцы спекали тремя разными способами, в вакууме, в атмосфере кислорода и в атмосфере аргона. По результатам исследования микроструктуры образцов, показанных на рисунке 1.7. Сделан вывод что образцы, спеченные в атмосфере кислорода, обладают высокой плотностью 99,5% и низкой пористостью.

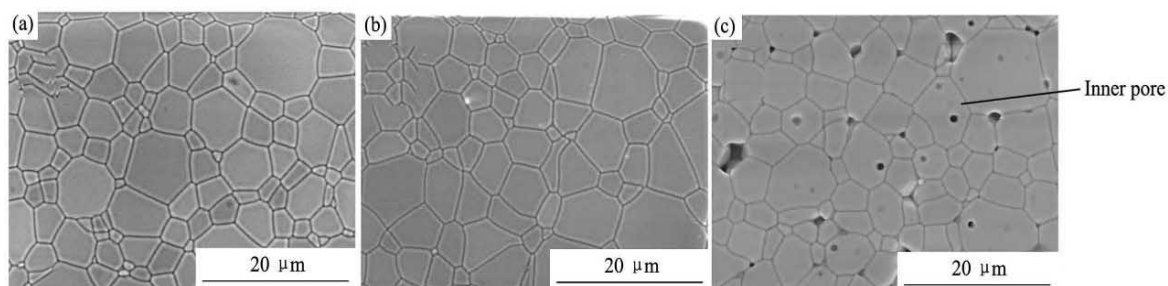


Рисунок 1.7. – микроструктура образцов Nd:YAG, спеченные в вакууме (a), кислороде (b) и аргоне (c) [39].

На рисунке 1.8 показана структура образцов спеченных в атмосфере кислорода при трех разных температурах спекания 1550 (a), 1630 (b), 1730 (c) °C.

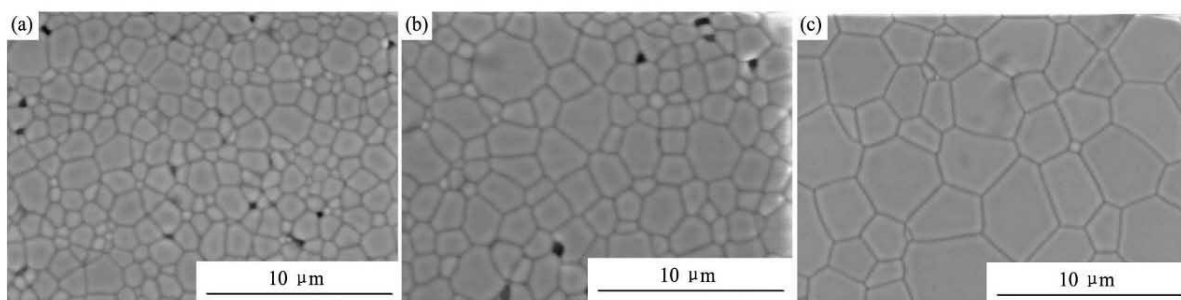


Рисунок 1.8. – микроструктура образцов Nd:YAG, спеченные в разных температурах (a) 1550 °C, (b) 1630 °C, (c) 1730 °C [39].

В результате, авторы сделали вывод, что оптимальной средой, для получения высокоплотной YAG-керамики является кислород, а оптимальной температурой спекания - 1730 °C.

В работе [40] проведено исследование образцов YAG-керамики, полученной спеканием в вакууме, в различных концентрациях (0,3 - 1 мол. %) Ce^{3+} . Исходный порошок смешивали с активатором в шаровой мельнице в изопропиловом спирте в течение нескольких часов. Порошковую смесь сушили при 80 °C в течении 36 часов на воздухе и прессовали под давлением 50 МПа методом одноосного статического прессования. Спекание проводили при температурах 1600 – 1650 °C в течение 10 - 20 часов. Исследовали оптические и люминесцентные свойства полученных образцов. При

фотовозбуждении наблюдалось широкополосное излучение от 470 до 600 нм, и это связано с $5d_1-4f$ -переходом Ce^{3+} , что характерно для YAG-керамик, активированных Ce^{3+} . Время затухания фотолюминесценции излучения Ce^{3+} составляло около 38–45 нс, что примерно в два раза быстрее, чем у Ce:YAG (66 нс). Сцинтилляционные спектры показали формы спектра, аналогичные наблюдаемым в ФЛ. Время затухания сцинтилляции за счет $5d-4f$ -переходов Ce^{3+} составляло около 35–42 нс, что аналогично наблюдаемым в фотолюминесценции, но быстрее, чем YAG:Ce. Среди представленных образцов 0,5% YAGG:Ce показал лучшую производительность в качестве сцинтилляционного детектора [40].

По результатам, полученным авторами работ рассмотренных выше, можно сделать вывод что, способ получения керамики играет важную роль при изготовлении конечного продукта.

Авторами [41] были изучены влияния пористости на люминесцентные свойства керамики Al_2O_3 -YAG:Ce. Порошки YAG:Ce (1-5 мкм) и $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (0,20–0,3 мкм) смешивали в этаноле в течение 24 часов в шаровой мельнице. Затем суспензию высушивали в печи при 80 °C в течение 12 часов. Спекание проводили методом электроимпульсного плазменного спекания при температуре 1380 °C в диапазоне давлений от 40 до 100 МПа, скорости нагрева составляла 100–300 °C/мин.

Плотность полученных образцов оценивали методом Архимеда. Микроструктуру исследовали методом сканирующей электронной микроскопии. Люминесцентные свойства оценивали при помощи спектрофотометра с ксеноновой лампой мощностью 450 Вт, спектрального радиометра и интегрирующей сферы диаметром 500 мм.

Авторами [41] были изготовлены образцы из композитной фосфорной керамики, методом SPS в диапазоне давлений под прессовки от 40 до 100 МПа. Установлено, что при повышении давления от 40 МПа до 100 МПа пористость керамики уменьшается с 0,65 % до 0,34 % (рисунок 1.9).

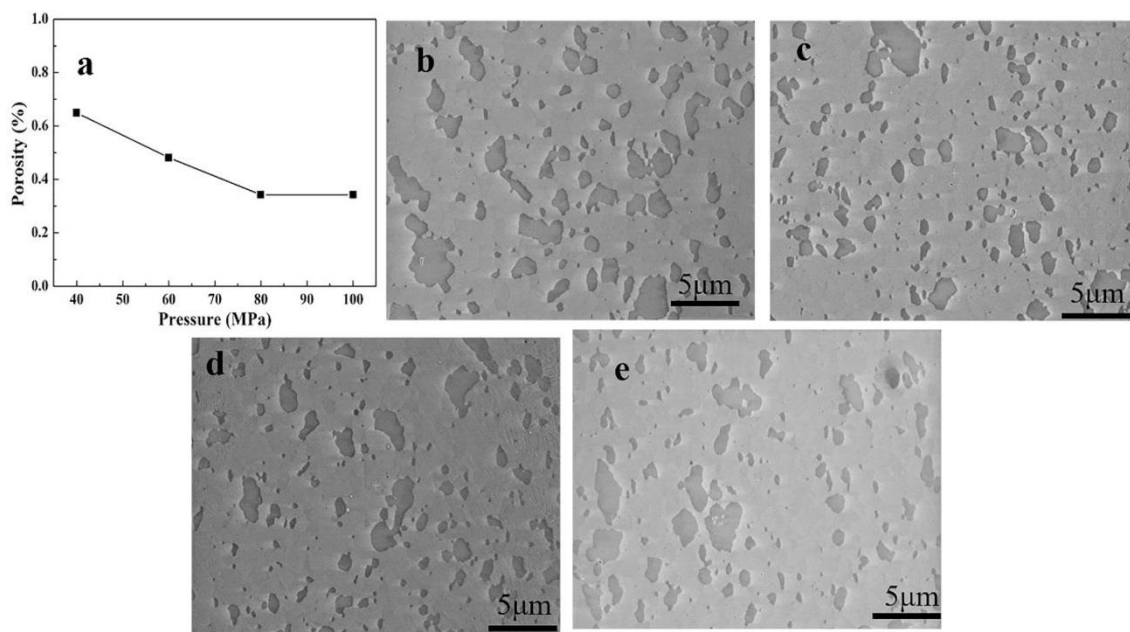


Рисунок 1.9 (а) Пористость керамики, построенная в зависимости от нагрузки; (b – e) СЭМ-картина образцов, спеченных при различном давлении нагрузки: (b) 40 МПа, (c) 60 МПа, (d) 80 МПа, (e) 100 МПа. [41]

Наибольшая теплопроводность (24,9 Вт/м*К) наблюдается при давлении 80 МПа рисунок 1.10а. Авторы отмечают, что теплопроводность обратно пропорциональна пористости в диапазоне рабочих давлений от 40 МПа до 80 МПа. Теплопроводность снижается до 22,9 Вт/м*К когда нагрузка превышает 80 МПа. Снижение теплопроводности может быть связано с дефектом.

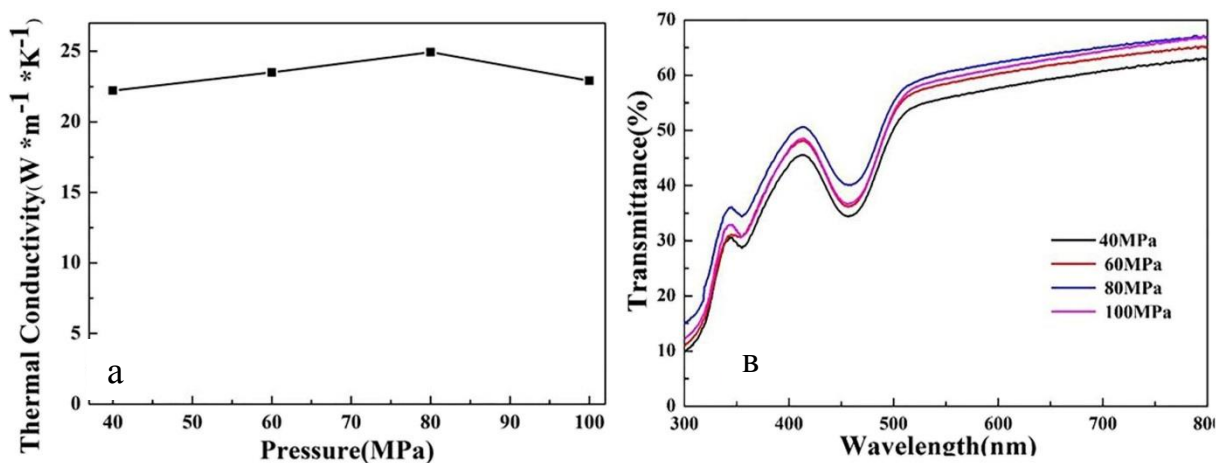


Рисунок. 1.10. (а) Теплопроводность керамики, построенная как функция нагрузки; (в) проходящий коэффициент пропускания полученных образцов (толщина: 0,15 мм) при различном нагрузочном давлении [41].

В статье [42] изучено влияние методов синтеза порошков на конечные свойства керамики YAG и YAG:Er, изготовленной методом электроимпульсного плазменного спекания. Порошки синтезированы методом плазменного пиролиза (YAG-P и YAG-P:Er) и сульфатным способом (YAG-S и YAG-S:Er). SPS-спекание проводили при температуре 1600 °C в диапазоне давлений от 30 до 70 МПа, скорость нагрева составляла 50 °C/мин, выдержка на заданной температуре спекания отсутствовала.

Исследования динамики линейной усадки в процессе SPS показали, интенсивность уплотнения сильно зависит от морфологии и способа получения исходного порошка. Порошки, полученные методом пиролиза, состоят из мелких сферических частиц, имеют узкое мономодальное распределение по размерам. Это оказало негативное влияние на процесс уплотнения порошка и способствовало высокой активности порошка при спекании. В результате образцы, изготовленные из этого порошка, обладали большим количеством мелких пор. Порошки, полученные сульфатным способом, состоят из мелких и крупных частиц, имеют бимодальный характер распределения частиц по размерам. Высокое содержание серы было отмечено для YAG-S и YAG-S:Er, особенно для недопированного порошка. Однако негативного влияния серы на спекание выявлено не было.

Авторы показали, что оптические свойства в основном зависят от плотности материала. Высокое давление, прикладываемое в процессе SPS, приводит к неоднородному распределению плотности в объеме спекаемого образца. Высокое давление (около 70 МПа) в процессе электроимпульсного плазменного спекания оказало негативное влияние на оптические свойства полученной керамики [42].

В работе [43] высокоплотная прозрачная YAG керамика получена методом SPS в диапазоне температур от 1200 до 1500 °C при давлениях 50 МПа и 100 МПа с выдержкой на заданной температуре спекания 3, 6 и 9 минут. В качестве исходного материала использовался коммерческий порошок YAG.

Авторами установлено, что полное уплотнение чистого YAG происходит при температуре соответствующей максимальной скорости уплотнения и минимальной скорости роста зерна. Таким образом оптимальной температурой SPS-спекания для керамики исследуемого типа является 1375 °C с выдержкой на заданной температуре в течение 3 минут. Она обеспечивает получение высокоплотных образцов YAG-керамики [43].

Авторы следующей статьи [44] для изготовления YAG-керамики использовали метод лазерного спекания.

В качестве исходных порошков использовались оксид алюминия (Al_2O_3), оксид иттрия (Y_2O_3) и $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Смешивание проводили в шаровой мельнице в 40 мл этанола в течение 20 часов. В качестве мелящих тел использовали шары из оксида алюминия диаметром 2 мм. Шары к порошку добавляли в весовом соотношении 1 к 2 (порошок/шарик). Полученные порошковые смеси высушивали в атмосферной печи при 90 °C в течение 6 часов. Одноосное статическое прессование порошковой смеси проводили под давлением 152 МПа, выдерживали под нагрузкой в течение 10 минут.

Спекание осуществляли CO_2 -лазером (ZAXLE, DC-6040-N) с рабочей площадью пучка (диаметр лазерного пятна) 0,5 мм. Полученные образцы исследовали методами рентгенофазового анализа, энергодисперсионного анализа, спектроскопии и микроскопии [45].

Таким образом, люминесцентную керамику на основе иттрий-алюминиевого граната, в настоящее время, изготавливают различными методами, среди которых наиболее перспективными являются те, что позволяют получить керамику с высокой плотностью и минимальной остаточной пористостью. Эти методы не должны вносить загрязнение в спекаемый материал в процессе консолидации, а также обеспечивать высокие люминесцентные свойства керамики.

1.4. Области применения люминесцентной керамики на основе $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

В последние годы люминесцентная керамика применяется при создании источников света, в том числе при изготовлении светоизлучающих диодов. Светодиоды, в настоящее время, используются во многих областях промышленности, например в элементах подсветки жидкокристаллических экранов, автомобильных фарах, индикаторах электронных приборов.

Значительное внимание в последние годы уделяется светодиодам белого цвета, поскольку они, в перспективе могут заменить используемые в настоящее время лампы накаливания и «энергосберегающие» лампы, поскольку их энергопотребление крайне мало, а срок службы может, исчисляться годами [46-49]. В настоящее время наиболее успешные коммерческие WLED производятся путем сочетания синего излучающего кристалла с желтым люминофором. В качестве желтого люминофора чаще всего используются порошки иттрий–алюминиевого граната, активированного ионами церия $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ (YAG:Ce).

В результате проведенного литературного обзора можно заключить, что наиболее значимое влияние на оптические, микроструктурные и механические свойства YAG-керамики оказывают морфологические свойства исходных порошков. Явно выраженной зависимости свойств метода её изготовления не наблюдается, однако позволяет сделать выводы о характерном диапазоне температур спекания лежащим в диапазоне от 1500 до 1700 °C.

Стоит отметить, что весьма перспективным для изготовления люминесцентной керамики является атмосферное спекание с последующим прессованием, так как данный метод является экономически выгодным и позволяет исключить необходимость атмосферного отжига после спекания. Люминесцентные свойства YAG-керамики полученные таким методом сопоставимы со свойствами керамик полученных электроимпульсным

плазменным спеканием или одноосным статическим (или изостатическим) прессованием с последующим вакуумным спеканием и отжигом.

2. Материалы, оборудование и методы исследования

В настоящей главе рассмотрены используемые материалы и методики для изготовления и исследования образцов из керамика на основе YAG:Ce. Представлены основные оборудования, использованные при выполнении поставленной задачи. Подробно описаны методы исследования физико-механических свойств, полученных образцов.

2.1 Материалы исследования и методика консолидации

Материалами исследования являются микропорошки иттрий-алюминиевого граната активированного ионами церия и керамика на их основе.

В качестве исходного материала для изготовления образцов люминесцентной YAG:Ce – керамики использовалась механическая смесь порошков оксидов алюминия, иттрия и церия, полученного из Университета науки и искусств Чунциня, Китай.

Формование порошковых компактов осуществлялось методами холодного статического одноосного прессования и ультразвукового прессования [50], с последующим спеканием на воздухе. Компактирование порошков проводили на автоматическом прессе ИП-500 АВТО («ЗИПО», Россия) представленном на рисунке 2.1, в диапазоне давлений от 50 до 600 МПа, в стальной пресс-форме с внутренним диаметром формирующей полости 10 мм. В результате были получены компакты с высотой 1,8 мм, диаметром 10 мм и плотностью 57% относительно теоретической.



Рисунок 2.1 - Автоматический пресс ИП-500 АВТО («ЗИПО», Россия)

Порошковые компакты спекали в диапазоне температур 1550 – 1700 °С в высокотемпературной печи LHT 02/18 (Nabertherm, Германия), представленной на рисунке 2.2, на воздухе с выдержкой на заданной температуре спекания - 8 часов. Скорость изменения температуры в ходе нагрева и остывания составляла 200 °С/час.



Рисунок 2.2 - Высокотемпературная печь LHT 02/18 (Nabertherm, Германия)

В результате спекания были получены керамические образцы цилиндрической формы высотой 1,5 – 1,7 мм, диаметром ~9 мм. Плотность образцов определялась путем измерения массы и линейных размеров. Дальнейшие исследования керамики выполняли после её механической полировки торцевых поверхностей при помощи полировально-шлифовальной системы EcoMet 300 Pro (Buehler, Германия) с применением алмазных суспензий MetaDi (Buehler, Германия).

2.2 Сканирующая электронная микроскопия

Микроструктуру керамики изучали при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ).

СЭМ – предназначен для получения изображения поверхности исследуемого объекта с высоким пространственным разрешением (до 0,4 нм) пространственным разрешением, также информации о составе, структуре и некоторых других свойствах поверхностных слоёв. Принцип действия основан на взаимодействии электронного пучка с исследуемым веществом.

Перед анализом на образцы и порошки из непроводящих материалов наносят проводящее покрытие для получения качественного изображения. Суть метода заключается в сканировании поверхности образца сфокусированным электронным пучком с одновременной регистрацией излучения, возбужденного этим пучком [51]. Сканирующий электронный микроскоп JSM-7500FA (JEOL, Япония) используемый в работе представлен на рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Сканирующий электронный микроскоп JSM-7500FA

2.3 Метод энергодисперсионного анализа

Энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) на данный момент является одной из самых распространенных приставок к электронным микроскопам. Он легко устанавливается на колонну любого электронного микроскопа (растрового или просвечивающего) и позволяет решать примерно 90% всех задач микроанализа [52].

Принцип действия ЭДС заключается в следующем: электронный пучок падает на поверхность образца и взаимодействует с материалом, что приводит, помимо прочего, к характерному рентгеновскому излучению, которое регистрируется полупроводниковым ЭДС-детектором. Затем система обработки сигналов делит рентгеновские фотоны по энергиям и, таким образом, мы получаем полный спектр, по которому мы судим об элементном составе образца-мишени [52].

Современный ЭДС состоит из детектора (кристалл кремния, охлаждаемый элементом Пельтье), системы усиления сигнала, системы регистрации и анализа спектра, а также управляющей системы на основе персонального компьютера.

Основным достоинством энергодисперсионного спектрометра является высокая скорость накопления спектра, возможность

количественного анализа за 1 минуту и быстрое получение карт распределения элементов по площади образца.

Основным недостатком является – высокий предел обнаружения большинства элементов - не лучше 0,1-0,5% вес. [52]. В работе был использован энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) JED-2300T (JEOL, Япония).

2.4 Метод лазерной дифракции

Гранулометрический анализ исходного порошка проводился по методу лазерной дифракции на лазерном анализаторе размеров частиц SALD 7101 (Shimadzu, Япония) изображенном на рисунке 2.4.

Процесс анализа начинается с того, что источник света испускает луч монохроматического света, который пройдя через несколько оптических компонентов, исходный луч превращается в широкий коллимированный пучок. Этот световой пучок направляется на частицы и рассеивается ими в так называемом рассеивающем объеме. Рассеивающийся при этом свет регистрирует многоэлементная фотодетекторная матрица. Возникающие в матрице фототоки оцифровываются и анализируются с построением диаграммы интенсивностей и оценкой распределения частиц по размерам.

Далеко не все порошковые материалы обладают формой частиц близкой к сферической, однако эффекты рассеяния на их углах и краях сглаживаются из-за вращения, происходящего благодаря циркуляции пробы во время измерения. Это позволяет применять как теорию Ми, так и теорию Фраунгофера к системам с одним параметром – диаметром. Важно понимать, что такой подход позволяет только примерно оценить размеры частиц и что результаты, получаемые большинством методов (включая лазерную дифракцию) могут сильно отличаться от реальных характеристик. Пока что в современных коммерческих инструментах для определения размеров частиц в широком спектре образцов используется только сферическая модель

независимо от настоящей формы частиц. Размер частиц выражается в виде диаметра сферы эквивалентного объема [53].

Достоинство метода:

- Широкий динамический диапазон: начиная от размера меньше микрона и заканчивая несколькими миллиметрами;
- Быстрые измерения: получение результатов менее чем за минуту;
- Высокая повторяемость - за счёт анализа большого количества частиц в каждом измерении;
- Непрерывный контроль и управление процессом диспергирования частиц;
- Высокая производительность - сотни измерений в день;
- Отсутствие необходимости калибровки - простая верификация осуществляется с использованием эталонных материалов;
- Общепризнанная технология, требования к которой определяет стандарт [54].

К недостаткам данного метода можно отнести:

- Зависимость результата от адекватности математической модели, положенной в основу корреляционного анализа;
- Сложность подбора в ряде случаев дисперсионной среды;
- Агломерация частиц в исследуемых суспензиях, которая приводит к тому, что оценивается не распределение частиц по размерам, а распределение агломератов частиц по размерам.

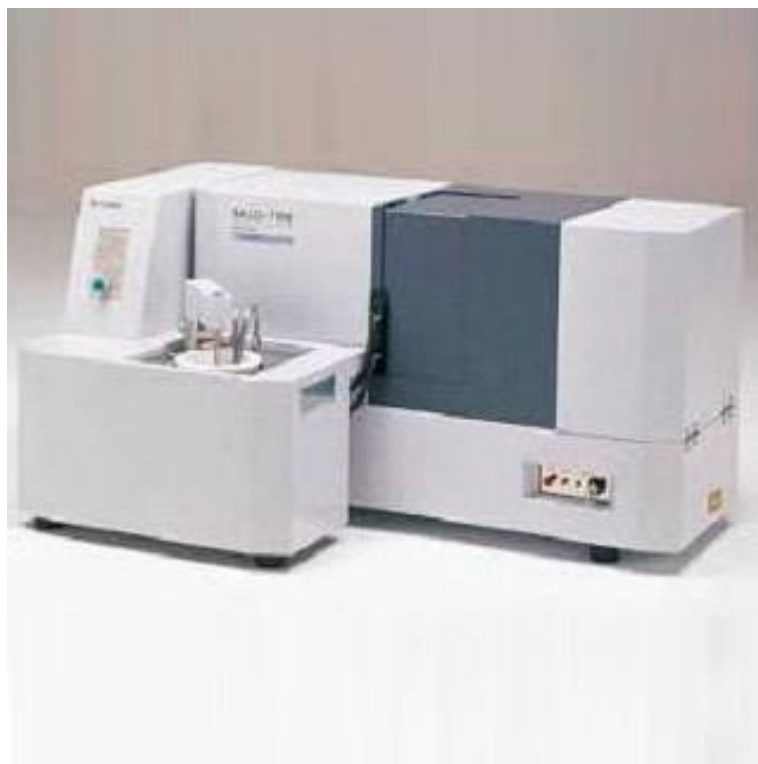


Рисунок 2.4 – Лазерный анализатор размеров частиц SALD 7101

2.5 Метод измерения удельной поверхности

Для определения удельной поверхности исследуемого порошка в работе был использован БЭТ-анализатор Сорби-М (МЕТА, Россия), изображенный на рисунке 2.5.

Метод БЭТ (Брунауэра-Эммета-Теллера) является одним из наиболее распространенных методов для определения удельной поверхности. В нем применяются следующие допущения: поверхность адсорбента однородна; взаимодействие адсорбент–адсорбат сильнее, чем адсорбат–адсорбат; а так же взаимодействие адсорбированных молекул учитывается только в направлении, перпендикулярном поверхности, и рассматривается как конденсация. Для вычисления площади поверхности адсорбента определяется объем газа относительно мономолекулярного слоя и площадь поперечного сечения молекулы адсорбированного газа. Принято считать, что метод БЭТ можно использовать для измерения площади поверхности с

точностью 5-10% в интервале значений относительного давления p/p^0 0,05-0,35 [55].

Устройство управляется персональным компьютером. Обработка результатов анализа производится автоматически.

БЭТ-анализатор используется в качестве средства контроля текстурных характеристик дисперсных и пористых материалов, в том числе наноматериалов, при их производстве, для контроля качества, сертификации и паспортизации продукции, в научных исследованиях [56].



Рисунок 2.5 – БЭТ-анализатор Sorbi-M

2.6 Метод рентгенофазового анализа

Для определения фазового состава, типа кристаллической решетки и определения областей когерентного рассеяния (ОКР) используются методы рентгенофазового анализа.

Область когерентного рассеяния является характерной областью кристалла, который рассеивает рентгеновские лучи с постоянной разностью фаз, независимо от других подобных областей. Чтобы оценить размер зерна, размер ОКР идентифицируется со средним размером кристаллитов. Размер ОКР обычно на 10-15% ниже, чем результаты определения размера мелких зерен с помощью электронной микроскопии, что обусловлено соответствием

ОКР внутреннему упорядочению зерна и не включает сильно искаженное и аморфные границы кристаллитов [57].

Рентгеновский дифрактометр - прибор для измерения интенсивности и направления рентгеновского излучения, дифрагирующего на кристаллическом объекте. Устройство используется для решения различных задач рентгеноструктурного анализа. Допускается измерять интенсивность дифрагированного излучения в заданном направлении с точностью до десятых долей процента и углов дифракции с тональностью до десятых долей минуты. С помощью рентгеновского дифрактометра можно проводить фазовый анализ поликристаллических объектов и изучать текстуры, ориентацию монокристаллических блоков, получать полный набор интенсивностей отражений от монокристалла, исследовать структуру веществ в различных внешних условиях [58].

Рентгенофазовый анализ керамических порошков и образцов проводился на рентгеновском дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония) изображенном на рисунке 2.6.



Рисунок 2.6 – Рентгеновский дифрактометр XRD-7000S

2.7 Методика измерения механических свойств

Для определения механических свойств полученных образцов керамики в работе использовался микротвердомер ПМТ-3М, изображенный на рисунке 2.7. Под твердостью понимают свойство материала

сопротивляться проникновению в него другого, не получающего остаточных деформаций, тела. Величина твердости и ее размерность для одного и того же материала зависят от примененного метода измерения. В настоящей работе применялся метод Виккерса. Принцип определения микротвердости по восстановленному отпечатку после вдавливания четырехгранной алмазной пирамидки с квадратным основанием и углом между противоположащими гранями 136° . По диагоналям отпечатка и углу α при вершине пирамиды значения микротвердости вычисляли по формуле:

$$H = \frac{P}{S} = \frac{2 \times P \times \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.854 \times P}{d^2}$$

, где, d – диагональ отпечатка в мкм,

α – пространственный угол при вершине,

P – нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику в граммах [59].

При испытании на микротвёрдость применялась нагрузка в 200г. Величина микротвёрдости определялась как среднее из пяти замеров. При нанесении отпечатков необходимо следить, чтобы расстояние от края образца до первого отпечатка составляло бы не менее 1.5 его диагоналей, а между двумя соседними отпечатками не менее двух - трех диагоналей большего из них. Преимущества метода Виккерса по сравнению с другим методами заключается в том, что методом Виккерса можно испытывать материалы высокой твердости из-за применения алмазной пирамиды.



Рисунок 2.7. – Микротвердомер ПМТ – 3М

Измерение трещиностойкости осуществлялось по стандартной методике при нагрузке 500 г (4,9 кН). На рисунке 2.8 показан один из отпечатков индентора, по которому измерялась трещиностойкость образца.



Рисунок 2.8. – Отпечаток индентора после нагрузки 500 г

Расчёт критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} по длине трещин исходящих из углов отпечатка индентора по формуле Niihara и коллег [60].

2.8 Методика измерения фотолюминесценции

Спектры фотолюминесценции (ФЛ) керамики на основе YAG на образцах измеряли с использованием спектрофлуориметра Agilent Cary Eclipse (рисунок 2.8). Cary Eclipse – эффективный точный прибор, обладающий следующими преимуществами: разнообразие в режимах измерения, низкие затраты, высокий срок службы лампы, прибор позволяет получить самые достоверные результаты, возможность работать без кювет, дополнительный волоконно-оптический зонд позволяет в несколько раз сократить время анализа при сохранении точности, за счет чего облегчается рабочий процесс [61]. Внутренние устройства прибора изображены на рисунке 2.9.

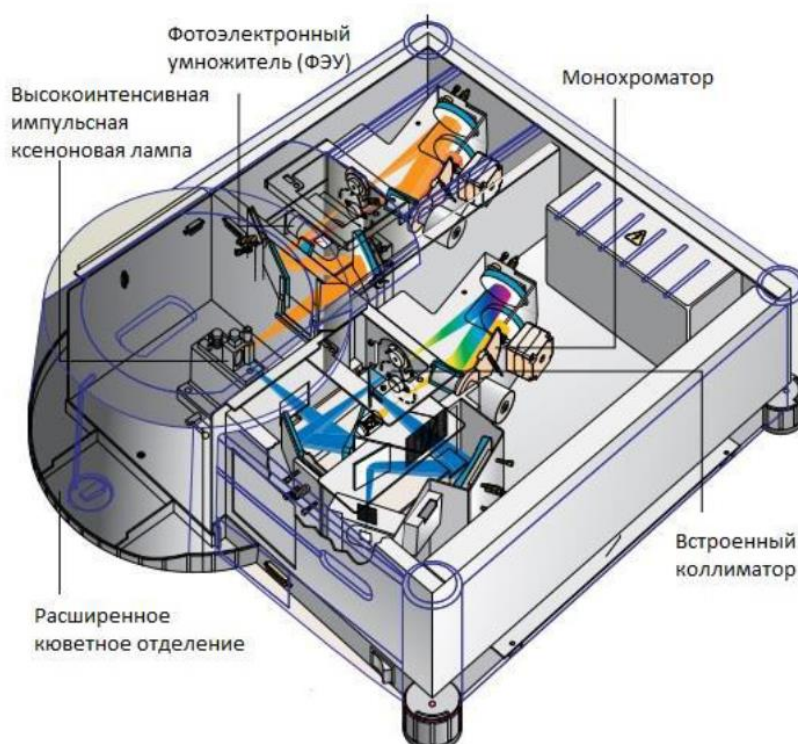


Рисунок 2.9. – Внутренне устройство флуоресцентного спектрофотометра Cary Eclipse

В спектрофлуориметре источником света является импульсная ксеноновая лампа. Высокая чувствительность во всем диапазоне длин волн достигается за счет использования оригинальной высокоинтенсивной

импульсной ксеноновой лампы, дифракционной решетки с оптимальными значениями угла рассеивания и специальных покрытий. Светочувствительные образцы не подвергаются длительному воздействию света, поскольку ксеноновая лампа дает импульс только в момент получения следующих данных.

3. Экспериментальная часть

Характеризация исходного порошка. Анализ СЭМ-изображений, одно из которых представлено на рисунке 3.1. показал, что исследуемый порошок является двух компонентным, состоит из частиц неправильной формы и имеет достаточно гомогенное распределение компонентов.

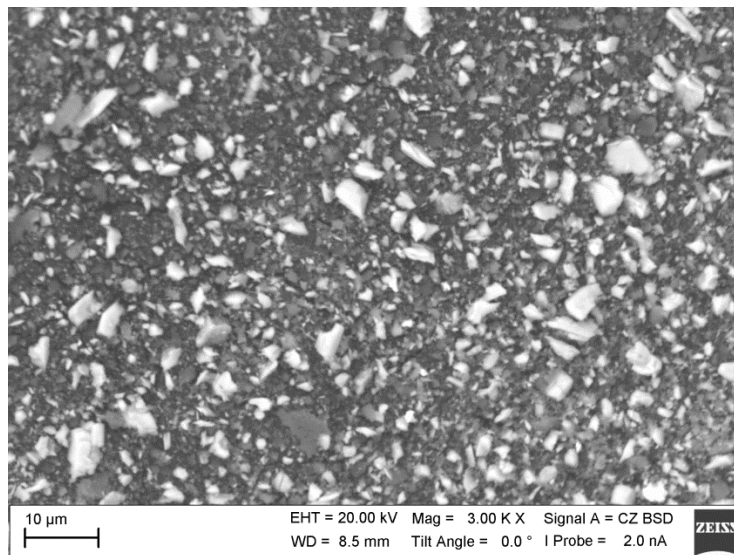


Рисунок 3.1. – СЭМ-изображение порошка YAG:Ce

По данным лазерной дифракции частицы имеют размер от 270 нм до 31,43 мкм, средний размер частиц 2,12 мкм. Площадь удельной поверхности измеренная по методу БЭТ, составила $19,44 \pm 0,23$ м²/г. Гистограмма распределения структурных элементов исследуемого порошка по размерам представлена на рисунке 3.2.

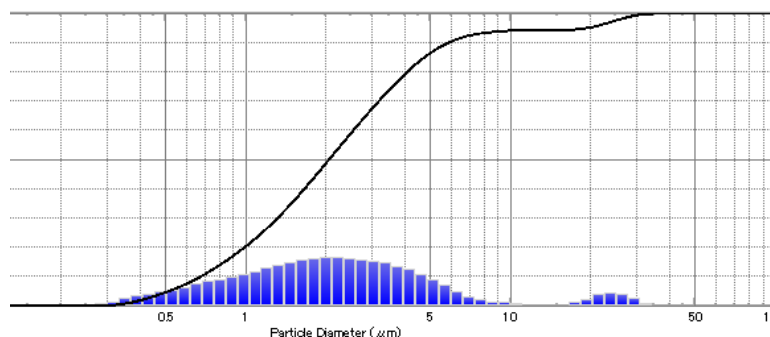


Рисунок 3.2 – Гистограмма распределения частиц порошка YAG:Ce по размерам, полученная методом лазерной дифракции

Элементный состав, определенный методом энергодисперсионного анализа и пересчитанный на оксиды показал, что порошок состоит из Y_2O_3 (59,08 мол. %) Al_2O_3 (40,86 мол.%) и CeO_2 (0,06 мол. %), посторонних примесей не обнаружено.

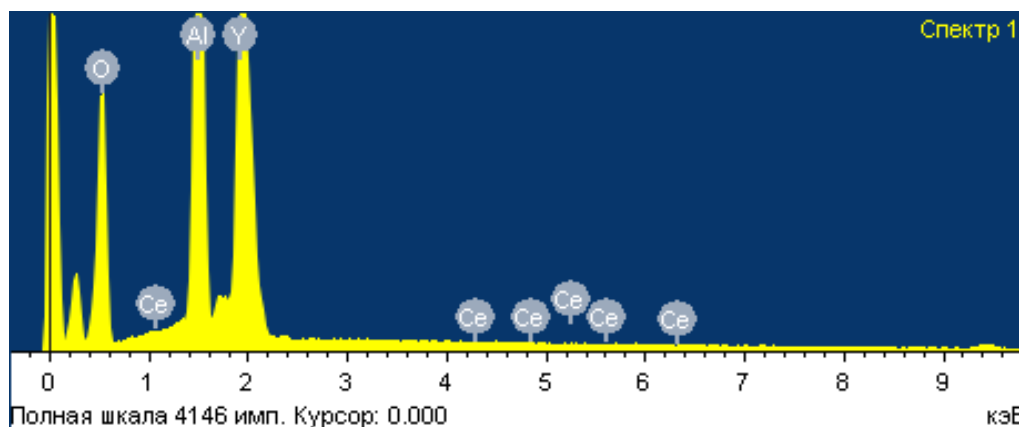


Рисунок 3.3. – Спектр ЭДС

Керамические образцы на основе YAG:Ce.

В результате спекания были получены образцы люминесцентной керамики, высотой 1,8 мм, диаметром 10 мм, плотностью от 82,3% до 99,8%.

На рисунке 3.4а представлены зависимости относительной плотности керамических образцов от температуры спекания. Наибольшая плотность – $98,3 \pm 1\%$ и $99,7 \pm 1\%$ - наблюдается у образцов, полученных при температуре 1650°C методами холодного статического и ультразвукового прессования соответственно. Увеличение температуры спекания с 1550°C до 1650°C приводит к п относительной плотности образцов на $11,4 \pm 1\%$. Дальнейшее увеличение температуры спекания с 1650°C до 1700°C приводит к уменьшению относительной плотности на $2,8 \pm 1\%$.

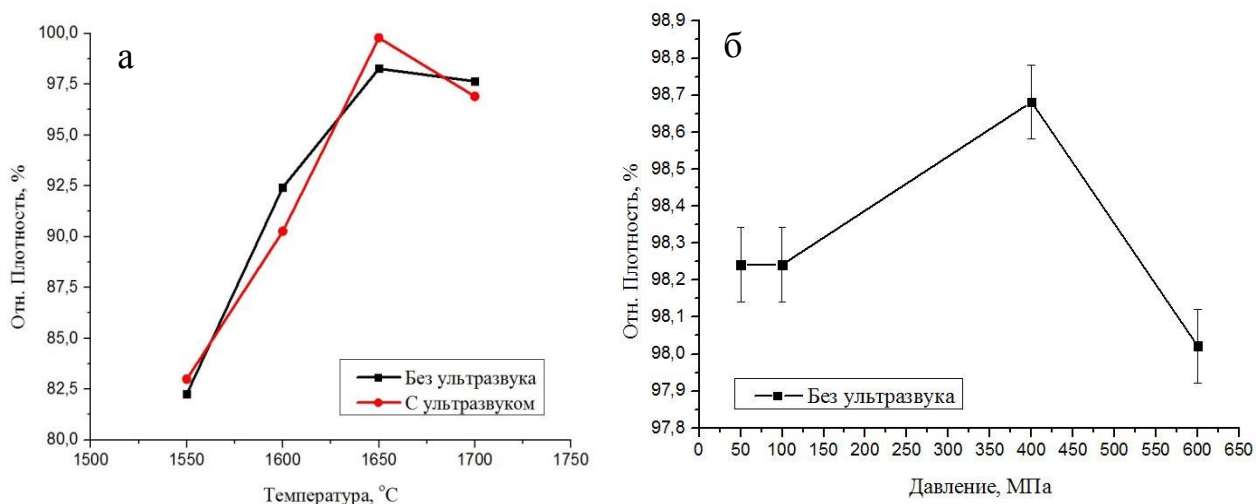
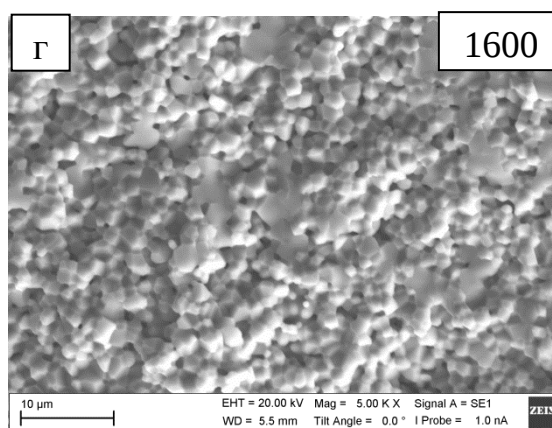
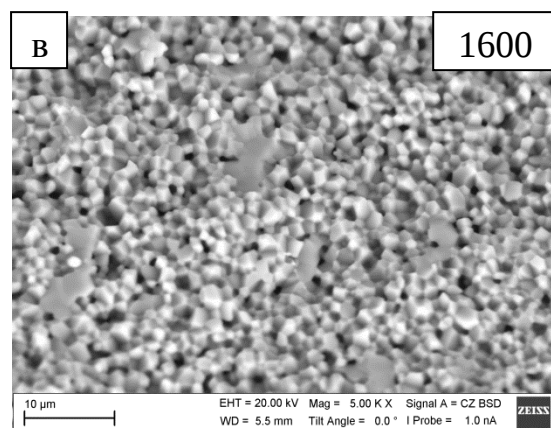
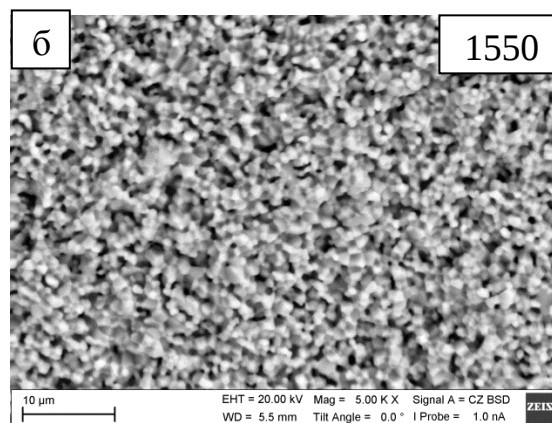
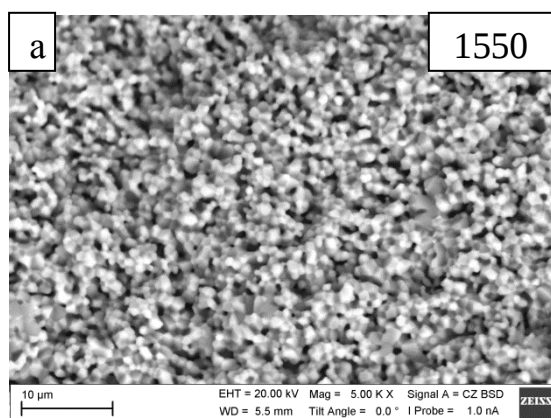


Рисунок 3.4 – (а) зависимость плотности от температуры, (б)-зависимость плотности от давления прессования.

На рисунке 3.4б представлена зависимость плотности керамических образцов от давления прессования. В диапазоне давлений от 50 до 600 МПа наблюдается изменение плотности от $98,24 \pm 1\%$ до $98,02 \pm 1\%$. Наибольшее значение плотности – $98,7 \pm 1\%$ наблюдается у образцов, полученных при давлении 400 МПа. По видимому при давлениях больше 400 МПа, в керамике образуются микродефекты, приводящие к понижению плотности.

Исследование микроструктуры экспериментальных образцов выполнено по результатам сканирующей электронной микроскопии с использованием программы «ImageJ». По результатам анализа СЭМ изображений, показанного на рисунке 3.5а и 3.5б у образцов, спеченных при температуре 1550 °C, размер зерен находится в диапазоне от 0,9 до 2,6 мкм. Размер остаточных пор – в диапазоне от 0,13 до 0,9 мкм. Можно сделать вывод что, что спекание образцов только началось, размер зерен не значительно отличается от размеров частиц исходного порошка. Образцы имеют относительно низкую плотность – 82,3%. И высокую пористость 0,54 мкм. Спекание при температуре 1600 °C рисунок 3.5в и 3.5г привело к увеличению плотность керамики до 92,4% , размеры зерен находится в диапазоне от 1,6 до 3,2 мкм, размер остаточных пор – в диапазоне от 0,23 до 1,04 мкм. Это объясняет значительное увеличение плотности до 92,4%, как

показано на рисунке 3.4, что свидетельствует о некотором увеличении интенсивности спекания. Керамические образцы, спеченные при температуре 1650 °С, имеют размеры зёрен от 1,11 до 7,1 мкм, а размеры пор в диапазоне от 0,2 до 3,4 мкм. Эти образцы имеют высокую плотность 99,8% и низкую остаточную пористость – 0,94 мкм. Это говорит, что образцы полностью спеклись, и усадка прошла успешно. Спекание при температуре 1700 °С приводит к существенному увеличению размеров зёрен керамики (от 7,3 до 24,4 мкм) обусловленному рекристаллизационными процессами, происходящими в образцах, и образованию внутризеренной пористости, поры имеют размеры от 0,1 до 3,3 мкм.



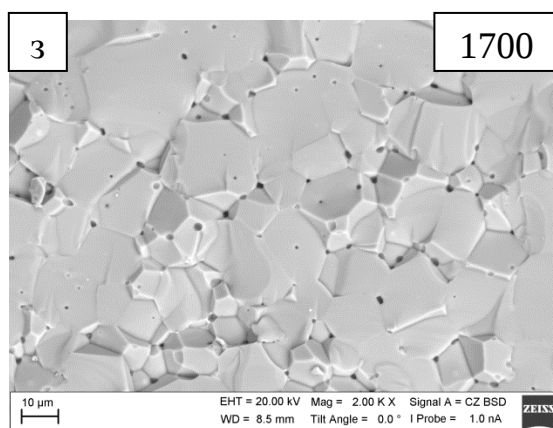
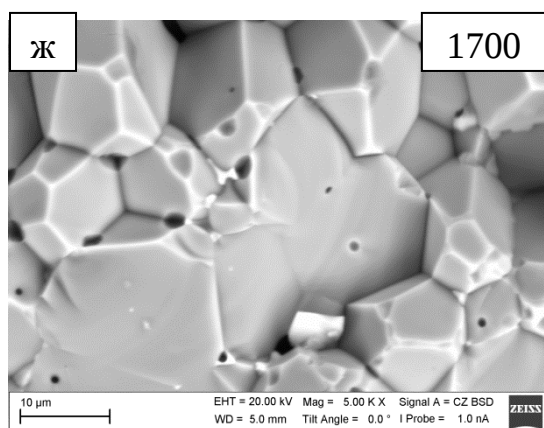
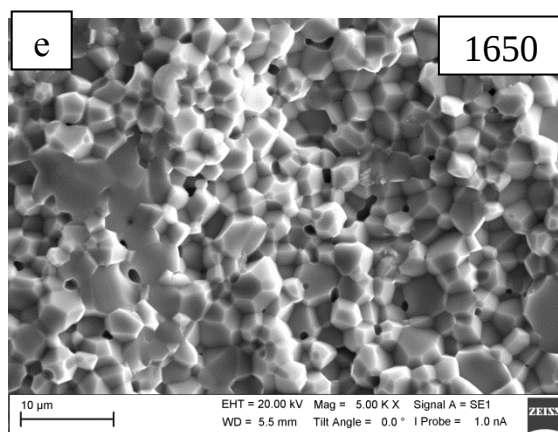
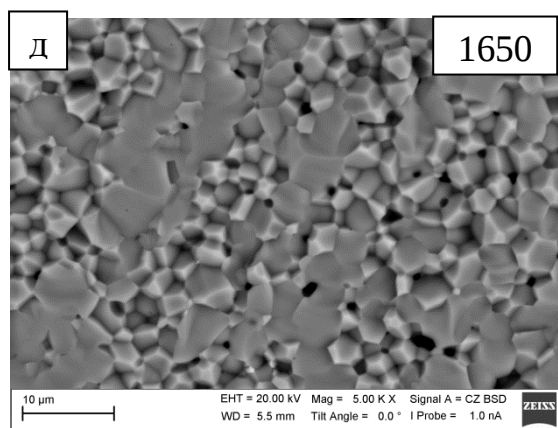


Рисунок 3.5. – СЭМ изображение керамических образцов YAG:Ce: (а,в,д,ж) – без ультразвука; (б,г,е,з) – с ультразвуком. При температуре спекания от 1550 до 1700 °С.

Гистограммы распределения средних размеров зерен и пор, изготовленных образцов YAG:Ce керамики представлены на рисунках 3.6 и 3.7.

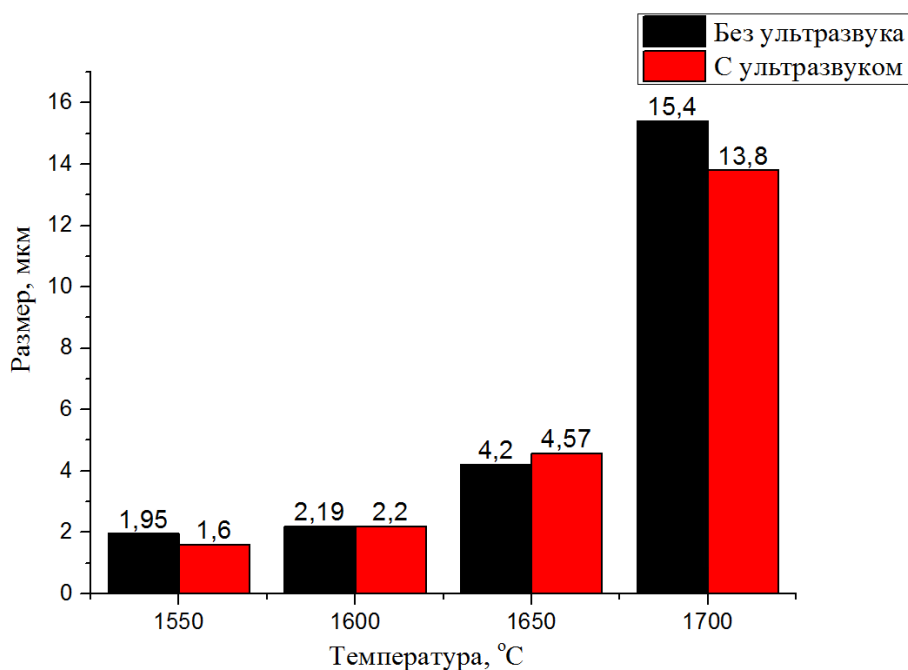


Рисунок 3.6. – Гистограмма распределения средних размеров зерен керамических образцов YAG:Ce по температуре спекания

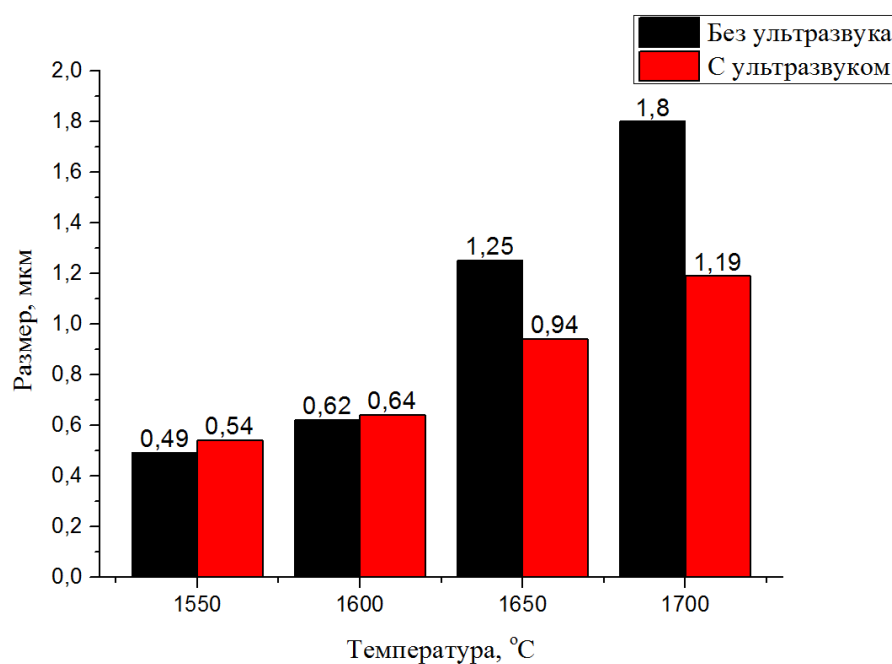
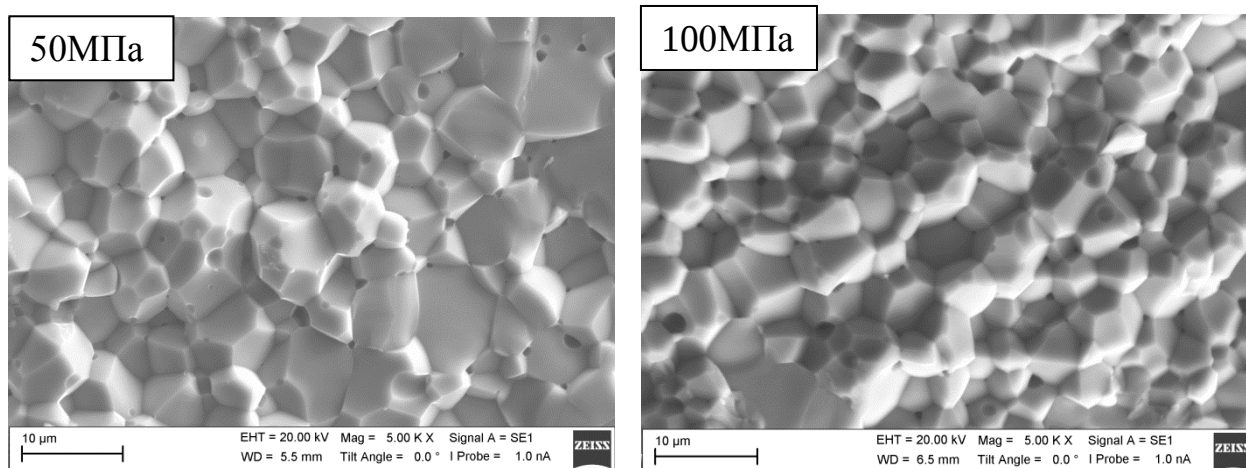


Рисунок 3.7. – Гистограмма распределения средних размеров пор керамических образцов YAG:Ce по температуре спекания

На основе представленных гистограммы распределения можно сказать, что с повышением температуры спекания происходит рост зерен, а так же увеличение размеров остаточных пор. У образцов с ультразвуком

наблюдается уменьшение размеров пор относительно остальных образцов, что позволяет сделать вывод о том, что ультразвуковое воздействие при прессовании оказывает позитивное влияние на плотность керамики.

На рисунке 3.8. представлены СЭМ изображения керамических образцов изготовленных при различных давлениях и спеченных при температуре 1650 °С. По результатам анализа СЭМ-изображений, представленных на рисунке 3.8 образцы, полученные при давлении 50 МПа, имеют размеры зерен в диапазоне от 3,33 до 11,8 мкм, размеры остаточных пор – в диапазоне от 0,26 до 2,1 мкм. Средние размеры зерен и пор 6,8 и 1,19 мкм соответственно. Образцы имеют высокую плотность. Образцы, полученные при давлении 100 МПа, имеют размеры зерен от 3,1 до 9 мкм, размер остаточных пор от 0,4 до 2,9 мкм, средний размер зерен равен 5,6 мкм, средний размер пор равен 0,97 мкм. Образцы, полученные при давлении 400 МПа, имеют размеры зерен от 1,9 до 10,8 мкм, размеры остаточных пор от 0,38 до 1,13 мкм, средние размеры зерен и пор 6,25 и 0,7 мкм соответственно. Образцы, полученные при давлении 600 МПа, размер зерен от 3,15 до 8,7 мкм, размер пор от 0,36 до 2,25 мкм, средние размеры зерен и пор 5,16 и 0,94 мкм соответственно. Можно сказать, что увеличение давления прессования от 50 до 400 МПа приводит к уменьшению пористости керамики на 0,5 мкм, увеличение давления прессования от 400 до 600 МПа приводит к увеличению пористости на 0,2 мкм.



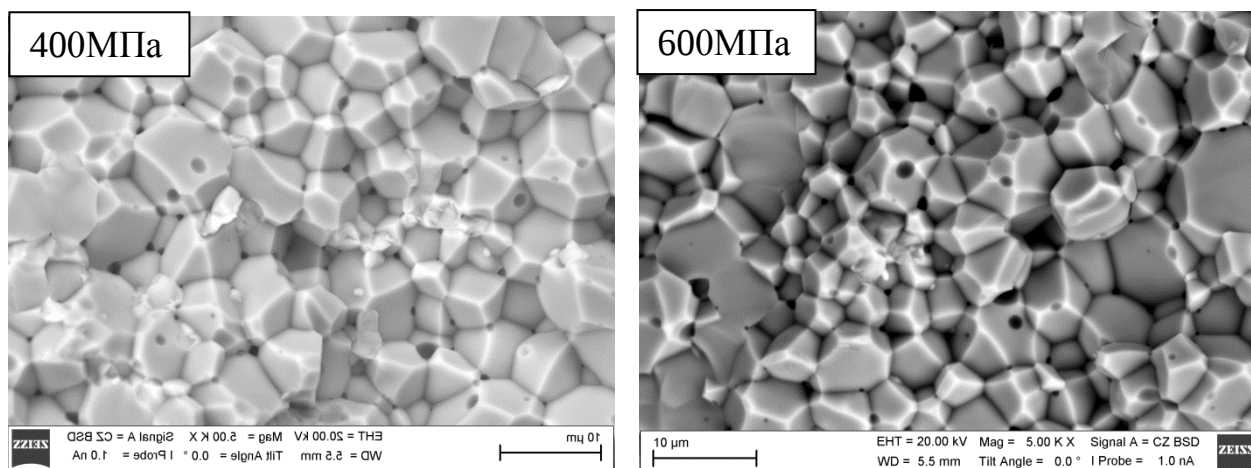


Рисунок 3.8. – СЭМ изображение керамических образцов YAG:Ce при разных давлениях спекания

Рентгенофазовый анализ подтвердил, что полученные керамические образцы состоят из стехиометрического иттрий алюминиевого граната. Посторонних рефлексов на рентгенограмме, характеризующих посторонние фазы не обнаружено. Экспериментальная и эталонная дифрактограмма YAG:Ce представлена на рисунке 3.9. Рефлексы оксида церия так же не были зарегистрированы, что объясняется содержанием оксида церия ниже предела чувствительности прибора (5 мас. %).

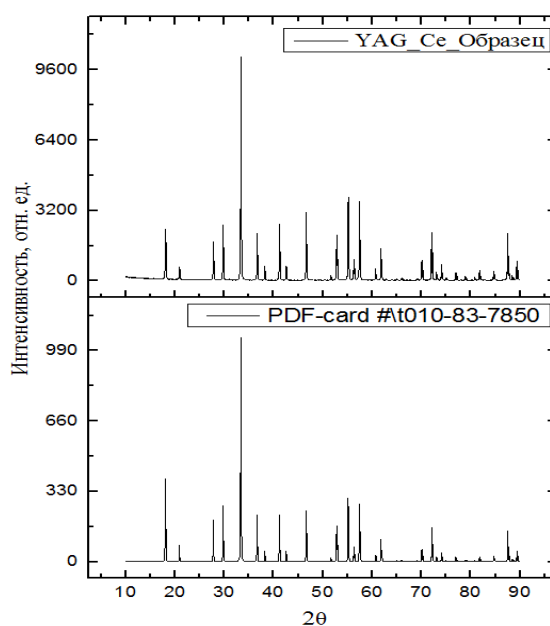


Рисунок 3.9. – Экспериментальная и эталонная дифрактограммы образца YAG:Ce

Типовые спектры возбуждения и фотолюминесценции исследуемых образцов представлены на рисунке 3.10. Возбуждение люминесценции находится в синей части видимой области спектра ($\lambda=345,465$ нм). Полоса фотолюминесценции находится в спектральном диапазоне 500-650 нм.

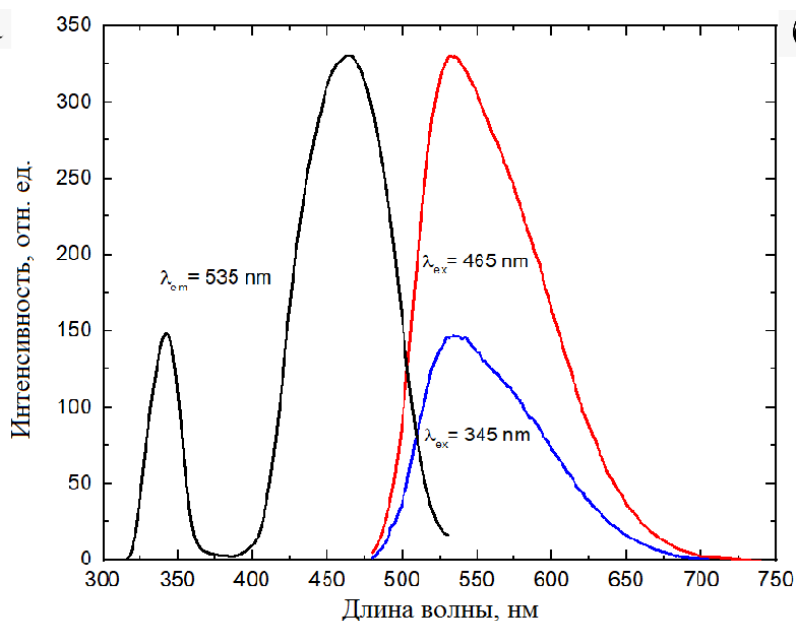


Рисунок 3.10. – Фотовозбуждения (слева) и фотолюминесценции (справа) YAG:Ce-керамики

В таблице 3.1 представлены результаты исследования механических свойств образцов YAG:Ce-керамики.

Таблица 3.1. – Основные характеристики керамических образцов YAG:Ce изготовленных при разных температурах и давлениях спекания

№	Температура, °C	Давление, МПа	Плотность, отн. %	Микротвердость, ГПа	Коэффициент вязкости разрушения, МПа*м ^{1/2}
1	1550	400	82,26 ±1	8,6±0,172	4,24±0,08
2*	1550	400	82,99 ±1	7,99±0,16	3,92±0,08
3	1600	400	92,44 ±1	14,89±0,29	5,14±0,1
4*	1600	400	90,26 ±1	12,45±0,25	5,09±0,1

5	1650	400	$98,26 \pm 1$	$16,78 \pm 0,34$	$5,18 \pm 0,1$
6*	1650	400	$99,78 \pm 1$	$17,01 \pm 0,34$	$5,53 \pm 0,11$
7	1700	400	$97,65 \pm 1$	$16,78 \pm 0,33$	$5,22 \pm 0,1$
8*	1700	400	$96,90 \pm 1$	$15,11 \pm 0,3$	$5,2 \pm 0,1$
9	1650	50	$98,24 \pm 1$	$17,07 \pm 0,34$	$4,06 \pm 0,08$
10	1650	100	$98,24 \pm 1$	$18,47 \pm 0,37$	$4,7 \pm 0,09$
11	1650	400	$98,68 \pm 1$	$18,96 \pm 0,38$	$5,07 \pm 0,1$
12	1650	600	$98,02 \pm 1$	$18,69 \pm 0,37$	$5,39 \pm 0,1$

*-образцы с ультразвуком

На рисунке 3.11а представлены зависимости микротвердости керамических образцов от температуры спекания. Наибольшая микротвердость $18,96 \pm 0,38$ ГПа и $18,69 \pm 0,37$ ГПа наблюдается у образцов, полученных при температуре 1650°C методами холодного статического и ультразвукового прессования соответственно. Повышение температуры спекания с 1550°C до 1650°C приводит к увеличению микротвердости образцов на $10 \pm 0,2$ ГПа. Дальнейшее увеличение температуры спекания с 1650°C до 1700°C приводит к уменьшению микротвердости на $2 \pm 0,04$ ГПа.

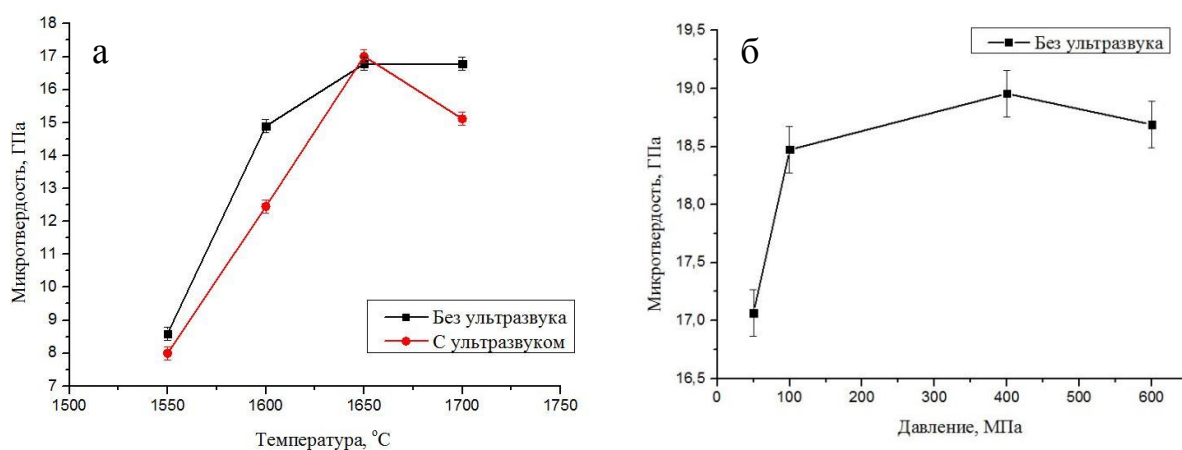


Рисунок 3.11. –Зависимость микротвердости от температуры спекания(а) и от давления прессования (б)

На рисунке 3.11б представлена зависимость микротвердости керамических образцов от давления прессования. В диапазоне давлений от 50 до 600 МПа наблюдается изменение микротвердости от $17,07 \pm 0,34$ ГПа до $18,96 \pm 0,38$ ГПа. Наибольшее значение микротвердости – $18,96 \pm 0,38$ ГПа наблюдается у образцов, полученных при давлении 400 МПа.

На рисунках 3.12а и 3.12б представлены зависимости трещиностойкости керамических образцов от температуры спекания и давления прессования. На рисунке 3.12а представлена зависимость трещиностойкости от температуры спекания. В ней наблюдается корреляция наибольшего значения трещиностойкости с наибольшим значением микротвердости. Наибольшее значение трещиностойкости $5,53 \pm 0,11$ МПа*м^{1/2} наблюдается температуре спекания 1650 °С и давлении 600 МПа. Опираясь на полученные результаты можно предположить, что значения микротвердости больше зависит от влияния температуры спекания, чем от давления прессования.

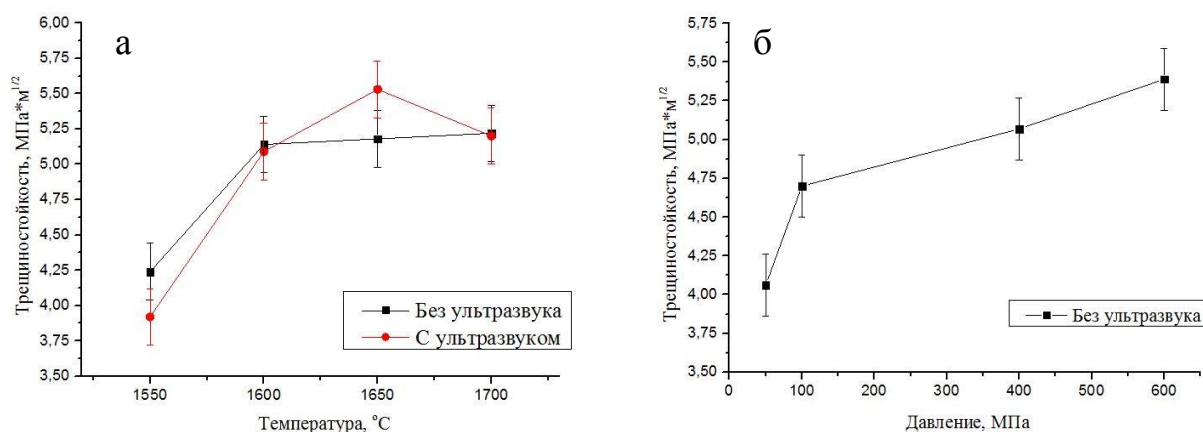


Рисунок 3.12 –Зависимость трещиностойкости от температуры спекания (а) и от давления прессования (б)

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Целью данного раздела работы является технико-экономическое обоснование научно-исследовательских работ (НИР). Оно проводится с целью определения и анализа трудовых и денежных затрат, направленных на реализацию НИР, а также уровня научно-технической результативности НИР. Рамки данной работы НИР включают в себя исследование физико-механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната.

4.1 Оценка коммерческого потенциала исследования

В настоящее время белые светоизлучающие диоды (WLED) получили значительное внимание за их исключительные характеристики в отношении загрязнения, значительного энергосбережения и длительного срока службы.

И на данный момент наиболее успешные коммерческие WLED производятся путем сочетания синего излучающего кристалла с желтым люминофором. В качестве желтых люминофоров все чаще используются люминесцентная керамика на основе иттрий – алюминиевого граната активированного ионами церия. Они обладают высокой механической прочностью, хорошей химической стабильностью, превосходными термическими и оптическими характеристиками.

Результаты моей научно - исследовательской работы предназначены для производства светотехники, лазерного оборудования, а так же могут использоваться для изготовления люминесцентных дозиметров и детекторов.

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Основной проблемой при производстве высокоплотной YAG-керамики является сохранение исходного фазового состава, структуры и чистоты материала в процессе прессования, что обуславливается применением различных поверхностно активных веществ или связующих

добавок для достижения большей плотности прессуемого материала без его разрушения. Решить данную проблему возможно при помощи методов горячего прессования или электроимпульсного плазменного спекания для консолидации YAG:Ce-керамики, однако это ведет к большим экономическим затратам. В связи с этим, актуальным является использование методов, не требующих больших затрат и позволяющих получить керамику с равномерной плотностью и минимальной остаточной пористостью, к таким методам относятся ультразвуковое и одноосное прессование с последующим спеканием.

В таблице 4.1 приведена оценка конкурентов, где О – технологический процесс одноосное прессование с последующим спеканием, к1 – технологический процесс горячего прессование, к2 – технологический процесс электроимпульсного плазменного спекание.

Таблица 4.1 Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _о	Б _{к1}	Б _{к2}	К _о	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1.Повышение производительности труда пользователя	0,1	4	3	5	0,4	0,3	0,5
2. Энергоэкономичность	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3
3. Удобство в эксплуатации	0,08	4	4	4	0,32	0,32	0,32
4. Качество спекания	0,1	4	4	3	0,4	0,4	0,3
5. Подготовка образцов	0,1	4	3	3	0,4	0,3	0,3
6. Квалификация пользователя	0,08	3	3	4	0,24	0,24	0,32
7. Высокая скорость спекания	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3
Экономические критерии оценки эффективности							
1.Конкурентоспособность	0,08	4	4	4	0,32	0,32	0,32
2.Использование в промышленности	0,1	3	4	5	0,3	0,4	0,5
3. Цена	0,1	5	3	4	0,5	0,3	0,4
4.Предполагаемый срок эксплуатации	0,06	4	4	4	0,24	0,24	0,24
Итого Σ	1	45	40	42	4,12	3,62	3,8

Исходя из таблицы 4.1 видно, что такие критерии как энергоэкономичность, качество спекание, высокая скорость спекания выше, чем у конкурентов, тем самым технологический процесс одноосного прессование с последующим спеканием является более перспективным.

4.1.2 SWOT-анализ

SWOT-анализ – это выявление сильных (S – strenght) и слабых (W – weakness) сторон исследуемого объекта, что описывает внутреннюю среду, а также возможностей (O – opportunities) и угроз (T – troubles) внешней среды. SWOT-анализ дает возможность принимать любые управленческие решения.

Таблица 4.2 матрица SWOT

Сильные стороны	Возможности
С1. Уникальность метода С2. Получение высококачественных изделий С2. Данная методика является экономически выгодной, ресурсоэффективной С3. Возможность применения методики для большинства керамических материалов С4. Методика является перспективной; С5. Меньшее время изготовления образцов по сравнению с аналогами.	В1. Возможность получения патента; В2. Использование во многих отраслях; В3. Появление большого спроса на продукцию.
Слабые стороны	Угрозы
Сл1. Сложное оборудование; Сл2. Сложность подбора режима; Сл3. Нет возможности поставить обеспечить крупносерийное производство.	У1. Неправильный выбор режима У2. Рост стоимости сырья; У3. Не обеспечение нужного количества выпускаемых деталей.

По полученным данным можно сделать следующие выводы, что возможности, и сильные сторонами метода, способствуют развитию спроса.

Проведен комплексный анализ научного исследования. Самое большое негативное влияние оказывает возможность не подбора оптимального режима обработки деталей, вследствие чего, деталь будет не соответствовать техническим требованиям заказчика. Неотъемлемым

плюсом считается, экологичность данной технологии, которая не несет каких-либо вредных воздействий на окружающую среду.

4.2 Организация и планирование работ

Таблица 4.3 Перечень работ и продолжительность их выполнения

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Исполнители
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания.	Руководитель(100%)
Выбор направления исследования	2	Поиск и изучение материалов	Руководитель(20%) Студент(100%)
	3	Календарное планирование работ	Руководитель(100%)
Теоретическая часть	4	Поиск и изучение литературы	Руководитель(15%) Студент(100%)
	5	Составление литературного обзора	Студент(100%)
	6	Оценка правильности полученных результатов	Руководитель(100%)
	7	Исправление недочетов	Студент(100%)
Экспериментальная часть	8	Подготовка и получение образцов для исследования	Руководитель(50%), Студент(60%)
	9	Проведение измерения плотности	Руководитель(20%), Студент(100%)
	10	Измерение микротвердости и трещиностойкости образцов	Руководитель(30%), Студент(100%)
	11	Исследование макро и микроструктуры образцов	Руководитель(40%), Студент(100%)
Оформление результатов исследования	12	Анализ результатов	Руководитель(80%), Студент (100%)
	13	Составление пояснительной записки	Студент(100%)
	14	Подготовка презентации и доклада	Руководитель(10%), Студент(100%)

4.2.1 Определение трудоёмкости выполнения работ

Трудовые затраты в большинстве случаях образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение

трудоемкости работ каждого из участников научного исследования. Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ож}$ используется следующая формула (4.1):

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

где $t_{ож}$ – ожидаемая трудоёмкость выполнения i -ой работы чел/дн.; $t_{\min}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел/дн.; $t_{\max}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел/дн.

Для построения линейного графика необходимо рассчитать длительность этапов в рабочих днях, а затем перевести ее в календарные дни. Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) ведется по формуле:

$$T_{РД} = \frac{t_{ож}}{K_{ВН}} \cdot K_{Д} \quad (4.2)$$

где $t_{ож}$ – продолжительность работы, дн.;

$K_{ВН}$ – коэффициент выполнения работ, учитывающий влияние внешних факторов на соблюдение предварительно определенных длительностей, в частности, возможно $K_{ВН} = 1$;

$K_{Д}$ – коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию непредвиденных задержек и согласование работ ($K_{Д} = 1-1,2$; в этих границах конкретное значение принимает сам исполнитель).

$$T_{КД} = T_{РД} \cdot T_{К} \quad (4.3)$$

где $T_{КД}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях;

T_K – коэффициент календарности, позволяющий перейти от длительности работ в рабочих днях к их аналогам в календарных днях, и рассчитываемый по формуле

$$T_K = \frac{T_{КАЛ}}{T_{КАЛ} - T_{ВД} - T_{ПД}} \quad (4.4)$$

где $T_{КАЛ}$ – календарные дни ($T_{КАЛ} = 365$);

$T_{ВД}$ – выходные дни ($T_{ВД} = 118$);

$T_{ПД}$ – праздничные дни ($T_{ПД} = 14$).

$$T_K = \frac{365}{365 - 118 - 14} = 1,56$$

В таблице 4.4 приведена продолжительность этапов работ и их трудоемкости по исполнителям, занятым на каждом этапе. В столбцах (3-5) реализован экспертный способ по формуле (4.1). Столбцы 6 и 7 содержат величины трудоемкости этапа для каждого из двух участников проекта (научный руководитель и инженер) с учетом коэффициента $K_d = 1,2$. Каждое из них в отдельности не может превышать соответствующее значение $t_{ож} * K_d$. Столбцы 8 и 9 содержат те же трудоемкости, выраженные в календарных днях путем дополнительного умножения на T_K (здесь оно равно 1,205). Итог по столбцу 5 дает общую ожидаемую продолжительность работы над проектом в рабочих днях, итоги по столбцам 8 и 9 – общие трудоемкости для каждого из участников проекта. Две последних величины далее будут использованы для определения затрат на оплату труда участников и прочие затраты. Величины трудоемкости этапов по исполнителям $T_{КД}$ (данные столбцов 8 и 9 кроме итогов) позволяют построить линейный график осуществления проекта – см. пример в табл. 4.3.

Расчёт трудозатрат на поиск и изучение материалов:

Определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ож}$:

$$T_{ож} = \frac{3 \cdot 4 + 2 \cdot 5}{5} = 4,4;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$), при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{4,4 \cdot 1,2}{1} = 5,28;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) для научного руководителя, при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{4,4 \cdot 1,2 \cdot 0,2}{1} = 1,05;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) для студента, при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{4,4 \cdot 1,2 \cdot 1}{1} = 5,28;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях:

$$T_{КД} = 5,28 \cdot 1,56 = 8,24;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях ($T_{КД}$) для научного руководителя:

$$T_{КД} = 5,28 \cdot 1,56 \cdot 0,2 = 1,64;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях ($T_{КД}$) для студента:

$$T_{КД} = 5,28 \cdot 1,56 = 8,24.$$

Таблица 4.4 Трудозатраты на выполнение проекта

Этап	Исполнители	Продолжительность работ, дни			Трудоемкость работ по исполнителям чел.- дн.			
					$T_{РД}$		$T_{КД}$	
		t_{min}	t_{max}	$t_{ож}$	НР	С	НР	С
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1. Составление и утверждение технического задания.	НР	1	3	1,8	2,16	–	3,37	–
2. Поиск и изучение материалов	НР,С	4	5	4,4	1,05	5,28	1,64	8,24
3. Календарное планирование работ	НР	1	2	1,4	1,68	–	2,62	–
4. Поиск и изучение литературы	НР,С	7	10	8,2	1,47	9,84	2,29	15,35
5. Составление литературного обзора	С	4	7	5,2	–	6,24	–	9,73
6. Оценка правильности полученных результатов	НР	1	2	1,4	1,68	–	2,62	–
7. Исправление недочетов	С	1	2	1,4	–	1,68	–	2,62
8. Подготовка и получение образцов для исследования	НР,С	5	6	4,8	2,88	3,46	4,49	5,4
9. Проведение измерения плотности	НР, С	1	6	4,8	1,15	5,76	1,794	8,98
10. Измерение микротвердости и трещиностойкость образцов	НР, С	5	6	4,8	1,72	5,76	2,68	8,98
11. Исследование макро и микроструктуры образцов	НР, С	5	6	4,8	2,3	5,76	3,58	8,98
12. Анализ результатов	НР, С	10	11	10,4	9,98	12,48	15,56	19,46
13. Составление пояснительной записки	С	10	11	10,4	–	12,48	–	19,46
14. Подготовка презентации и доклада	НР, С	6	7	7,8	0,93	9,36	1,45	14,6
Итого:		61	84	71.6	27	78,1	42,09	121,8

Таблица 4.5 Линейный график работ

Этап	НР	С	Февраль 2019			Март 2019			Апрель 2019			Май 2019		
			10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
1	3,37	–												
2	1,63	8,23												
3	2,62	–												
4	2,29	15,35												
5	–	9,73												
6	2,62	–												
7	–	2,62												
8	4,49	5,4												
9	1,794	8,98												
10	2,68	8,98												
11	3,58	8,98												
12	15,56	19,46												
13	–	19,46												
14	1,45	14,6												

НР –

С –

4.2.2 Расчет сметы затрат на выполнение проекта

В состав затрат на создание проекта включается величина всех расходов, необходимых для реализации комплекса работ, составляющих содержание данной разработки. Расчет сметной стоимости ее выполнения производится по следующим статьям затрат:

- материалы и покупные изделия;
- заработная плата;
- социальный налог;
- расходы на электроэнергию (без освещения);
- амортизационные отчисления;
- командировочные расходы;
- оплата услуг связи;
- арендная плата за пользование имуществом;
- прочие услуги (сторонних организаций);
- прочие (накладные расходы) расходы.

4.2.3 Расчет затрат на материалы

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода. Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов).

Таблица 4.6 – Расчет затрат на материалы

Наименование материалов	Цена за ед., руб.	Кол-во	Сумма, руб.
-------------------------	----------------------	--------	----------------

Порошок YAG:Ce	60	50 г	300
Алмазная суспензия Полилаб PRO	1200	1,5 л	3600
Шлифовальная бумага Полилаб	450	3 уп	1350
Итого:			5250

4.2.4 Расчет затрат на оборудование

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стенов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 4.7 Список оборудования для исследования

№	Наименование оборудования	Количество
1	Высокотемпературная печь LHT 02/18	1
2	Микротвердомер ПМТ-3М	1
3	Шлифовально-полировальная система EcoMet 300 Pro	1
4	Установка XRD-7000S	1
5	Спектрофлуориметр Agilent Cary Eclipse	1
6	Автоматический пресс ИП-500 АВТО	1

Вышеуказанное спецоборудование для научных работ были в лаборатории. Для оборудования не было финансовых расходов.

4.2.5 Расчет заработной платы

Данная статья расходов включает заработную плату научного руководителя и инженера (в его роли выступает исполнитель проекта), а также премии, входящие в фонд заработной платы. Расчет основной

заработной платы выполняется на основе трудоемкости выполнения каждого этапа и величины месячного оклада исполнителя.

Среднедневная тарифная заработная плата ($ЗП_{\text{дн-т}}$) рассчитывается по формуле:

$$ЗП_{\text{дн-т}} = MO/20,58 \quad (4.5)$$

учитывающей, что в году 247 рабочий день и, следовательно, в месяце в среднем 20,58 рабочих дня (при пятидневной рабочей неделе).

Расчет затрат на полную заработную плату приведены в таблице 4.5. Затраты времени по каждому исполнителю в рабочих днях с округлением до целого взяты из таблицы 4.2. Для учета в ее составе премий, дополнительной зарплаты и районной надбавки используется следующий ряд коэффициентов: $K_{\text{ПР}} = 1,1$; $K_{\text{доп.ЗП}} = 1,113$; (при пятидневной рабочей неделе) $K_p = 1,3$. Таким образом, для перехода от тарифной (базовой) суммы заработка исполнителя, связанной с участием в проекте, к соответствующему полному заработку (зарплатной части сметы) необходимо первую умножить на интегральный коэффициент $K_{\text{и}} = 1,1 * 1,113 * 1,3 = 1,62$.

Таблица 4.8 Затраты на заработную плату

Исполнитель	Оклад, руб./мес.	Среднедневная ставка, руб./раб.день	Затраты времени, раб.дни	Коэффициент	Фонд з/платы, руб.
НР	47 104	2288,82	30	1,62	111 236,65
И	10 633	516,6	76	1,62	63 603,79
Итого:					174 840,44

4.2.6 Расчет затрат на социальный налог

Затраты на единый социальный налог (ЕСН), включающий в себя отчисления в пенсионный фонд, на социальное и медицинское страхование, составляют 30 % от полной заработной платы по проекту, т.е. $C_{\text{соц.}} = C_{\text{зп}} * 0,3$.

Итак, в нашем случае $C_{\text{соц.}} = 174\,840,44 \cdot 0,3 = 52\,452,13$ руб.

4.2.7 Расчет затрат на электроэнергию

Данный вид расходов включает в себя затраты на электроэнергию, потраченную в ходе выполнения проекта на работу используемого оборудования, рассчитываемые по формуле:

$$C_{\text{эл.об.}} = P_{\text{об.}} \cdot t_{\text{об.}} \cdot \text{Ц}_{\text{Э}} \quad (4.6)$$

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

$\text{Ц}_{\text{Э}}$ – тариф на 1 кВт·час;

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

Для ТПУ $\text{Ц}_{\text{Э}} = 5,748$ руб./кВт·час (с НДС).

Время работы оборудования вычисляется на основе итоговых данных таблицы 4.4 для инженера ($T_{\text{РД}}$) из расчета, что продолжительность рабочего дня равна 8 часов.

$$t_{\text{об.}} = T_{\text{РД}} \cdot K_t, \quad (4.7)$$

где $K_t \leq 1$ – коэффициент использования оборудования по времени, равный отношению времени его работы в процессе выполнения проекта к $T_{\text{РД}}$, определяется исполнителем самостоятельно. В ряде случаев возможно определение $t_{\text{об.}}$ путем прямого учета, особенно при ограниченном использовании соответствующего оборудования.

Мощность, потребляемая оборудованием, определяется по формуле:

$$P_{\text{об.}} = P_{\text{ном.}} \cdot K_C \quad (4.8)$$

где $P_{\text{ном.}}$ – номинальная мощность оборудования, кВт;

$K_C \leq 1$ – коэффициент загрузки, зависящий от средней степени использования номинальной мощности. Для технологического оборудования малой мощности $K_C = 1$.

Пример расчета затраты на электроэнергию для технологических целей приведен в таблице 4.6.

Таблица 4.9 – Затраты на электроэнергию технологическую

Наименование оборудования	Время работы оборудования $t_{об}$, час	Потребляемая мощность $P_{об}$, кВт	Затраты $\mathcal{E}_{об}$, руб.
Высокотемпературная печь LHT 02/18	19,2	2,88	317,84
Микротвердомер PMT-3М	32	0,02	3,68
Шлифовально-полировальная система EcoMet 300 Pro	32	1,2	220,72
Установка XRD-7000S	11	2,4	151,74
Спектрофлуориметр Agilent Cary Eclipse	2,4	0,04	0,55
Автоматический пресс ИП-500 АВТО	0,8	1,2	5,52
Итого:			700,05

4.2.8 Расчет прочих расходов

В статье «Прочие расходы» отражены расходы на выполнение проекта, которые не учтены в предыдущих статьях, их следует принять равными 10% от суммы всех предыдущих расходов, т.е.

$$C_{\text{проч.}} = (C_{\text{мат}} + C_{\text{зп}} + C_{\text{соц}} + C_{\text{эл.об.}}) \cdot 0,1$$

Для нашего примера это

$$C_{\text{проч.}} = (5250 + 174\,840,44 + 52\,452,13 + 700,05) \cdot 0,1 = 23324,26 \text{ руб.}$$

4.2.9 Расчет общей себестоимости разработки

Проведя расчет по всем статьям сметы затрат на разработку, можно определить общую себестоимость проекта «Структура и свойства сварного

соединения аустенитной стали, полученного при совместном воздействии электрической дуги и лазерного излучения».

Таблица 4.10 – Смета затрат на разработку проекта

Статья затрат	Условное обозначение	Сумма, руб.
Материалы и покупные изделия	$C_{\text{мат}}$	5250
Основная заработная плата	$C_{\text{зп}}$	174 840,44
Отчисления в социальные фонды	$C_{\text{соц}}$	52 452,13
Расходы на электроэнергию	$C_{\text{эл.}}$	700,05
Прочие расходы	$C_{\text{проч}}$	23 324,26
Итого:		256566,88

Затраты на разработку составили $C = 256566,88$

4.2.10 Расчет прибыли

Прибыль от реализации проекта в зависимости от конкретной ситуации может определяться различными способами. Если исполнитель работы не располагает данными для применения «сложных» методов, то прибыль следует принять в размере $5 \div 20 \%$ от полной себестоимости проекта. В нашем примере она составляет 51 313,38 руб. (20 %) от расходов на разработку проекта.

4.2.11 Расчет НДС

НДС составляет 20% от суммы затрат на разработку и прибыли. В нашем случае это $(256\,566,88 + 51\,313,38) \cdot 0,2 = 61\,576,052$ руб.

4.2.12 Цена разработки НИР

Цена равна сумме полной себестоимости, прибыли и НДС, в нашем случае

$$\text{ЦНИР(КР)} = 256\,566,88 + 51\,313,38 + 61\,576,052 = 369\,456,312 \text{ руб.}$$

4.3 Заключение по разделу

В ходе проделанной работы определены затраты на научно исследовательскую работу. Результаты расчетов доказывают целесообразность и эффективность проведения данного научного исследования. Анализ конкурентных методов получения неразъемных соединения показал, что технологический процесс одноосного прессования с последующим спеканием является более перспективным.

5 Социальная ответственность

В данной научно-исследовательской работе проводится исследование физико–механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната. В ходе оценки показателей качества разработанной методики необходимо проведение работ, связанных с наноструктурными материалами, которые могут оказать вредное воздействие на организм человека. В лабораториях используются приборы и оборудование, неосторожное обращение с которыми может стать причиной травм. В условиях производственной деятельности безопасность работника определяется соблюдением им специальных правил.

В части социальной ответственности проанализирован рабочий кабинет сотрудников десятого корпуса научно исследовательского томского политехнического университета. В данной главе будет проведен анализ опасных и вредных производственных факторов, и разработан комплекс мероприятий, который позволит свести к минимуму или ликвидировать негативные влияния факторов, возникающие при разработке методики в лабораторных условиях.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

В соответствии с законодательством Российской Федерации режим рабочего времени должен предусматривать продолжительность рабочей недели (пятидневная с двумя выходными днями, шестидневная с одним выходным днем, рабочая неделя с предоставлением выходных дней по скользящему графику, неполная рабочая неделя), работу с ненормированным рабочим днем для отдельных категорий работников, продолжительность ежедневной работы (смены), в том числе неполного рабочего дня (смены), время начала и окончания работы, время перерывов в работе, число смен в сутки, чередование рабочих и нерабочих дней, которые устанавливаются правилами внутреннего трудового распорядка в соответствии с трудовым законодательством и иными нормативными правовыми актами, содержащими нормы трудового права, коллективным договором, соглашениями, а для работников, режим рабочего времени которых отличается от общих правил, установленных у данного работодателя, трудовым договором [62].

Нормальная продолжительность рабочего дня не может превышать 40 часов в неделю. При наличии вредных условий труда рабочий день лимитирован 26 часами в неделю. Рабочим временем является совокупный период выполнения индивидуальных трудовых обязанностей, определяемый договором и ПВР (правилами внутреннего распорядка), и иные, не связанные с фактической работой периоды. К иным периодам законодательно относятся:

- вынужденный простой, связанный с техническими, экономическими и другими причинами;
- время приёма пищи без оставления рабочего места, если отдельные перерывы для этих целей не предусмотрены;

Защита персональных данных – определяет порядок обработки персональных данных субъекта, обеспечивает защиту прав и свобод при

обработке их персональных данных, а также устанавливает ответственность должностных лиц, имеющих доступ к персональным данным, за невыполнение требований законодательства, регулирующих отношения, связанные с обработкой и защитой персональных данных.

К субъектам персональных данных относятся:

Носители персональных данных, передавшие их (как на добровольной основе, так и в рамках выполнения требований нормативно-правовых актов) для приема, получения, поиска, сбора, систематизации, накопления, хранения, уточнения, обновления, изменения, использования, распространения.

В целях информационного обеспечения могут создаваться общедоступные источники персональных данных, в которых с письменного согласия субъекта персональных данных могут содержаться фамилия, имя, отчество и иные персональные данные.

Персональные данные защищаются от несанкционированного доступа в соответствии с нормативно-правовыми актами, нормативно распорядительными актами и рекомендациями регулирующих органов в области защиты информации, а также утвержденными положениями.

Сбор, хранение, использование и распространение персональных данных лица без письменного его согласия не допускаются. Персональные данные относятся к категории конфиденциальной информации. Режим конфиденциальности персональных данных прекращается в случаях обезличивания или по истечении 75 – летнего срока хранения, если иное не предусмотрено законодательством.

Персональные данные не могут быть использованы в целях:

- причинения имущественного и морального вреда гражданам;
- затруднения реализации прав и свобод граждан Российской Федерации.

Рабочее место должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032-78: рабочий стол должен быть устойчивым, иметь однотонное

неметаллическое покрытие, не обладающее способностью накапливать статическое электричество; рабочий стул должен иметь дизайн, исключающий онемение тела из-за нарушения кровообращения при продолжительной работе на рабочем месте; рабочее место должно соответствовать техническим требованиям и санитарным нормам.

В соответствии с СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200-03 в помещении должен быть организован воздухообмен. Для улучшения воздухообмена необходимо выполнить следующие технические и санитарно-гигиенические требования: общий объем притока воздуха в помещении должен соответствовать объему вытяжки; правильное размещение приточной и вытяжной вентиляции.

В соответствии с СН-181-70 рекомендуются следующие цвета окраски помещений: потолок – белый или светлый цветной; стены - сплошные, светло-голубые; пол – темно-серый, темно-красный или коричневый. Применение указанной палитры цветов обусловлено ее успокаивающим воздействием на психику человека, способствующим уменьшением зрительного утомления. При выполнении интерьера, обычно выбирают не более трех основных цветов небольшой насыщенности. Окраска оборудования и приборов, в основном, имеет светлые цвета с высококонтрастными органами управления и надписями к ним.

5.2 Производственная безопасность

В данном пункте анализируются вредные и опасные факторы, которые могут возникать при проведении исследований в лаборатории, при разработке проекта.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разрабо тка	Изгото вление	Эксплуа тация	
1.Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны [63] Требования к микроклимату помещений устанавливаются в соответствии СанПиН 2.2.4.548 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений[64]
2.Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути		+	+	ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности[65]
3.Превышение уровня шума		+	+	ГОСТ 12.1.003-2014 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности[66]
4.Отсутствие или недостаток естественного света.	+	+	+	Требования к освещению устанавливаются СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95[67].
5.Поражение электрическим током.		+	+	1) ГОСТ Р 12.1.009-2009 ССБТ. Электробезопасность. Термины и определения [68]; 2) ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты [69]; 3) ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [70].

5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов

5.2.1.1 Отклонение показателей микроклимата

Микроклимат производственных помещений – это комплекс физических факторов, оказывающих влияние на теплообмен человека и определяющих самочувствие, работоспособность, здоровье и производительность труда. Поддержание микроклимата рабочего места в пределах гигиенических норм – важнейшая задача охраны труда.

Показатели микроклимата:

1. Температура воздуха;
2. Относительная влажность воздуха;
3. Скорость движения воздуха;
4. Мощность теплового излучения.

При высокой температуре воздуха в помещении кровеносные сосуды поверхности тела расширяются. При понижении температуры окружающего воздуха реакция человеческого организма иная: кровеносные сосуды кожи сужаются. Приток крови к поверхности тела замедляется, и отдача тепла уменьшается. Влажность воздуха оказывает большое влияние на терморегуляцию (способность человеческого организма поддерживать постоянную температуру при изменении параметров микроклимата) человека.

Повышенная влажность ($\varphi > 85\%$) затрудняет терморегуляцию вследствие снижения испарения пота, а слишком низкая влажность ($\varphi < 20\%$) вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей. Движение воздуха в помещении является важным фактором, влияющим на самочувствие человека. Таким образом, для теплового самочувствия человека важно определенное сочетание температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха.

5.2.1.2 Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути

Действие вредных химических веществ на организм человека обусловлено их физико-химическими свойствами. Согласно ГОСТ 12.1.007 под вредным веществом понимается такое вещество, которое при контакте с организмом человека в случае нарушения требований безопасности может вызывать производственные травмы, профессиональные заболевания или отклонения в состоянии здоровья.

Нанопорошковые материалы могут вызывать раздражение слизистой оболочки и кожного покрова, засорение дыхательных путей организма. Для обеспечения безопасности труда при контакте с наноматериалами обязательно должны применяться средства индивидуальной защиты (маски, респираторы), технические средства (приточная и вытяжная вентиляция), а также необходимо проводить инструктаж обслуживающего персонала.

5.2.1.3 Превышение уровня шума

Шум в условиях производства оказывает неблагоприятное влияние на здоровье человека. Шум – это механические колебания, распространяющиеся в газообразной и твердой средах.

Шум может создать стрессовую ситуацию для сотрудников, в ходе которой возможны сложные изменения в нервной системе. Эти изменения сопровождаются бессонницей, нервозностью, сонливостью, ухудшением памяти. Люди, работающие в условиях шума, чувствуют постоянную усталость, их одолевают головные боли и головокружения. Для измерения характеристики шума на производстве существуют специальные приборы – шумомеры и анализаторы частоты шума.

В научно-исследовательской лаборатории источниками шума являются:

– установка электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС);

– вытяжная вентиляция лаборатории;

Для снижения уровня шума в лабораторном помещении, стены и потолок облицованы звукопоглощающими материалами.

5.2.1.4 Отсутствие или недостаток естественного света

Освещение рабочего места – важнейший фактор создания нормальных условий труда. Освещению следует уделять особое внимание, так как при работе наибольшее напряжение получают глаза. Освещение делится на естественное, искусственное и совмещенное.

Правильно спроектированное и выполненное производственное освещение улучшает условия зрительной работы, снижает утомляемость, способствует повышению производительности труда, благотворно влияет на производственную среду, оказывая положительное психологическое воздействие на работающего, повышает безопасность труда и снижает травматизм.

Недостаточность освещения приводит к напряжению зрения, ослабляет внимание, приводит к наступлению преждевременной утомленности. Чрезмерно яркое освещение вызывает ослепление, раздражение и резь в глазах. Неправильное направление света на рабочем месте может создавать резкие тени, блики, дезориентировать работающего. Превышение нормативных параметров освещения ведет к снижению работоспособности, так как чрезмерная яркость и блескость слепит глаза и искажает видимость. Все эти причины могут привести к несчастному случаю или профзаболеваниям.

5.2.1.5 Поражение электрическим током.

Современное производство характеризуется широким применением различных электроустановок. В соответствии с ГОСТ 12.1.009 под электробезопасностью понимается система организационных, технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и

опасного воздействия электрического тока и электрической дуги и статического электричества.

Согласно ПУЭ (7-е изд.) рабочее помещение относится к категории помещений без повышенной опасности. Помещение сухое, с нетокопроводящим полом и без токопроводящей пыли. В соответствии с ГОСТ Р 12.1.019 в рабочем кабинете электроустановки и их части выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и соответствуют требованиям электробезопасности.

Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов отражены в ГОСТ 12.1.038. При нормальном режиме электроустановки (неаварийном) напряжение прикосновения и токи, проходящие через тело человека не должны превышать значений представленных в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

Род тока	U, В	I, mA
	не более	
Переменный, 50 Гц	2,0	0,3

Основными причинами поражения человека электрическим током могут быть следующие:

- непосредственное прикосновение к токоведущим частям, оказавшимся под напряжением;
- соприкосновение с конструктивными частями, оказавшимися под напряжением.

С целью предотвращения поражений электрическим током каждый сотрудник должен проходить инструктаж по охране труда на рабочем месте.

Для обеспечения защиты от поражения электрическим током при прикосновении к металлическим нетоковедущим частям, которые могут

оказаться под напряжением в результате повреждения изоляции, необходимо:

1. применять:
 - защитное заземление; зануление и отключение;
 - защитное экранирование;
 - систему защитных проводов;
2. проводить контроль состояния изоляции электрических установок;
3. приводить организационные мероприятия по обеспечению электробезопасности (обучение и инструктаж сотрудников).

5.2.2 Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя

5.2.2.1 Отклонение показателей микроклимата

Оптимальные нормы температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха производственных помещений для работ, производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением (категория Ib), приведены в таблице 5.3, в соответствии с СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 и СанПиН 2.2.4.548-96.

Таблица 5.3 Нормы температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха

Период года	Категория работы	Температура, °С	Относительная влаж. воздуха, %	Скорость движения воздуха, не более м/с
Холодный	Ia	21-23	40-60	0,1
Теплый	Ia	22-24	40-60	0,1

Допустимые микроклиматические условия установлены по критериям допустимого теплового и функционального состояния человека на период 8-часовой рабочей смены. Они устанавливаются в случаях, когда по

технологическим требованиям, техническим и экономически обоснованным причинам не могут быть обеспечены оптимальные величины.

Допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах представлены в таблице 5.4.

Таблица 5.4 – Допустимые величины показателей микроклимата

Период года	Категория работы	Температура, °С	Относительная влаж. воздуха, %	Скорость движения воздуха, не более м/с
Холодный	Ia	19-23	40-60	0,1
Теплый	Ia	20-24	40-60	0,1

Для обеспечения установленных норм микроклиматических параметров и чистоты воздуха на рабочих местах и в помещениях применяют вентиляцию. Обще обменная вентиляция используется для обеспечения в помещениях соответствующего микроклимата. В холодное время года предусматривается система отопления. Для отопления помещений используются водяные системы центрального отопления. При недостаточной эффективности центрального отопления должны быть использованы масляные электрические нагреватели.

5.2.2.2 Воздействие химических веществ на кожу и верхние дыхательные пути

При работе с опасными веществами применяют средства индивидуальной защиты (перчатки латексные, защитные маски, защитные очки). Хранение и работа опасных веществ производится в вытяжном шкафу.

При термических ожогах первой степени (краснота и припухлость) обожженное место надо обработать спиртовым раствором танина, 96%-ным этиловым спиртом или раствором перманганата калия. При ожогах второй и третьей степени (пузыри и язвы) допустимы только обеззараживающие примочки из раствора перманганата калия,

При ожогах кислотами необходимо промыть пораженное место большим количеством проточной воды, а затем 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия, после чего – снова водой. При ожогах щелочами нужно промыть очаг поражения проточной водой, а затем разбавленным раствором борной или уксусной кислоты.

При попадании щелочи или кислоты в глаза необходимо промыть их проточной водой (3 – 5 мин), а затем раствором борной кислоты (в случае попадания щелочи) или гидрокарбоната натрия (в случае попадания кислоты)

При попадании на кожу едких органических веществ, не растворимых в воде, их необходимо смыть большим количеством подходящего растворителя. После оказания первой помощи пострадавший должен быть направлен в медпункт.

5.2.2.3 Превышение уровня шума

Для уменьшения шума в лаборатории были применены следующие меры: оборудование, которое производит сильный шум располагается в отдельных комнатах, благодаря чему сотрудники лаборатории не подвержены воздействию вредного шума. При работе с шумным оборудованием выдаются средства индивидуальной защиты в виде противошумных наушников.

5.2.2.4 Отсутствие или недостаток естественного света

Помещения подразделяются по задачам зрительной работы. Лаборатории относятся к I группе – помещения, в которых производится различение объектов зрительной работы при фиксированном направлении линии зрения работающих на рабочую поверхность. В лаборатории используется совмещенное освещение. Научно – технические лаборатории средняя освещенность должно быть равным 400 люкс. В лаборатории находятся ЭВМ, крайне важно, чтобы все поле зрения было освещено равномерно. Степень освещения помещения и яркость экрана ЭВМ должны

быть примерно одинаковыми, так как яркий свет в районе периферийного зрения значительно увеличивает напряженность глаз, что приводит к быстрой утомляемости глаз. Для работы с ЭВМ рекомендуются помещения с односторонним боковым естественным освещением с северной, северо-восточной или северо-западной ориентацией светопроемов.

5.2.2.5 Поражение электрическим током

Перед допуском к проведению операций, выполняемых на оборудовании проводится инструктаж по безопасности с регистрацией в журнале. Инструктаж должен производиться периодически.

К работам по проведению технологических операций при проведении технологического процесса допускаются лица, имеющие квалификационную группу не ниже III по электробезопасности для работы с электроустановками напряжением до 1000 В.

Для предотвращения поражения электрическим током в лаборатории применяются следующие основные методы защиты:

- изоляция, защитное заземление;
- недоступность токоведущих путей;
- использование двойной (рабочей и дополнительной изоляции);
- защитное отключение;
- применение специальных электрозащитных средств;
- организация безопасной эксплуатации.

При обнаружении неисправности обслуживающий персонал обязан отключить оборудование и принять меры к немедленному устранению обнаруженных неисправностей.

5.3 Экологическая безопасность

Под экологической безопасностью следует понимать состояние защищенности окружающей среды и здоровья человека от возможного негативного влияния производственной деятельности. Для охраны окружающей среды необходимо проводить комплекс мероприятий, предназначенный для ограничения отрицательного влияния человеческой деятельности на следующие природные зоны: гидросфера; атмосфера; литосфера.

Физико-техническая лаборатория ТПУ не является промышленным предприятием, все продукты производятся в лабораторных количествах, следовательно, создание санитарно-защитной зоны не требуется.

Таблица 5.5 Вредные воздействия на природные ресурсы и мероприятия по их устранению

Природные ресурсы и компоненты окружающей среды	Вредные воздействия	Природоохранные мероприятия
Земля и земельные ресурсы	Загрязнение почвы, химреагентами и др.	Методы переработки отходов, вывоз, уничтожение и захоронение остатков химреагентов, мусора, загрязненной земли.
Вода и водные ресурсы	Загрязнение сточными водами и мусором (металлами, оксидами металлов в микро- и наноразмерном состоянии), загрязнение жидкими химическими реагентами	Установление специальных фильтров на опасных вредных фабриках, отвод, складирование и обезвреживание сточных вод; сооружение водоотводов, накопителей, отстойников.
Воздушный бассейн	Попадание наночастиц оксида алюминия в воздух	Установка вытяжных и фильтрующих устройств и изолирующих коробок для работ.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований

На таком объекте как физическая лаборатория могут возникнуть такие чрезвычайные ситуации как:

- техногенные (пожары, взрывы);
- природные (землетрясение, наводнение).

Рассмотрим наиболее типичную ЧС, такую как пожар в лаборатории.

Здание, в котором находится лаборатория по пожарной опасности строительных конструкций относится к категории Б, поскольку здесь присутствуют горючие (легковоспламеняющиеся жидкости, книги, документы, мебель и т.д.) и трудносгораемые вещества (сейфы, различное оборудование и т.д.), которые при взаимодействии с огнем могут гореть без взрыва.

По конструктивным характеристикам здание можно отнести к помещениям с несущими и ограждающими конструкциями из естественных или искусственных каменных материалов, бетона или железобетона, где для перекрытий опускается использование деревянных конструкций, защищенных штукатуркой или трудногорючими листовыми, а также плитными материалами. Следовательно, здание имеет третью (III) степень огнестойкости.

Помещение лаборатории по функциональной пожарной опасности относится к классу Ф 4.2 – высшие учебные заведения, учреждения повышения квалификации.

Основные причины возникновения пожара:

- нарушение порядка хранения пожароопасных материалов;
- нарушение правил эксплуатации электрического оборудования, эксплуатация его в неисправном состоянии;

- применение неисправных осветительных приборов, электропроводки и устройств, дающих искрение, замыкание и т. п.;
- перегрузка электрических сетей;
- курение в неустановленных местах;
- нарушение правил пожарной безопасности при проведении огневых работ и др.

5.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС

Для профилактики пожара необходимо проводить комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на обеспечение безопасности людей, на предотвращении пожара, ограничение его распространения, а также создание условий для успешного тушения пожара.

Одно из условий обеспечения пожаробезопасности – ликвидация возможных источников воспламенения. В лаборатории источниками воспламенения могут быть неисправное электрооборудование, неисправности в электропроводке, электрических розетках и выключателях.

Для исключения возникновения пожара по этим причинам необходимо вовремя выявлять и устранять неисправности, проводить плановый осмотр и своевременно устранять все неисправности и неисправные электроприборы и не использовать неисправные электроприборы.

Обогревание помещения открытыми электронагревательными приборами могут привести к пожару, т.к. в помещении находятся химические реактивы, бумажные документы и справочная литература, все это является легковоспламеняющимися предметами.

В случае возникновения пожара необходимо отключить электропитание, вызвать по телефону пожарную команду, эвакуировать людей из помещения согласно плану эвакуации, представленному на рисунке 5.1, и приступить к ликвидации пожара огнетушителями.



Рисунок 5.1 – План эвакуации из помещения НИ ТПУ корпус 10

При наличии небольшого очага пламени можно воспользоваться подручными средствами с целью прекращения доступа воздуха к объекту возгорания. В химической лаборатории средствами тушения являются: порошковые огнетушители (ОП-4 (з) – АВСЕ, масса заряда 4 кг, по одному баллону в каждом кабинете), песок, вода и асбестовое одеяло.

В целях профилактики пожара предлагается не использовать открытые обогревательные приборы в помещении лаборатории;

Для уменьшения вероятности возникновения пожара, вследствие короткого замыкания, необходимо, чтобы электропроводка была скрытой.

Несоблюдение мер пожарной безопасности и курение в помещении также может привести к пожару. Поэтому курения в помещении лаборатории категорически запрещено.

В целях предотвращения пожара также необходимо проводить с инженерами, работающими в лаборатории, противопожарный инструктаж.

5.5 Заключение по разделу

При рассмотрении безопасности и гигиены труда при исследовании физико – механических свойств функциональных керамик на основе иттрий-алюминиевого граната, были выявлены вредные факторы рабочей зоны такие как шум и вибрация, освещенность, микроклимат, содержания токсических и раздражающих веществ в воздухе рабочей зоны, а также опасные – поражение электрическим током, пожаро- и взрывоопасность. Проведен их анализ по воздействию фактора на организм человека, по допустимым нормам и предлагаемым средствам защиты. Рассмотрена типичная чрезвычайная ситуация, поведение в ней и представлены превентивные меры по ее предупреждению. Проведено знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по данной теме.

Заключение

В результате выполненной работы были изготовлены образцы люминесцентной керамики. Исследовано влияния ультразвукового воздействия, температуры спекания и давления прессования на микроструктуру и механические свойства керамических образцов. Определен оптимальный режим (температура спекания – 1650 °С, давление прессования – 400 МПа, время выдержки – 8 часов) позволяющий получить люминесцентную керамику высокой плотности (99,8%) и механическими свойствами (микротвердость – 17,01 ГПа, трещиностойкость – 5,53 МПа·м^{1/2}).

Сделаны следующие выводы:

1. Установлено, что увеличение температуры спекания от 1550 до 1650 °С, приводит к увеличению относительной плотности керамики с 82,26% до 99,78%, коэффициента вязкости разрушения с 3,92 до 5,53 МПа·м^{1/2} и микротвердости с 7,99 до 17,01 ГПа.
2. Замечено, что при повышении температуры спекания от 1550 °С до 1700 °С происходит увеличение средних размеров зерна от 1,6 до 15,4 мкм и средних размеров пор с 0,48 до 1,8 мкм у керамических образцов.
3. Установлено, что увеличение давления прессования от 50 до 400 МПа, приводит к незначительному увеличению плотности с 98,24% до 98,68%, коэффициента вязкости разрушения с 4,06 до 5,07 МПа·м^{1/2} и микротвердости с 17,07 до 18,96 ГПа.
4. Ультразвуковое воздействие на порошковый компакт на основе YAG:Ce в процессе прессования приводит к увеличению плотности на 1,5%, повышению микротвердости на 0,2 ГПа и трещиностойкости на 0,4 МПа·м^{1/2}.

Список используемой литературы

1. Blasse, G. and Bril, A., Appl. Phys. Lett. 11, 53– 55 (1967).
2. Piao, X. Q., Horikawa, T., Hanzawa, H., and Machida, K., Appl. Phys. Lett. 88, 161908 (2006).
3. Wang, D. Y., Huang, C. H., Wu, Y. C., and Chen, T. M., J. Mater. Chem. 21, 10818– 10822 (2011).
4. Geng, D. L., Li, G. G., Shang, M. M., Yang, D. M., Zhang, Y., Cheng, Z. Y., and Lin, J., J. Mater. Chem. 22, 14262– 14271 (2012).
5. Nakamura, S. and Fasol, G., The Blue Laser Diode: GaN Based Light Emitters and Lasers (Springer, Berlin, 1997).
6. Jang, H. S. and Jeon, D. Y., Opt. Lett. 32, 3444– 3446 (2007).
7. Ye, S., Xiao, F., Pan, Y. X., Ma, Y. Y., and Zhang, Q. Y., Mater. Sci. Eng. R 71, 1– 34 (2010).
8. Chiu, Y. C., Huang, C. H., Lee, T. J., Liu, W. R., Yeh, Y. T., Jang, S. M., and Liu, R. S., Opt. Exp. 19, 331– 339 (2011).
9. Wei, N., Lu, T. C., Li, F., Zhang, W., Ma, B. Y., Lu, Z. W., and Qi, J. Q., Appl. Phys. Lett. 101, 061902 (2012).
10. Wang, J., Tsai, C. C., Cheng, W. C., Chen, M. H., Chung, C. H., and Cheng, W. H., IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron. 17, 741– 746 (2011).
11. Li, J. J., Chen, J. D., Wei, R. F., and Guo, H., J. Am. Ceram. Soc. 95, 1208– 1211 (2012).
12. Yang, L., Chen, M. X., Lv, Z. C., Wang, S. M., Liu, X. G., and Liu, S., Opt. Lett. 38, 2240– 2243 (2013).
13. Lakshmanan, A., Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques, (InTech, Rijeka, 2012), chap. 23.
14. Nishiura, S., Tanabe, S., Fujioka, K., and Fujimoto, Y., Opt. Mater. 33, 688– 691 (2011).
15. В.Д. Пайгин, Э.С. Двилис, О.С. Толкачёв. Влияние давления прессования на плотность светопропускающей керамики на основе кубического ZrO_2 // сборник трудов Международной конференции с

- элементами научной школы для молодежи – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2017. – С. 215–217.
16. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, А.А. Качаев. Метод коллекторного компактирования нано- и полидисперсных порошков. Пособие // Томск: Изд. ТПУ, 2008. – С. 72-85.
17. С.С. Вильчинская, В.М. Лисицын. Оптические материалы и технологии. Пособие // Томск: Изд. ТПУ, 2011. – С. 20.
18. Люминесцентная керамика электронный ресурс: <https://xn--80aaaftebbc3auk2aepkhr3ewjpa.xn--p1ai/lyuminestsentnaya-keramika/>
19. Ф.Е. Шуберт. Светодиоды: перевод с английского под редакцией А.Э. Юновича // М.: Физматлит. – 2008. – С. 496.
20. A. Zukauskas. Introduction to solid state lighting // John Wiley & Sons, New York. – 2002. – P. 224.
21. S. Shionoya. Phosphor Handbook // CRC Press. – 1999. – P. 994.
22. H.J. Yang et al. Characterization and luminescence properties of YAG:Ce³⁺ phosphors by molten salt synthesis // Journal of the American Ceramic Society – 2012. – V. 95, №1. – P. 49-51.
23. L.G.D. Silveira et al. Processing and luminescence properties of Ce:Y₃Al₅O₁₂ and Eu:Y₃Al₅O₁₂ ceramics for white-light applications // Materials Letters. – 2012. – V. 89. – P. 86-89.
24. H.M.H. Fadlalla, C.C. Tang, S.Y. Wei, X.X. Ding. Preparation and properties of nanocrystalline powders in (Y_{1-x}Ce_x)₃Al₅O₁₂ system // Journal of Luminescence. – 2008. – V. 128. – № 10. – P. 1655-1659.
25. Z. Zhou, S. Liu, F. Wang, Y. Liu. Synthesis of Y₃Al₅O₁₂:Ce³⁺ phosphors by a modified impinging stream method: a crystal growth and luminescent properties study // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2012. – V. 45. – P. 8.
26. Yu. Zorenko. Luminescence properties of Y₃Al₅O₁₂:Ce nanoceramics // Journal of Luminescence. – 2011. – V. 131 – P. 17-21.

27. Z. Xia, A. Meijerink. Ce³⁺-Doped garnet phosphors: composition modification, luminescence properties and applications // Chemical Society Reviews. – 2017. – V. 46. – P. 275.
28. Reed K, Cormack A, Kulkarni A, Mayton M, Sayle D, Klaessig F, et al. Exploring the properties and applications of nanoceria: is there still plenty of room at the bottom? Environ Sci Nano. 2014;1(5): 390–405
29. Серебренников В.В. Химия редкоземельных элементов. Скандий, иттрий, лантаниды: В 2-х т. Томск: Издательство Томского университета, 1959 - Т. 1. Кн.1. - 522 с.
30. Обходская Е.В., Сачков В.И., Сосновский С.А. Структура и свойства ультрадисперсного порошка диоксида церия, полученного плазмохимическим методом. // XVIII Международная научно-практическая конференция «Современные техника и технологии». Томск.– С. 377-378.
31. Баранова Г. В., Гринберг Е. Е., Жариков Е. В. Гибридный золь-гель метод получения наноструктурированных порошков иттрий-алюминиевого граната для лазерной керамики // Стекло и керамика – 2009. –№ 9. – С. 25 -28.
32. Аксенов Денис Игоревич, Жариков Евгений Васильевич, Файков Павел Петрович. Получение нанопорошка иттрий-алюминиевого граната как основы прозрачной керамики для лазерной техники // Успехи в химии и химической технологии. 2015. №7 (166).
33. Баранова Г. В., Гринберг Е. Е., Жариков Е. В. Получение нанопорошков иттрий-алюминиевого граната гибридной золь-гель технологией и изготовление керамики // Успехи в химии и химической технологии. 2010. №9 (114).
34. Баранчиков А.Е., Маслов В.А., Щербаков В.В., Усачев В.А., Кононенко Н.Э., Федоров П.П., Дукельский К.В. Электронно-микроскопическое исследование порошков иттрий-алюминиевого граната у 3Al 5o 12, синтезированных золь-гель методом // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2015. №5.

35. Лемешев Д. О., Лукин Е. С., Макаров Н. А., Попова Н. А., Ковалев Д. Ю. Композиционные оптически прозрачные материалы на основе оксида иттрия и иттрий-алюминиевого граната // Успехи в химии и химической технологии. 2008. №7 (87).
36. Полисадова Е.Ф., Тао Х., Олешко В.И. и др. Влияние концентрации церия на люминесцентные свойства $Y_3Al_5O_{12}:Ce$ при ультрафиолетовом возбуждении//Фундаментальные исследования. -2017. -№12. С. 103-109.
37. Давыдова О.В., Павленок А.В., Добродей А.О., Подденежный Е.Н., Дробышевская Н.Е., Бойко А.А., Кравченко А.И., Савкова Т.Н. Получение и спектрально-люминесцентные характеристики композиционных материалов на основе $YAG:Ce$ для светодиодных преобразователей // Вестник ГГТУ им. П.О. Сухого. 2016. №3 (66)
38. Трифонов Ю.Г., Кузнецова Д.Е., Досовицкий Г.А., Омаров А.Ю., Новосёлов Р.А., Тарасовский В.П. Получение люминесцентной керамики из алюмоиттриевого граната, легированного церием. Новые огнеупоры. 2015;(5):52-57
39. Yihua HUANG, Dongliang JIANG, Jingxian ZHANG, Qingling LIN, Zhengren HUANG. Sintering of transparent $Nd:YAG$ ceramics in oxygen atmosphere. // Journal of Rare Earths,-Volume 31, Issue 2,- 2013, Pages 153-157, ISSN 1002-0721.
40. Masaki Mori, Jian Xu, Go Okada, Takayuki Yanagida, Jumpei Ueda, Setsuhisa Tanabe. Scintillation and optical properties of Ce-doped $YAGG$ transparent ceramics. // Journal of Rare Earths,-Volume 34, Issue 8,- 2016, Pages 763-768, ISSN 1002-0721.
41. Zehua Liu., Shuxing Li., Yihua Huang., Lujie Wang., Hui Zhang., Rongrong Jiang., Fan Huang., Xiumin Yao., Xuejian Liu., Zhengren Huang. The effect of the porosity on the Al_2O_3 - $YAG:Ce$ phosphor ceramic: Microstructure, luminescent efficiency, and luminous stability in laser-driven lighting. // Journal of Alloys and Compounds.-V. 785, - 15 May 2019, P. 125-130.

42. A. Katz, E. Barraud, S. Lemonnier, E. Sorrel, J. Boehmler, A. Blanc, M. Eichhorn, S. d'Astorg, A. Leriche. Influence of powder physicochemical characteristics on microstructural and optical aspects of YAG and Er:YAG ceramics obtained by SPS Ceram. Int., 43 (14) (2017), pp. 10673-10682
43. R. Chaim, M. Kalina, J.Z. Shen. Transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics by spark plasma sintering. // J. Eur. Ceram. Soc., 27 (2007), pp. 3331-3337
44. Yung-Tang Nien., Yi-Chen Chen., I-Chi Chiu. Microstructure, Phase Transformation and Photoluminescence of YAG:Ce. Ceramics by CO₂ Laser Sintering. // Department of Materials Science and Engineering, National Formosa University, Huwei, Yunlin 63201, Taiwan
45. Y.T. Nien, C.W. Ma, I.G. Chen, Effect of laser drilling on the microstructure and luminescence of YAG:Ce,Si phosphor ceramics, Int. J. Appl. Ceram. Technol. 12 (2015) 745-749.
46. S. Nakamura, The roles of structural imperfections in InGaN-based blue lightemitting diodes and laser diodes, Science 28 (1998) 957e961.
47. P. Pust, P.J. Schmidt, W. Schnick, A revolution in lighting, Nat. Mater. 14 (2015) 454e458.
48. X. Ma, X. Li, J. Li, C. Genevois, B. Ma, A. Etienne, C. Wan, E. Veron, Z. Peng, M. Allix, Pressureless glass crystallization of transparent yttrium aluminum garnet-based nanoceramics, Nat. Commun. 9 (1) (2018) 1175e1183.
49. S. Pimputkar, J.S. Speck, S.P. DenBaars, S. Nakamura, Prospects for LED lighting, Nat. Photon. 3 (2009) 180e182.
50. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, В.В. Полисадова, А.П. Зыкова. Эффект мощного ультразвукового воздействия на структуру и свойства наноматериалов. Пособие // Томск: Изд. ТПУ, 2008.
51. Эгертон, Рэй Ф. Физические принципы электронной микроскопии. Введение в просвечивающую, растровую и аналитическую электронную микроскопию : пер. с англ. / Р. Ф. Эгертон. — Москва: Техносфера, 2010. — 300 с.

52. Энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) электронный ресурс:
<http://emicroscope.ru/microscopes/microanaliz/eds/>
53. Анализатор размеров частиц SALD 7101 электронный ресурс:
<https://www.mybeckman.ru/resources/technologies/laser-diffraction>.
54. Анализатор размеров частиц SALD 7101 электронный ресурс:
malvernpanalytical.com.
55. Измерение удельной поверхности. Метод БЭТ электронный ресурс:
<https://www.czl.ru/applications/opredelenie-udelnoy-poverhnosti-metod-bet/>
56. А.А Носенко. С.И Половнева. Методы и устройства измерения удельных поверхностей дисперсных материалов // Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология. Т7. №2. С 113-119. 2017.
57. Громилов С. А. Введение в рентгенографию поликристаллов: учеб. пособие / Громилов С. А. – Новосибирск, 2008. - 50 с
58. Хейкер Д. М., Зевин Л. С. Рентгеновская дифрактометрия, М., 1963.- 122с.
59. Метод Виккерса электронный ресурс:
<https://alfatest.ru/support/articles/metody-vikkersa-i-shora-dlya-tverdomerov/>
60. Niihara, K., R. Morena, and D. P. H. Hasselman. “Evaluation of K_{1c} of Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratios.” Journal of Materials Science Letters 1.1 (1982): 13–16. Crossref. Web.
61. Valiev, D., Han, T., Vaganov, V., Stepanov, S. The effect of Ce³⁺ concentration and heat treatment on the luminescence efficiency of YAG phosphor (2018) Journal of Physics and Chemistry of Solids, 116, pp. 1-6.
62. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 27.12.2018).
63. ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
64. СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы».

- 65. ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
- 66. ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.
- 67. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95.
- 68. ГОСТ Р 12.1.009-2009 ССБТ. Электробезопасность. Термины и определения.
- 69. ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
- 70. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов.

Приложение А

Literature review

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Дюсебаев Асылбек Асетулы		

Консультант школы отделения ИШНПТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Коростелева Е.Н.	к.т.н.		

Консультант – лингвист отделения иностранных языков:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Рыбушкина С.В.	-		

1.1 Optical luminescent ceramics

Luminescence is a non-thermal luminescence of a substance that occurs after it absorbs various types of excitation energy, except heat. Luminescence can be in solid, liquid and gaseous bodies. Depending on the state of aggregation of the body, various processes can occur during the glow. However, in all cases they can be divided into three stages [17]:

- 1) absorption of the exciting energy and the transition of the body to a non-equilibrium condition;
- 2) the transformation of the excitation energy within the body;
- 3) the emission of light and the transition of the body to a state of equilibrium.

Luminescent ceramics goes through all these three stages, while showing high optical properties. Luminescent ceramics is a kind of optical ceramics with an activator - a substance that can convert energy into light emission.

Depending on the composition of the activator, you can get a different glow of ceramics: white, blue, yellow, and so on, up to the infrared part of the spectrum. Unlike light-emitting diodes emitting only in a narrow range of the spectrum, it is possible to choose the composition of an activator emitting in a sufficiently large range. This is the advantage of fluorescent ceramics over LEDs. Secondly, fluorescent ceramics will be cheaper than modern LEDs in the mass production of light sources, because the latter have a complex electronic structure [18].



Figure 1.1. – Luminescent ceramics

In the long term, luminescent ceramics is a material capable of replacing light-emitting diodes nowadays, and can be used in such areas as the production of indicators, lights, car headlights, as well as room lighting.

1.2 Characteristics of raw materials and ceramics based on them

1.2.1 Physical and chemical properties of yttrium-aluminum garnet ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)

Inorganic phosphors are polydispersity powders with particle sizes from units to hundreds of micrometers. They represent a kind of matrix material activated by rare-earth or transition metal ions. The well-known matrix materials also include garnets, in which the chemical formula is $\text{A}_3\text{B}_5\text{O}_{12}$. Among all other garnets, yttrium, aluminum garnet (YAG) with the chemical formula $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ is distinguished [19-22]. Phosphors based on this material are called YAG-phosphors. Rare-earth elements (REE), their oxides and other compounds are used as active additives. For the use of YAG phosphors in white light sources, cerium (Ce^{3+}) is most often used as REE [23-26].

YAG can be regarded as a typical example of the garnet structure possessing a cubic structure with $\text{Ia}\bar{3}\text{d}$ symmetry (Fig. 1.2). Even though the structure is cubic, the unit cell is not simple. The general formula for a perfect garnet is $\{\text{A}\}_3\{\text{B}\}_2(\text{C})_3\text{O}_{12}$ where A, B and C are cations at different symmetry sites. The garnet structure can be described in terms of a 160 atom body-centered cubic unit cell. In this unit cell, depicted in Fig. 1.2, the A atoms occupy 24 (c) sites of 8-fold dodecahedral coordination, the B atoms are in 16 (a) sites with 6-fold octahedral coordination and C atoms occupy 24 (d) sites with 4-fold tetrahedral coordination. Each octahedron is connected to six tetrahedrons while each tetrahedron is connected to four $[\text{AlO}_6]$ octahedrons by sharing corners. It is the presence of the three different cation sites that give Ce^{3+} -doped garnets their remarkable flexibility in tuning and optimization of luminescence properties for specific applications through cation substitution.

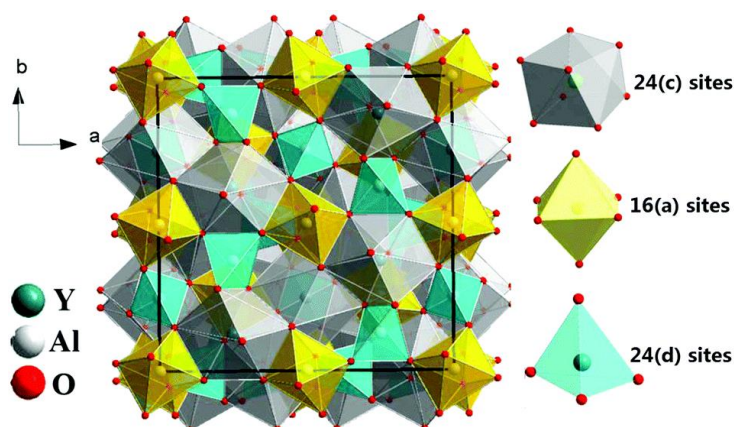


Figure 1.2. – Scheme of the crystal structure of garnet-type $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and the coordination atoms of polyhedrons for different sites, 24 (c) sites of $[\text{YO}_8]$, 16 (a) sites of $[\text{AlO}_6]$ and 24 (d) sites of $[\text{AlO}_4]$ [27].

Pure yttrium-aluminum garnets are colorless. The introduction of various impurity components allows you to get garnets of various colors and shades. Table 1.1 shows the basic physical and chemical properties of yttrium-aluminum garnets.

Table 1.1 Basic physical and chemical properties of yttrium aluminum garnets

Свойство	Значения
Molecular weight, g / mol	593.618
Mineralogical hardness	8.5
Dielectric constant, F / m	11.7
Young's modulus, GPa	300
Temperature of melting, °C	1940
Density, g/cm ³	4.56
Specific heat, J / (kg*K)	590
Heat conductivity, W / (m*K)	14.0
Chemical durability	inert

1.2.2 Physical and chemical properties of cerium dioxide (CeO_2)

Nanoceria is an exceptionally versatile, commercially valuable catalytic material. Its properties vary dramatically from that of the bulk material. Nanoceria's redox properties can be tuned by of preparation, particle size, nature and level of dopant, particle shape and surface chemistry. The two oxidation states of the cerium element in the lattice make possible the formation of oxygen vacancies which are essential to the high reactivity of the material, its oxygen buffering capability and thus its ability to act as a catalyst for both oxidation and reduction reactions. [28].

Cerium dioxide is an ionic compound consisting of Ce^{4+} and O^{2-} ions. When heated in vacuum, as well as when reduced by hydrogen or CO at moderate temperatures, oxide compounds with a deviation from the stoichiometric composition CeO_{2-x} ($0 < x < 0.5$) are relatively easy to form from it. The main defects responsible for the non-stoichiometry of CeO_2 and its behavior as an n-type semiconductor are oxygen vacancies. Vacancies are formed at partial removal of oxygen in the structure CeO_2 . The electrons can be localized in the conduction band or distributed among several $\text{Ce}^{\delta+}$ cations surrounding them, so that an O^- vacancy is created, or they are localized on Ce^{4+} , forming Ce^{3+} [29].

Table 1.2 shows the basic physical and chemical properties of cerium dioxide.

Table 1.2. Basic physical and chemical properties of cerium dioxide.

Свойство	Значения
Molecular weight, g / mol	172.12
Mineralogical hardness	6
Ionization potential, eV	5.47
Young's modulus, GPa	180
Temperature of melting, °C	2400
Temperature of boiling, °C	3500
Density, g/cm ³	7.65
Specific heat, J / (kg*K)	390

Heat capacity at constant pressure, J/mol·K	$C_{\mu 298}^d = 61.63$
---	-------------------------

In the chemical and petroleum industries, cerium dioxide CeO_2 is used as a catalyst. In particular, CeO_2 accelerates well a practically important reaction between hydrogen and carbon monoxide. Cerium dioxide also works well and reliably in devices where the dehydrogenation of alcohols occurs.

Cerium-containing glasses are also widely used in atomic technology - they do not tarnish under the action of radiation, which makes it possible to manufacture thick glasses to protect personnel.

1.3 The current state of the technology of production of luminescent ceramics based on $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$

For the last decades, various methods of producing luminescent ceramics have been developed. Below we consider the features of the production technology and the properties of luminescent ceramic materials based on yttrium - aluminum garnet.

Powder manufacturing is an important aspect for obtaining high-quality high-density ceramics. Yttrium-aluminum garnet powders are prepared by various methods. For example, solid-phase synthesis, self-propagating high-temperature synthesis (SHS), cryochemical, mechanochemical, spray hydrolysis and coprecipitation from solutions, sol-gel technology.

In this work [34], the synthesis of nanopowders of yttrium-aluminum garnet doped with neodymium YAG: Nd^{3+} was studied.

Neodymium and yttrium oxides, citric acid as an organic compound, ethylene glycol, ammonium lauryl sulfate, urea from Alfa Aesar were used as starting materials.

The microstructure and phase composition of powders and powdered precursors were investigated after annealing. As a result of research, the authors concluded that, additives significantly affect the size and morphology of the particles in the synthesis of yttrium-aluminum garnet powders by the sol-gel method. The use of ethylene glycol and ammonia lauryl sulfate as additives is most

promising in the production of YAG: Nd³⁺ laser ceramics, in contrast to other additives [34].

The authors of this article [36] studied the optical, structural, and morphological properties of ceramic samples based on yttrium aluminum garnet (YAG), activated by various concentrations of Ce³⁺. As well, they investigated the effect of cerium concentration on the luminescent properties of samples with various methods of excitation by UF radiation.

The process of obtaining samples consisted of the following stages: the initial components Al₂O₃, Y₂O₃, CeO₂ were mixed with the addition of 5% BaF₂. After which the mixture was stirred in a rotary device for 6 hours. Then the samples were dried and processed in a high-temperature furnace, at the temperature of 1600 °C for 12 hours, and then at the temperature of 550 °C for 4 hours.

A scanning electron microscope was used to study the surface morphology of the samples; two types of excitation sources were used for luminescence measurements: a pulsed nitrogen laser and a UF radiation KrCl excilamp [36].

The results of the study showed that cerium ions in the composition of YAG lead to an increase in the emission intensity in the “yellow” band in the region of 530–570 nm. With an increase in the cerium concentration, a decrease in the luminescence intensity is observed in the “blue” band of 414 nm.

The next important aspect in obtaining high-density ceramics with low residual porosity is the sintering method. There are various sintering methods such as: traditional sintering; spark plasma sintering (SPS); hot pressing; laser sintering.

The authors of [39] produced transparent ceramics of yttrium-aluminum garnet by sintering in air. The starting materials were commercial powders Al₂O₃ and Y₂O₃. To begin with, the powder mixture was pressed at 5 MPa, and then at 250 MPa. Sintering took place on an alumina tube furnace. For comparison, the samples were sintered in three different ways, in vacuum, in an oxygen atmosphere and in an argon atmosphere. According to the study of the microstructure of the

samples shown in Figure 1.3. It was concluded that samples sintered in an oxygen atmosphere have a high density of 99.5% and low porosity.

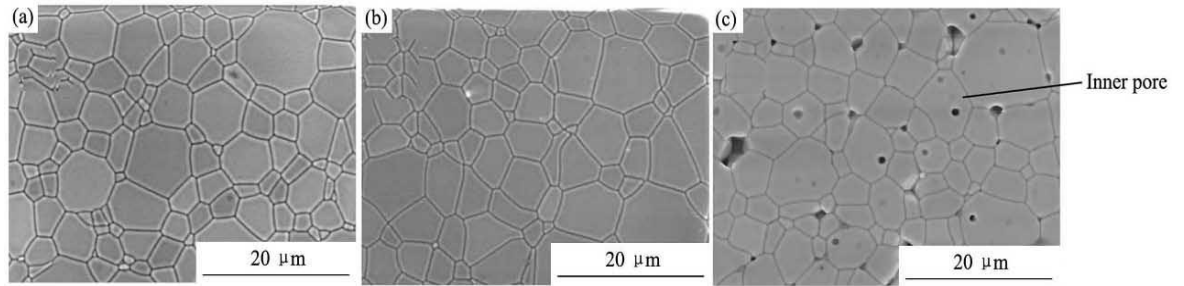


Figure 1.3. – microstructure of Nd:YAG samples, sintered in vacuum (a), oxygen (b) and argon (c) [39].

Figure 1.4 shows the structure of samples sintered in an oxygen atmosphere at three different sintering temperatures of 1550 (a), 1630 (b), 1730 (c) °C.

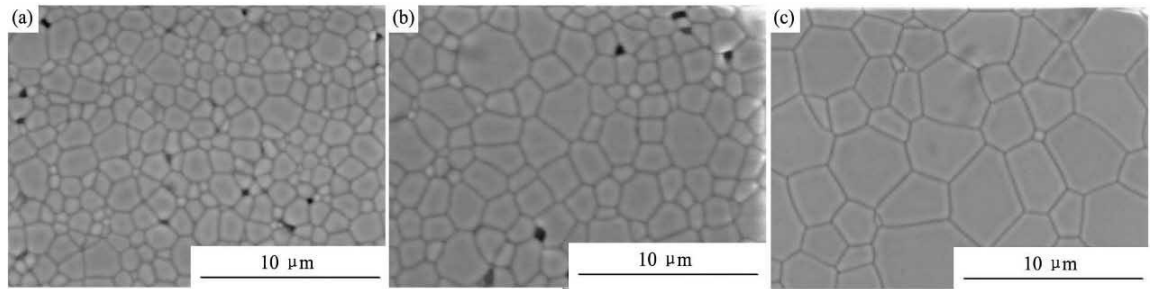


Figure 1.4. - microstructure of Nd: YAG samples, sintered at different temperatures (a) 1550 °C, (b) 1630 °C, (c) 1730 °C [39].

According to the study, it was concluded that the optimal sintering environment is sintering in an oxygen atmosphere at a sintering temperature of 1730 °C.

In this article [42], the effect of two different methods of synthesis on YAG and YAG:Er powders, which were sintered by the SPS method, are investigated. The first method of synthesis was plasma pyrolysis (YAG-P and YAG-P:Er), and the second is sulfate pathway (YAG-S and YAG-S:Er). The powders were sintered using the SPS method in graphite forms at the temperature of 1600 °C at the heating rate of 50 °C/min without holding time. Various pressing pressures of 30.50 and 70 MPa were tested.

Results indicated that densification behaviours strongly depend on the starting powder physical characteristics. A high sulphur content was noticed for YAG-S and YAG-S:Er, especially for the undoped powder. However, a harmful effect due to the presence of sulphur was not highlighted in the conditions of this study. It was shown that the optical quality is mainly affected by porosity. Powders produced by the pyrolysis method are composed of fine and spherical particles combined with a narrow and monomodal agglomerate size distribution. This led to a poor particle arrangement during densification and a high sinterability, which led to the formation of numerous small pores. By contrast, powders obtained from the sulphate path present larger particles and a bimodal agglomerate size distribution. These characteristics are the source of large pores, but they allow the development of a uniform sample. The pressure applied during SPS processing induces microstructural heterogeneities, depending on powder sensitivity. A strong dependence of YAG-P and YAG-P:Er powders on the pressure was observed, resulting in a core-shell aspect at the macroscopic scale. For all powders, a high pressure was unfavourable to reach a high optical quality in the SPS dilatometric conditions [42].

1.4 Scopes of luminescent ceramics on the basis of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$.

The main scope of luminescent ceramics is the perspective part of lighting engineering industry—solid-state lighting (LEDs) which can be applied as replacement of the fluorescent lamp containing mercury. It can also be used for economy of energy resources.

The last decades, the manufacturing techniques of LEDs were continuously improved. LEDs were begun to be used as illumination of LCD screens, on headlights of cars, and as indicator, of operation modes of electronic instruments. White light-emitting diodes (WLED) lately became popular among LEDs.

Currently, white light-emitting diodes (WLED) have received considerable attention for their exceptional performance in terms of pollution, significant energy savings and a long service life. [46-49]. Now, the most successful commercial WLEDs are made by combining a blue emitting crystal with a yellow phosphor.

Powders of yttrium aluminum garnet, activated with cerium ions $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ (YAG: Ce) are most often used as a yellow phosphor.

Literature review showed that there are relatively few works made for this topic. Mostly of researchers were written about obtaining powders YAG, but not about the ceramics. Regarding this, the work of making and studying luminescent ceramics YAG:Ce is very relevant.