

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»**

ІНЖЕНЕРНО-ФІЗИЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри

_____ Мазур В.І.

« ____ » _____ 2020 р.

Дипломна робота

на здобуття ступеня бакалавра

**за освітньо професійною програмою «Нанотехнології та комп'ютерний
дизайн матеріалів»**

спеціальності 132 «Матеріалознавство»

на тему: «Структура та фазовий склад оксидних мікросфер»

Виконав:

студент ІV курсу, групи ФН-61
Таранін Володимир Вікторович _____

Керівник:

асистент, к. т. н. Солодкий Є. В. _____

Консультант з розділу охорони праці:

доцент, к. т. н. Арламов О. Ю. _____

Консультант з нормоконтролю:

доцент, к. т. н. Троснікова І. Ю. _____

Рецензент:

Доцент каф. ФМ, к. т. н., доц.
Іващенко Євген Вадимович _____

Засвідчую, що у цій дипломній роботі
немає запозичень з праць інших авторів
без відповідних посилань.

Студент Таранін В.В.

(підпис)

Київ - 2020 року

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
ІНЖЕНЕРНО-ФІЗИЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ**

Кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії

Рівень вищої освіти – перший (бакалаврський)

Спеціальність – 132 Матеріалознавство

Освітньо професійна програма – «ОПП Нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

_____ В.І.Мазур

«__» _____ 2020 р.

ЗАВДАННЯ

на дипломну роботу студенту

Тараніну Володимирі Вікторовичу

1. Тема роботи «Структура та фазовий склад оксидних мікросфер», керівник роботи Солодкий Євген Васильович к.т.н., асист., затвержені наказом по університету від __21.05__2020 р. № 1132-с

2. Термін подання студентом роботи 15.06.2020 р.

3. Вихідні дані до роботи:

а) походження та застосування оксидних мікросфер;

б) методика визначення технологічних властивостей порошків;

в) визначення фракційного складу оксидних мікросфер за використанням ситового аналізу;

г) дослідження структури оксидних мікросфер за допомогою електронної мікроскопії;

д) визначення фазового складу оксидних мікросфер та їх хімічного складу за допомогою рентгенофазового та мікрорентгенспектрального аналізів.

Охорона праці та безпека в надзвичайній ситуації повинні відповідати нормативним вимогам.

4. Зміст роботи:

а) провести аналіз за літературними даними сфер застосування оксидних мікросфер в залежності від їх структури та фазового складу;

б) провести аналіз високотемпературних теплозахисних матеріалів, їх призначення, властивості;

в) виконати ситовий аналіз оксидних мікросфер; г) встановити фазовий склад кожної фракції оксидних мікросфер;

д) провести структурні дослідження кожної фракції.

5. Перелік ілюстративного матеріалу (із зазначенням плакатів, презентацій тощо)

а) структура вихідних матеріалів оксидних мікросфер;

б) методи дослідження структури та фазового складу;

в) результати рентгенофазового аналізу оксидних мікросфер;

г) результати ситового аналізу оксидних мікросфер;

д) результати хімічного аналізу оксидних мікросфер.

6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Розділ охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях	доцент, к.т.н. Арламов О.Ю.	20.04.2020	
Економічний розділ	старший викладач к.е.н. Нараєвський С.В.	20.04.2020	

7. Дата видачі завдання 20.04.2020

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання дипломної роботи	Термін виконання етапів роботи	Примітка
1.	Літературний пошук.	31.03.2020	
2.	Визначення технологічних властивостей мікросфер.	19.04.2020	
3.	Експериментальні дослідження.	24.04.2020	
3.1	Підготовка зразків для рентгенофазного аналізу.	24.04.2020	
3.2	Підготовка зразків для мікроструктурного аналізу.	5.05.2020	
3.3	Аналіз та узагальнення отриманих результатів.	22.05.2020	
4.	Економічний розділ та розділ охорони праці	9.06.2020	
5.	Оформлення дипломної роботи	12.06.2020	
6.	Підготовка презентації	14.06.2020	
7.	Захист дипломної роботи	17.06.2020	

Студент

Таранін В. В.

Керівник роботи

Солодкий Є. В.

РЕФЕРАТ

Об'єкт дослідження – оксидні мікросфери.

Метою роботи є визначення технологічних властивостей мікросфер, їх структура та фазовий склад.

Методи дослідження та апаратура: дослідження структури проводилось на растровому електронному мікроскопі РЕМ106 та фазового складу на установці Rigaku Ultima IV. Встановлено хімічний склад мікросфер за допомогою мікрорентгенспектрального аналізатору.

На основі проведеного літературного аналізу показано перспективність застосувань оксидних мікросфер у якості теплоізолюючого матеріалу.

Встановлено технологічні властивості мікросфер. Встановлено залежність фазового складу мікросфер від розміру частинок. Встановлено хімічний склад оксидних мікросфер в залежності від розміру частинок.

ЗМІСТ

ВСТУП	7
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	8
1.1 Вибір матеріалу	8
1.1.1 Властивості мікросфер	9
1.1.2 Застосування мікросфер	10
1.2 Види і властивості теплоізоляційних матеріалів	11
1.2.1 Органічні теплоізоляційні матеріали	12
1.2.2 Неорганічні теплоізоляційні матеріали	14
1.3 Система $Al_2O_3-SiO_2$	18
1.4 Висновки та постановка задачі досліджень	19
2 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА	21
2.1 Визначення технологічних властивостей порошків	21
2.2 Рентгеноструктурний аналіз	22
2.3 Якісний фазовий аналіз	25
2.4 Кількісний фазовий аналіз	29
2.5 Скануюча електронна мікроскопія	32
2.6 Мікрорентгеноспектральний аналіз	34
3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ	36
3.1 Технологічні властивості	36
3.2 Хімічний аналіз	36
3.3 Рентгенофазовий аналіз	39
3.4 Мікроструктурний аналіз	40
4 ОРГАНІЗАЦІЙНО – ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ	42
5 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ	51
ВИСНОВОК	59
ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	60

ВСТУП

Теплоізоляційні матеріали — матеріали, що відрізняються невеликою теплопровідністю. Використовуються для теплової ізоляції огорожувальних конструкцій будівель та інших споруд, промислового устаткування і трубопроводів. Одна з основних характеристик теплоізоляційних матеріалів — це їх висока пористість і, відповідно, мала середня густина і низька теплопровідність. Застосування теплоізоляційних матеріалів в будівництві дозволяє знизити масу конструкцій, зменшити споживання конструкційних будівельних матеріалів

Одним з перспективних теплоізоляційних матеріалів є мікросфери. Мікросфери мають унікальні теплоізоляційні властивості і використовуються для спеціальних теплоізоляційних покриттів, наприклад, у космічній техніці. Основними споживачами мікросфер є підприємства нафтової і газової промисловості (тампонажні матеріали для свердловин, бурові розчини, дробильні матеріали, вибухові речовини), виробники ізоляційних та теплоізоляційних матеріалів і покриттів, вогнетривів, виробники будівельних сумішей, будівельних матеріалів та надлегких бетонів, виробники фарб, захисних матеріалів, покрівельних покриттів, звукоізоляційних та теплоізоляційних покриттів. Мікросфери використовуються також при виробництві пластмас і в автомобілебудуванні (гальмівні колодки, пластмасові матеріали, композити, шини, звукозахисні матеріали, ґрунтовка), а також як наповнювачі при виробництві пластмас.

1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Вибір матеріалу

Мікросфери — порожнисті алюмосилікатні кульки, що утворюються в топках ТЕС (теплова електростанція) за високотемпературного факельного спалювання вугілля.

Мікросфери — порожнисті тверді частинки малого розміру, які утворюються у складі золи виносу за спалювання вугілля на ТЕС. Під час згорання тонкоподрібнених частинок вугілля домішки оксиду алюмінію, кремнію та інших елементів, присутніх в природному вугіллі, при високій температурі утворюють складні силікати, що приймають в розплавленому стані сферичну форму. За рахунок розчинених в силікатах газів відбувається роздування сферичних мікрокрапель розплавлених силікатів в найдрібніші бульбашки — мікросфери (рис. 1). Зола виносу (шлак) після спалювання вугілля відкачується по трубопроводах в спеціально відведені котловани (золівідвали). У воді відбувається розділення легких і важких фракцій. Легкі частинки густиною $0,40 — 0,70 \text{ г/см}^3$ спливають на поверхні води. Це є мікросфери — унікальний матеріал, який більше 30 років використовується в різних галузях промисловості.

За своїми властивостями мікросфери з енергетичної золи близькі до порожнистих мікросфер, які отримують з розплавів промисловими методами. Суттєво, що вартість порожнистих мікросфер із золи ТЕС, ГРЕС у декілька разів нижча за отримувані промисловими методами. Мікросфери мають форму, близьку до сферичної, і гладеньку зовнішню поверхню. Діаметр варіює від 5 до 500 мкм. Газова фаза, законсервована усередині мікросфер, складається в основному з азоту, кисню і оксиду вуглецю.

Розмір мікросфер складає в середньому від 20 до 500 мкм. Стінки суцільні, непористі, товщиною від 2 до 10 мкм. Мікросфери заповнені сумішшю азоту і діоксиду вуглецю під зниженим тиском (близько 0.3 атм). Входять до складу золи виносу ТЕС, яка містить до 1-5 % мікросфер [1].

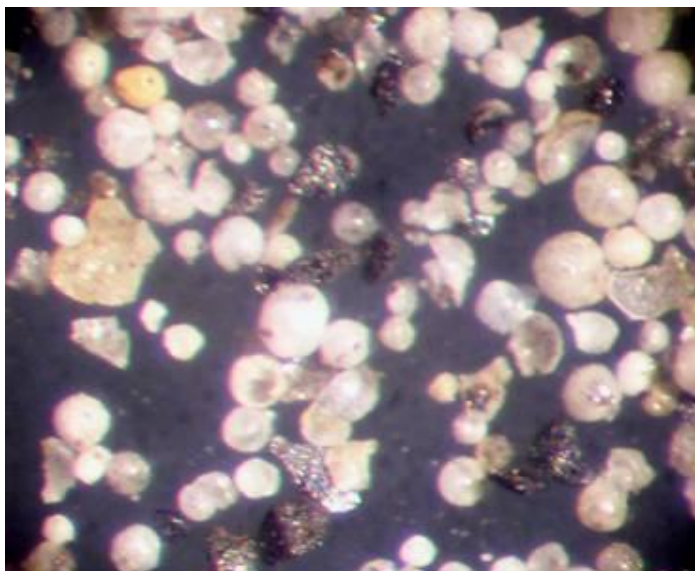


Рисунок 1.1 – Мікросфери - округлі утворення в золі виносу ТЕС

1.1.1 Властивості мікросфер

Насипна густина — $0,35-0,45 \text{ г/см}^3$. Густина матеріалу стінок частинок — $2,5 \text{ г/см}^3$. Розмір частинок — $5-500 \text{ мкм}$. Товщина оболонки сфери — 10% від діаметра. Склад газової фази усередині сфер: CO_2 — 70% , N_2 — 30% . За $0,7 \text{ г/см}^3$ густина мікросфери складає приблизно 25% густини інших мінеральних наповнювачів.

Завдяки формі частинок мікросфери як сипкий матеріал мають підвищену текучість, що забезпечує хороше заповнення форм і витікання з бункерів. Їх легко розбризкувати, нагнітати насосом, наносити шпателем тощо. Мікросфери забезпечують мінімальне відношення площі поверхні до займаного об'єму і найбільш компактне укладання. Коефіцієнт укладання — $60-80 \%$ теоретичного. Форма частинок мікросфер як наповнювача дозволяє змінювати в'язкість полімерних матеріалів і гуми. Усадка мікросфер низька.

Міцність стиснення у $3-10$ разів перевищує міцність порожнистих скляних сфер. Межа міцності стиснення — $150-280 \text{ кг/см}^2$. Твердість за шкалою Мооса — $5-6$. Така міцність мікросфер достатня щоб витримати процеси змішування, присадки і обробки. Мікросфери хімічно інертні і можуть використовуватися в розчинниках, органічних розчинах, воді,

кислотах або лугах без втрати властивостей. Завдяки високій термостійкості мікросфери не втрачають своїх міцнісних властивостей до температури 980 °С. Температура плавлення — не нижче 1300 °С [1].

1.1.2 Застосування мікросфер

Мікросфери мають унікальні теплоізоляційні властивості і використовуються для спеціальних теплоізоляційних покриттів, наприклад, у космічній техніці. Основними споживачами мікросфер є підприємства нафтової і газової промисловості (тампонажні матеріали для свердловин, бурові розчини, дробильні матеріали, вибухові речовини), виробники ізоляційних та теплоізоляційних матеріалів і покриттів, вогнетривів, виробники будівельних сумішей, будівельних матеріалів та надлегких бетонів, виробники фарб, захисних матеріалів, покрівельних покриттів, звукоізоляційних та теплоізоляційних покриттів. Мікросфери використовуються також при виробництві пластмас і в автомобілебудуванні (гальмівні колодки, пластмасові матеріали, композити, шини, звукозахисні матеріали, ґрунтовка), а також як наповнювачі при виробництві пластмас.

Галузі застосування. Сукупність унікальних властивостей мікросфер — низька щільність, малі розміри, сферична форма, висока твердість і температура плавлення, хімічна інертність — зумовлює щонайширший спектр застосування мікросфер в сучасній промисловості [1].

- Нафтова промисловість: тампонажні матеріали для нафтових свердловин, бурові розчини, дробильні матеріали, вибухові речовини.
- Будівництво: надлегкі бетони, вапняні розчини, рідкі розчини, цементи, штукатурка, покриття, крівлі і звукозахисні матеріали, фарба, захисні покриття, декоративні матеріали.
- Кераміка: вогнетривкі матеріали, вогнетривка цегла, покриття, ізоляційні матеріали, вогнетривкі покриття.

- Пластиди: нейлонові, поліетиленові, поліпропіленові та інші матеріали різної густини.

1.2 Види і властивості теплоізоляційних матеріалів

Теплоізоляційними називають матеріали, що застосовуються в будівництві житлових і промислових будівель, теплових агрегатів і трубопроводів з метою зменшити теплові втрати в навколишнє середовище. Теплоізоляційні матеріали характеризуються пористою будовою і, як наслідок цього, малою щільністю (не більше 600 кг/м^3) і низькою теплопровідністю (не більше $0,18 \text{ Вт/(м}^\circ\text{C)}$).

Використання теплоізоляційних матеріалів дозволяє зменшити товщину і масу стін та інших огорожувальних конструкцій, знизити витрату основних конструктивних матеріалів, зменшити транспортні витрати і відповідно знизити вартість будівництва. Поряд з цим при скороченні втрат тепла опалювальними будівлями зменшується витрата палива. Багато теплоізоляційних матеріалів внаслідок високої пористості мають здатність поглинати звуки, що дозволяє вживати їх також в якості акустичних матеріалів для боротьби з шумом.

Теплоізоляційні матеріали класифікують за видом основної сировини, формі і зовнішньому вигляду, структурі, щільності, жорсткості і теплопровідності.

Теплоізоляційні матеріали по виду основної сировини підрозділяються на неорганічні, виготовлені на основі різних видів мінеральної сировини (гірських порід, шлаків, скла, азбесту), органічні, сировиною для виробництва яких служать природні органічні матеріали (торф'яні, деревоволокнисті) і матеріали з пластичних мас.

За формою і зовнішнім виглядом розрізняють теплоізоляційні матеріали штучні жорсткі (плити, шкаралупи, сегменти, цеглу, циліндри) і гнучкі (мати, шнури, джгути), пухкі й сипучі (вата, перлітовий пісок, вермикуліт).

За структурою теплоізоляційні матеріали класифікують на волокнисті (мінераловатні, скло - волокнисті), зернисті (перлітові, вермікулітові), пористі (вироби з пористих бетонів, піноскло).

За щільністю теплоізоляційні матеріали ділять на марки: 15, 25, 35, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 600.

Залежно від жорсткості (відносної деформації) виділяють матеріали м'які (М) - мінеральна і скляна вата, вата з каолінів і базальтового волокна, напівтверді (П) - плити з шпательного скловолокна на синтетичних сполучних і ін., Жорсткі (Ж) Плити з мінеральної вати на синтетичних сполучних, підвищеної жорсткості (ПЖ), тверді (Т).

За теплопровідності теплоізоляційні матеріали поділяються на класи: А - низької теплопровідності до $0,06 \text{ Вт} / (\text{м} \cdot ^\circ \text{C})$, Б - середньої теплопровідності - від $0,06$ до $0,115 \text{ Вт} / (\text{м} \cdot ^\circ \text{C})$, В - підвищеної теплопровідності - від $0,115$ в $0,175 \text{ Вт} / (\text{м} \cdot ^\circ \text{C})$.

За призначенням теплоізоляційні матеріали бувають теплоізоляційно-будівельні (для утеплення будівельних конструкцій) і теплоізоляційно-монтажні (для теплової ізоляції промислового обладнання і трубопроводів).

Теплоізоляційні матеріали повинні бути біостійки, тобто НЕ піддаватися загниванню і псуванню комахами і гризунами, сухими, з малою гігроскопічністю так як при зволоженні їх теплопровідність значно підвищується, хімічно стійкими, а також володіти тепло і вогнестійкістю [2].

1.2.1 Органічні теплоізоляційні матеріали

Органічні теплоізоляційні матеріали в залежності від природи вихідної сировини можуть бути умовно розділені на два види: матеріали на основі природної органічної сировини (деревина, відходи деревообробки, торф, однорічні рослини, шерсть тварин тощо), матеріали на основі синтетичних смол, так звані теплоізоляційні пластмаси.

Теплоізоляційні матеріали з органічної сировини можуть бути жорсткими і гнучкими. Деревні, деревоволокнисті, фібролітові, арболітові,

комишитові і торф'яні, гнучкі - будівельний повсть і гофрований картон. Ці теплоізоляційні матеріали відрізняються низькою водоемністю і біостійкістю.

Деревоволокнисті теплоізоляційні плити отримують з відходів деревини, а також з різних промислових відходів (солома, очерет, багаття, стебла кукурудзи і ін.). Процес виготовлення плит складається з наступних основних операцій: подрібнення і розмноження деревної сировини, просочення волокнистої маси, зв'язування, формування, сушка та обрізка плити.

Деревоволокнисті плити випускають довжиною 1200-2700, шириною 1200-1700 і товщиною 8-25 мм. За щільністю їх ділять на ізоляційні (150-250 кг/м³) і ізоляційно-оздоблювальні (250-350 кг/м³). Теплопровідність ізоляційних плит 0,047-0,07, а ізоляційно-обробно-0,07-0,08 Вт / (м*°С). Межа міцності плити при вигині становить 0,4-2 МПа. Деревоволокнисті плити володіють високими звукоізоляційними властивостями.

Ізоляційні і ізоляційно-оздоблювальні плити застосовуються для тепло- і звукоізоляції стін, стель, підлог, перегородок і перекриттів будинків, акустичної ізоляції концертних залів і театрів (підвісних стель і облицювальних стін).

Арболит виготовляється з суміші цементу, органічних заповнювачів, хімічних добавок і води. Як тверді наповнювачів використовуються подрібнені відходи деревини, січку очерету, багаття конопель або льону тощо. Технологія виготовлення виробів з арболіту і операції з виготовлення заповнених наповнювачів, наприклад, дроблення відходів деревних порід, змішування наповнювачів з цементним розчином, укладання отриманої суміші в форми і її ущільнення, затвердіння неформованих виробів.

Теплоізоляційні матеріали з пластмас. В останні роки створена досить велика група нових теплоізоляційних матеріалів з пластмас. Сировиною для їх виготовлення термопластичні (полістирольні; полівінілохлоридні, поліуретанові) і терморективні (мочевина - формальдегідні) газоутворюючі і спінуючі речовини, наповнювачі, пластифікатори, барвники та ін. В будівництві найбільш поширені тепло- і звукоізоляційні матеріали.

Виникнення в пластмасах або в порожнинах, заповнених газом або повітрям, викликано хімічними, фізичними або механічними процесами або їх поєднаннями.

Залежно від структури теплоізоляційні пластмаси можуть бути розділені на дві групи: пінопласти і поропласти. Пінопластами називають пористі пластмаси з малою щільністю і наявністю несполучених між собою порожнин або осередків, заповнених газом або повітрям. Поропласти-пористі пластмаси. Найбільший інтерес для сучасного індустріального будівництва представляють пенополістініл, пенополівінілхлорід, пінополіуретан і мипора. Пінополістирол - матеріал у вигляді білої твердої піни з рівномірно замкнутою структурою. Пінополістирол випускають марки ПСБС у вигляді плити розміром 1000x500x100 мм і щільністю 25-40 кг/м³. Цей матеріал має теплопровідність 0,05 Вт / (м*°С), максимальна температура його застосування 70 °С. Плити з пінополістиролу застосовуються для утеплення стиків великопанельних будинків, промислових холодильників, а також в якості звукоізолюючих прокладок.

Сотопласти - теплоізоляційні матеріали з осередками, що нагадують форму бджолиних сот. Стінки осередків можуть бути виконані з різних листових матеріалів (крафт - папір, бавовняної тканини, скло - тканини та ін.), Просочені синтетичних полімерів. Виготовлені з нержавіючої сталі довжиною 1-1,5 м, шириною 550 - 650 і товщиною 300 - 350 мм. їх щільність 30-100 кг/м³, теплопровідність 0,046-0,058 Вт / (м*°С). міцність при стисненні 0,3-4 МПа. Застосовують сотопласти як заповнювач тришарових панелей. Теплоізоляційні властивості сотопастов підвищуються в результаті заповнення сот крихтою міпори [2].

1.2.2 Неорганічні теплоізоляційні матеріали

До неорганічних теплоізоляційних матеріалів відносять мінеральну вату, скляне волокно, піноскло, спучені перліт і вермикуліт, асбестовмістні теплоізоляційні вироби, ніздрюваті бетони, і ін.

Мінеральна вата і вироби з неї. Мінеральна вата волокнистий теплоізоляційний матеріал, одержуваний із силікатних розплавів. Сировиною для її виробництва служать гірські породи (вапняки, мергелі, діорити і ін.), Відходи металургійної промисловості (доменні і паливні шлаки) і промисловості будівельних матеріалів (бій глиняної і силікатної цегли).

Виробництво мінеральної вати складається з двох основних технологічних процесів: отримання силікатного розплаву і перетворення цього розплаву в найтонші волокна. Силікатний розплав утворюється в вагранках шахтних плавильних печах, в які завантажують мінеральну сировину і паливо (кокс). Розплав з температурою 1300-1400 °С безперервно випускають з нижньої частини печі.

Існує два способи перетворення розплаву в мінеральне волокно: дутьєвий і відцентровий. Сутність дутьєвого способу полягає в тому, що на струмінь рідкого розплаву, що випливає з льотки вагранки, впливає струмінь водяної пари або стисненого газу. Відцентровий спосіб заснований на використанні відцентрової сили для перетворення струменя розплаву в найтонші мінеральні волокна товщиною 2-7 мкм і довжиною 2-40 мм. Отримані волокна осідають в камері волокна осадження на рухомому стрічку транспортера. Мінеральна вата це пухкий матеріал, що складається з найтонших переплетених мінеральних волокон і невеликої кількості склоподібних включень (кульок, циліндриків і ін.), Так званих корольків. Чим менше в ваті корольків, тим вище її якість.

Залежно від щільності мінеральна вата підрозділяється на марки 75, 100, 125 і 150. Вона вогнестійка, не гниє, малогігроскопічна і має низьку теплопровідність 0,04 - 0,05 Вт (м*°С).

Мінеральна вата тендітна, і при її укладанні утворюється багато пилу, тому вату гранулюють тобто про перетворюють на пухкі грудочки - гранули. Їх використовують в якості теплоізоляційної засипки пустотілих стін і перекриттів. Сама мінеральна вата є як би напівфабрикатом, з якого виконують різноманітні теплоізоляційні мінераловатні вироби: повсть, мати, напівтверді і жорсткі плити, шкаралупи, сегменти і ін.

Скляна вата і вироби з неї. Скляна вата матеріал, що складається з безладно розташованих скляних волокон, отриманих з розплавленої сировини. Сировиною для виробництва скловати служить сировинна шахта для варіння скла (кварцовий пісок, кальцинована сода і сульфат натрію) або скляний бій. Виробництво скляної вати та виробів з неї складається з наступних технологічних процесів: варіння скломаси в ванних печах при 1300-1400 °С, виготовлення скловолокон і формування виробів.

Скловолоконно з розплавленої маси отримують способами витягування або дутьєвим. Скловолоконно витягають штабіковим (підігрівом скляних паличок до розплавлення з подальшим їх витягуванням в скловолоконно, намотує на обертові барабани) і фільтрним (витягуванням волокон з розплавленої скломаси через невеликі отвори-фільтри з подальшим намотуванням волокон на обертові барабани) способами. При дутьєвому способі розплавлена скломаса розпорошується під дією струменя стиснутого повітря або пара.

Залежно від призначення виробляють текстильне і теплоізоляційне (штапельне) скловолоконно. Середній діаметр текстильних волокон 3-7 мкм, а теплоізоляційних 10-30 мкм.

Скляне волоконно значно більшої довжини, ніж волоконна мінеральної вати і відрізняється великою хімічною стійкістю і міцністю. Щільність скляної вати 75-125 кг/м³, теплопровідність 0,04-0,052 Вт / (м/°С), гранична температура застосування скляної вати 450 °С. Зі скловолоконна виконують мати, плити, смуги та інші вироби, в тому числі ткани.

Піноскло - теплоізоляційний матеріал пористої структури. Сировиною для виробництва виробів з піноскла (плит, блоків) служить суміш тонкоподрібненого скляного бою з газоутворювачем (меленим вапняком). Сировинну суміш засипають у форми і нагрівають в печах до 900 °С, при цьому відбувається плавлення частинок і розкладання газоутворювача. Виділяються гази спучуючи скломасу, яка при охолодженні перетворюється в міцний матеріал пористої структури.

Піноскло має низку цінних властивостей, що вигідно відрізняють його від багатьох інших теплоізоляційних матеріалів: пористість піноскла 80-95%, розмір пір 0,1-3 мм, щільність 200-600 кг/м³, теплопровідність 0,09-0,14 Вт/(м*°С), межа міцності при стисненні піноскла 2-6 МПа. Крім того, піноскло характеризується водостійкістю, морозостійкістю, не згорає, хорошим звукопоглинанням, його легко обробляти різальним інструментом.

Піноскло у вигляді плит довжиною 500, шириною 400 і товщиною 70-140 мм використовують в будівництві для утеплення стін, перекриттів, покрівель та інших частин будівель, а у вигляді полуцилиндров, шкаралуп і сегментів - для ізоляції теплових агрегатів і тепломереж, де температура не перевищує 300 °С. Крім того, піноскло служить звукопоглинальним і одночасно оздоблювальним матеріалом для аудиторій, кінотеатрів і концертних залів.

Азбестовмісні матеріали та вироби. До матеріалів і виробів з азбестового волокна без добавок або з добавкою в'язучих речовин відносять азбестові папір, шнур, тканина, плити та ін. Азбест може бути також частиною композицій, з яких виготовляють різноманітні теплоізоляційні матеріали (совеліт і ін). У розглянутих матеріалах і виробках використані цінні властивості азбесту: температуростійкість, висока міцність, волокнистість і ін.

Алюмінієва фольга (альфоль) - новий теплоізоляційний матеріал, що представляє собою стрічку гофрованого паперу з наклеєною на гребені гофрів алюмінієвою фольгою. Даний вид теплоізоляційного матеріалу на відміну від будь-якого пористого матеріалу поєднує низьку теплопровідність повітря, укладеного між листами алюмінієвої фольги, з високою відбивною здатністю самої поверхні алюмінієвої фольги. Алюмінієву фольгу для цілей теплоізоляції випускають в рулонах шириною до 100, товщиною 0,005-0,03 мм.

Практика використання алюмінієвої фольги в теплоізоляції показала, що оптимальна товщина повітряного прошарку між шарами фольги повинна бути 8-10 мм, а кількість шарів повинно бути не менше трьох. Щільність такої

шарової конструкції з алюмінієвої (фольги 6-9 кг/м³, теплопровідність - 0,03-0,08 Вт/(м*С).

Алюмінієву фольгу вживають у якості відбивної ізоляції в теплоізоляційних шаруватих конструкціях будівель і споруд, а також для теплоізоляції поверхонь промислового обладнання і трубопроводів при температурі 300 °С [2].

1.3 Система Al₂O₃-SiO₂

Діаграма стану системи Al₂O₃-SiO₂ (рис. 1.2). Згідно цій діаграмі хімічна сполука муліт 3Al₂O₃·2SiO₂ плавиться конгруентно при 1910 °С і утворює дві евтектики: одну з SiO₂ при 1585 °С і другу у вигляді твердого розчину з Al₂O₃ при 1850 °С, що відповідає змісту 79% Al₂O₃ і 21% SiO₂.

На діаграмі стану цієї системи (рис. 1.2) відсутній будь-який максимум на кривій ліквідусу, який би відповідав з'єднанню Al₂O₃·SiO₂ (62,9% Al₂O₃ і 37,1% SiO₂), поширений в природі у вигляді мінералів групи силіманіту. Це пояснюється тим, що при нормальному тиску, при якому побудована наведена діаграма, з'єднання Al₂O₃·SiO₂ не має галузі сталого рівноважного стану. Але при високому тиску такі області на діаграмі з'являються.

Інша особливість діаграми стану системи Al₂O₃-SiO₂ складається в досить пологом характері кривої ліквідусу в області кристалізації муліту, що дуже впливає на застосування деяких технічних продуктів. Пологий хід кривої ліквідусу обумовлює дуже швидке наростання вмісту рідкої фази при нагріванні сумішей, що містять від 5,5% до ≈ 72% Al₂O₃.

Система Al₂O₃-SiO₂ має особливо велике значення для технології виробництва різних алюмосилікатних вогнетривів і виробів тонкої кераміки [3].

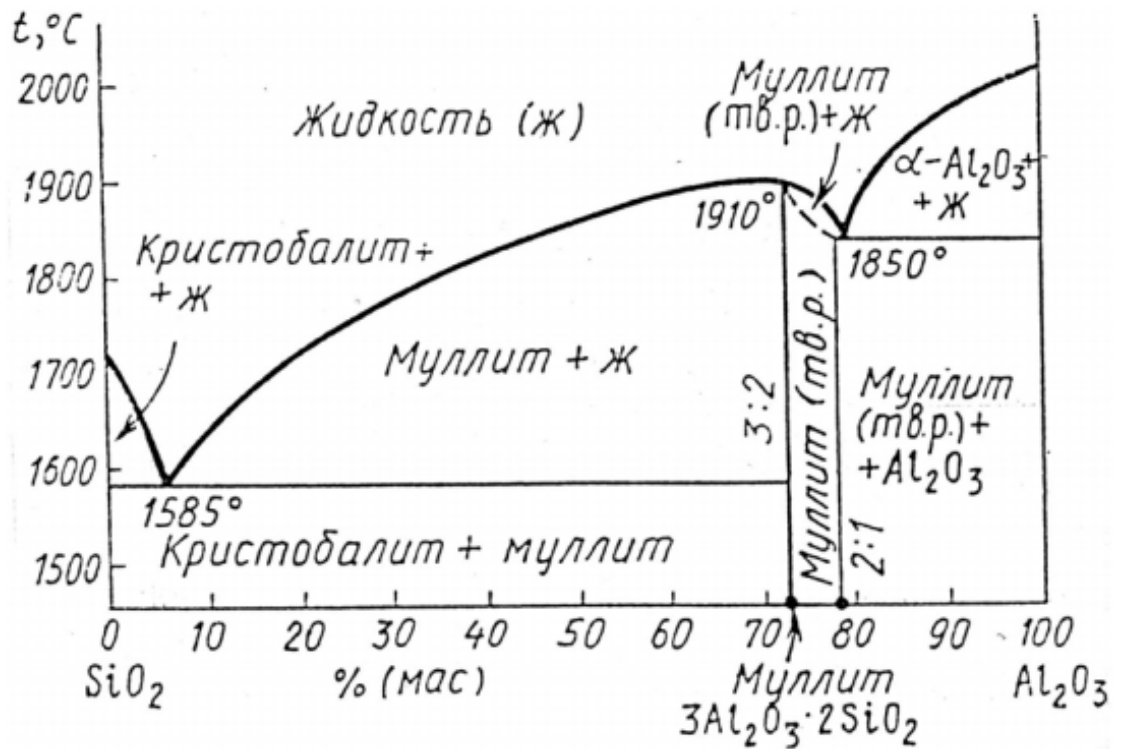


Рисунок 1.2 – Діаграма стану системи $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$

1.4 Висновки та постановка задачі досліджень

В ході проведення аналізу літератури по тематиці роботи встановлено, що суттєвих недоліків мікросфери, як теплоізоляційний матеріал, не мають. Більше того отримання мікросфер є досить простим завданням, що робить їх дешевим матеріалом відносно інших. Унікальне поєднання таких властивостей оксидних мікросфер, як: майже ідеальна сферична форма, низька насипна щільність, висока механічна міцність, термостабільність і хімічна інертність, забезпечили їм широкий спектр застосування за кордоном при виробництві теплоізоляційних матеріалів, наповнювачів композиційних матеріалів, тощо.

Враховуючи актуальність даної тематики метою роботи є дослідження структури та фазового складу оксидних мікросфер.

Для виконання поставленої мети необхідно вирішити наступні задачі:

- визначити технологічні властивості оксидних мікросфер;
- визначити фазовий склад;

- в) дослідити мікроструктуру;
- г) провести хімічний аналіз.

2 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

2.1 Визначення технологічних властивостей порошків

Визначемо такі технологічні властивості порошку. Це кут природного відкосу, насипна щільність, щільність утруски, текучість, ущільнення, пресування і формованість.

Формування порошку в основному залежить від форми, розміру і стану поверхні частинок. Аутогезія залежить від природи частинок, їх розмірів, стану поверхні, параметрів середовища, в якій вони знаходяться.

Кут природного відкосу α утворюється поверхнею конуса вільно насипаного порошку і горизонтальною площиною в його підставі. Таким чином, кут природного укосу α є також і кутом тертя.

Насипний об'єм - величина, зворотна насипній щільності.

Щільність утруски $\gamma_{\text{утр}}$ - це відношення порошку до обсягу після утруски його за певною програмою.

Текучість порошку, тобто його здатність переміщатися під дією сили тяжіння, оцінюється часом закінчення ($\tau, \text{с}$) навішування 50г через калібрований отвір діаметром 2,5 мм.

Ущільнюваність порошків показує їх здатність до зменшення займаного обсягу під впливом тиску або вібрації.

Пресованість порошку оцінюють за його здатністю утворювати під тиском тіло, яке має задані розміри, форму і щільність.

Формованість порошку оцінюють за його здатністю зберігати додану форму в заданому інтервалі значень пористості. Формованість порошку в основному залежить від форми, розміру і стану поверхні частинок.

Ефекти, що виникають при дії періодичних сил на дисперсне середовище, можна об'єднати в такі групи:

1. Зміна поведінки нелінійних механічних систем: поява нових положень рівноваги і видів руху, зміна характеру положень рівноваги, зміна власних частот малих коливань.

2. Ефекти переміщення і відведення: сепарація частинок матеріалу за властивостями, виникнення повільних потоків дисперсних середовищ, дрейф і локалізація частинок в неоднорідних полях періодичних сил і взаємні мікрозміщень.
3. Зміна під дією періодичних сил реологічних властивостей дисперсних систем: уявні перетворення сухого тертя в в'язке, зниження коефіцієнта сухого тертя, уявні зміни коефіцієнта в'язкості і багато інших.
4. Виникнення інтенсивної механічної взаємодії між частинками та обсягами багатокomпонентних систем: розпушення дисперсного середовища [4].

2.2 Рентгеноструктурний аналіз

Рентгеноструктурний аналіз проводили на дифрактометрі Ultima IV. Рентгеноструктурний аналіз дозволив об'єктивно встановити структуру кристалічних речовин. Повне структурне дослідження кристала часто дозволяє вирішити й чисто хімічні задачі, наприклад встановлення або уточнення хімічної формули, типу зв'язку, молекулярної ваги при відомій щільності або щільності при відомій молекулярній вазі, симетрії і конфігурації молекул і молекулярних іонів.

Рентгеноструктурний аналіз з успіхом застосовується для вивчення кристалічного стану полімерів. Цінні відомості дає рентгеноструктурний аналіз і при дослідженні аморфних і рідких тіл. Рентгенограми таких тіл містять кілька розмитих дифракційних кілець, інтенсивність яких швидко падає зі збільшенням θ . По ширині, формою і інтенсивності цих кілець можна робити висновки про особливості ближнього порядку в тій чи іншій конкретній рідкої або аморфної структурі.

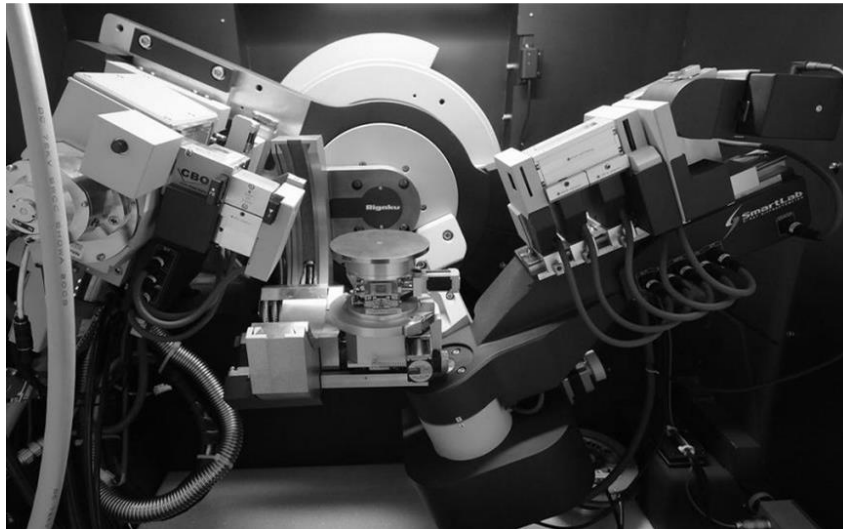


Рисунок 2.1 – Рентгенівський дифрактометр Ultima-IV

Важливою сферою застосування рентгенівських променів є рентгенографія металів і сплавів, яка перетворилася в окрему галузь науки. Поняття «рентгенографія» включає в себе, поряд з повним або частковим рентгеноструктурним аналізом, також і інші способи використання рентгенівських променів - рентгенівську дефектоскопію (просвітлювання), рентгеноспектральний аналіз, рентгенівську мікроскопію і інше. Заснована на рентгеноструктурному аналізі кристалохімія сплавів - один з провідних розділів металознавства. Жодна діаграма стану металевих сплавів не може вважатися надійно встановленою, якщо дані сплави не досліджені методами рентгеноструктурного аналізу. Завдяки застосуванню методів рентгеноструктурного аналізу виявилось можливим глибоко вивчити структурні зміни, які відбуваються в металах і сплавах при їх пластичної і термічній обробці.

Методу рентгеноструктурного аналізу властиві і серйозні обмеження. Для проведення повного рентгеноструктурного аналізу необхідно, щоб речовина добре кристалізувалася і давала досить стійкі кристали. Іноді необхідно проводити дослідження при високих або низьких температурах. Це сильно ускладнює проведення експерименту. Повне дослідження є дуже трудомістким, тривалим і пов'язане з великим обсягом обчислювальної роботи.

Для встановлення атомної структури середньої складності (~50-100 атомів в елементарній комірці) необхідно вимірювати інтенсивності кількох сотень і навіть тисяч дифракційних відображень. Цю досить трудомістку і копітку роботу виконують автоматичні мікроденсітомери і дифрактометри, керовані ЕОМ, іноді протягом декількох тижнів і навіть місяців (наприклад, при аналізі структур білків, коли число віддзеркалень зростає до сотень тисяч). У зв'язку з цим в останні роки для вирішення завдань рентгеноструктурного аналізу отримали широке застосування швидкодіючі ЕОМ. Однак навіть із застосуванням ЕОМ визначення структури залишається складною і трудомісткою роботою. Застосування в дифрактометрі декількох лічильників, які можуть паралельно реєструвати відображення, час експерименту вдається скоротити. Дифрактометричні вимірювання перевершують фотореєстрації по чутливості і точності.

Дозволяючи об'єктивно визначити структуру молекул і загальний характер взаємодії молекул в кристалі, дослідження методом рентгеноструктурного аналізу не завжди дає можливість з потрібним ступенем достовірності судити про відмінності в характері хімічних зв'язків усередині молекули, так як точність визначення довжин зв'язків і валентних кутів часто виявляється недостатньою для цієї мети. Серйозним обмеженням методу є також труднощі визначення положень легких атомів і особливо атомів водню [5].

До хімічних властивостей металевих порошків відносять їх хімічний склад, газонасиченість, пірофорність, токсичність, вибухонебезпечність. Хімічний склад оцінюють вмістом основних компонентів, домішок або забруднень і газів. Залежить він від складу вихідних матеріалів і методу отримання порошків. Граничний вміст домішок в порошках визначається їх допустимою кількістю у готовій продукції. Хімічний аналіз за методиками, прийнятими для загального аналізу металів. Винятком є лише визначення вмісту кисню. Газонасиченість - характерна особливість порошків. Містяться гази на поверхні частинок (адсорбовані) і всередині їх, потрапляючи в процесі

виготовлення і при розкладанні добавок. Погіршуються умови пресування (крихкість) і спікання (викривлення).

2.3 Якісний фазовий аналіз

Проведено встановлення наявності фаз в досліджуваному зразку, їх ідентифікація.

Якісний рентгенівський фазовий аналіз будувався на наступних принципах:

- кожна кристалічна речовина характеризується своїм, цілком певним дифракційним спектром;
- суміш речовин дає спектр, який є суперпозицією спектрів цих індивідуальних речовин.

Виміряні відносні інтенсивності ліній і певні по рентгенограмі міжплощинні відстані називаються рентгенівською характеристикою речовини. Найсильніші лінії даної речовини називають реперними. Вони зникають на рентгенограмі останніми, якщо зміст цієї фази в зразку зменшується. За реперних ліній зазвичай і виявляють фази. Мінімальна кількість речовини, при якому ще помітні реперні лінії, визначає чутливість фазового аналізу.

Чутливість якісного фазового аналізу залежить від інтенсивності дифракційних ліній, які дає на рентгенограмі досліджувана речовина. Як відомо, інтенсивність ліній для порошкового зразка визначається співвідношенням

$$I_{hkl} = I_0 n^2 \lambda^3 \frac{e^4}{m^2 c^4} \frac{1 + \sin^2 2\theta}{2 \sin^2 \theta \cos \theta} F^2(H) e^{-2M} A(\mu, \theta) V M_{hkl} \quad (1)$$

Чутливість, таким чином, визначається відносною інтенсивністю ліній різних фаз в зразку. Відносна інтенсивність ліній залежить від множника повторюваності M_{hkl} , структурного множника $F^2(H)$, розсіювальної здатності,

що входить до складу фази атомів і співвідношення між коефіцієнтами поглинання фаз, що складають зразок.

Чим вище симетрія кристалічної структури фази, тим більші значення можуть мати множники повторюваності, тим вище інтенсивність ліній на рентгенограмі і чутливість аналізу.

Інтенсивність розсіяних рентгенівських променів тим вище, чим більше атомний номер розсіювального елемента. Тому фазу з великими атомними номерами елементів що входять до неї можна виявити при малому її утриманні в суміші з фазами, що складаються з легких елементів, які мають до того ж низькі коефіцієнти поглинання. І навпаки, фазу з малим атомним номером (з низькою розсіювальною здатністю) в суміші з сильно поглинаючими фазами (що складаються з важких елементів) можна виявити лише при порівняно великому вмісті.

Чутливість методу залежить також від факторів, що викликають розширення рентгенівських ліній. Розмиті лінії виявити складніше, ніж різкі, тому наявність мікрвикривлень або дисперсних кристалів (менше 0,1 мкм) знижує чутливість. Погіршує чутливість також грубозернистість зразка, яка веде до точкової будови ліній рентгенограми і, отже, до зниження точності виміру відстаней між лініями. Обертанням зразка іноді вдається позбутися від пунктирних ліній.

Залежно від того, які з перерахованих факторів діють в більшій чи меншій мірі в кожному конкретному випадку, чутливість рентгенівського фазового аналізу для різних зразків може складати величину від десятих часток до десятка відсотків.

Чутливість якісного фазового аналізу може бути підвищена поліпшенням техніки рентгенівської зйомки і підготовкою аналізованого зразка. Застосування дифрактометрів також призводить до підвищення чутливості фазового аналізу. Це пов'язано з тим, що при фокусуванні по Брегг-Брентано розсіяні промені не фокусуються, і тому рівень фону тут значно нижче, ніж при фотографічному методі реєстрації. При фазовому аналізі з використанням дифрактометра кращою є схема запису по точках, що дозволяє

виділити дуже слабкі лінії, які зазвичай не виявляються при безперервного запису дифрактограми.

Рівень фону на рентгенограмі або дифрактограмі можна зменшити оптимальним підбором напруги на рентгенівській трубці. Так, для трубки з мідним анодом оптимальне напруга становить 25-30 кВ, для хромового анода - 25 кВ.

Чутливість методу також підвищується при правильному приготуванні зразка. Перед зйомкою доцільно проводити хімічну очистку аналізованих порошків від забруднень. При зйомці шліфів з сталей або сплавів хімічне або електрохімічне травлення дозволяє збагатити поверхню зразка карбідами або інтерметалідами, так як при відповідному підборі травителя розчиняється матриця і залишаються частки фази яку визначаємо.

Якщо об'ємна частка аналізованої фази знаходиться на кордоні або нижче чутливості методу, цю фазу необхідно виділити з зразка, розчиняючи основу сплаву. Найбільш часто використовують анодне розчинення (зразок служить анодом) в електроліті, який підбирають так, щоб, розчиняючи матрицю, він в той же час не реагував з аналізованою фазою. Анодне розчинення використовують, зокрема, при аналізі неметалевих включень в сталі, де їх об'ємна частка завжди велика.

Методика якісного фазового аналізу. Якщо зразок однофазний, то визначення цієї фази є простим завданням. Складність визначення зростає зі збільшенням числа хімічних сполук, що складають зразок.

Для проведення якісного фазового аналізу користуються картотекою ASTM (American Society for Testing Materials), а в даний час картотекою ASTM-JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standarts). На картці вказуються хімічна формула сполуки, а також просторова група, періоди елементарної комірки, міжплощинні відстані і індекси дифракційних ліній. Наведено повний перелік ліній даної речовини і їх відносні інтенсивності, а також умови зйомки рентгенограми.

Можуть бути включені також такі фізичні характеристики, як щільність, колір, оптичні властивості. У верхній частині картки вказані міжплощинні

відстані d трьох найсильніших ліній і їх відносні інтенсивності, а також лінія з найбільшою міжплощинною відстанню. Обов'язково вказується цитоване літературне джерело.

Картотека має кілька покажчиків. В алфавітному покажчику за алфавітом перераховані всі речовини, наявні в картотеці (окремо органічні і неорганічні), номер відповідної картки і три найбільш сильні лінії. В іншому покажчику всі наявні речовини перераховані в порядку убутання міжплощинних відстаней, які розбиті на групи і підгрупи по величині d других і третіх ліній. Нарешті, є покажчик Фінка, в якому наводяться дані по восьми найбільш інтенсивним лініях кожної фази. Відносні інтенсивності не наводяться.

Кожна речовина записана в восьми різних місцях покажчика. У першому записі d розташовані зліва направо в порядку убутання. В інших записах вони наводяться в порядку циклічної перестановки. Як і в попередньому покажчику, ці сукупності значень d розбиті на групи і підгрупи. Ідентифікацію речовини ведуть за найбільшим значенням d рентгенограми, за яким знаходять групу Фінка. У цій групі проводять систематичний пошук, використовуючи кожне з значень d (в порядку їх зменшення) в якості другої лінії. У разі невдачі за найбільше значення приймають інше d , і операцію повторюють до повної ідентифікації речовини.

Дуже часто буває, що в картотеці відсутні картки речовин, які зустрічаються в практиці деяких лабораторій. Крім того, при дослідженні нових діаграм стану виявляють ще не досліджені фази. В цьому випадку рентгенівська лабораторія сама повинна отримати необхідні еталонні рентгенограми. Такі рентгенограми зручно представити у вигляді графіків, на які нанесені дифракційні лінії, причому інтенсивність цих ліній I виражена за умовною п'ятибальною шкалою - так звані «штрих-діаграми». Абсцисою на цих графіках є значення d або, якщо використовується одне випромінювання, кут θ (рис. 2.8).

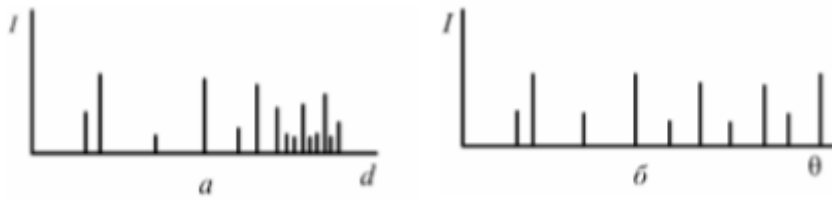


Рисунок 2.2 – Графічне зображення рентгенограми - розподіл інтенсивності в залежності від міжплощинної відстані d (а) і від кута θ (б)

При проведенні якісного аналізу рентгенограму досліджуваного зразка також зображують у вигляді аналогічного графіка. Потім порівнюють спектр ліній досліджуваної речовини з лініями еталонних речовин. При порівнянні ліній звертають увагу на те, що співвідношення інтенсивностей ліній для даної фази має зберегтися, навіть якщо вона знаходиться в суміші. Якщо виявлено збіг сильної лінії зразка з сильною лінією еталона, то такий же збіг має бути і для інших ліній зразка. Якщо слабка лінія зразка збігається з сильною лінією еталона, то це означає низький вміст цієї фази в зразку, і деякі її слабші лінії можуть взагалі не бути присутніми на рентгенограмі. Можливий випадок накладення ліній двох різних фаз, при цьому на рентгенограмі досліджуваного зразка така лінія буде більш сильною, ніж на рентгенограмі еталонного зразка [6].

2.4 Кількісний фазовий аналіз

Проведено встановлення наявності фаз в досліджуваному зразку, їх визначення відносного вмісту фаз.

Кількісний фазовий аналіз заснований на тому, що інтенсивність дифракційних ліній даної фази пропорційна її об'ємній частці в зразку. Оскільки вимірювання абсолютної інтегральної інтенсивності лінії є складним завданням, для проведення кількісного аналізу порівнюють інтенсивності ліній двох фаз (по одній лінії від кожної фази) або лінію аналізованої фази з лінією одночасно еталонної речовини що знімається. Порівнянні лінії називають аналітичними. Як аналітичну зазвичай вибирають найінтенсивнішу

лінію фази, якщо на неї не накладаються лінії від інших присутніх в зразку фаз. Для проведення кількісного фазового аналізу, пов'язаного з вимірюванням інтенсивності ліній, доцільно використовувати рентгенівські дифрактометри. Існує багато різновидів методів рентгенівського кількісного фазового аналізу, описаних у спеціальній літературі.

Аналіз двофазної суміші методом градуувальної кривої. Відповідно до виразу (2) інтегральну інтенсивність відображення НКЛ α -фази для полікристала можна записати у вигляді

$$I_{HKL}^{\alpha} = kP(\theta_{HKL})^{\alpha}(F_{HKL}^2)^{\alpha} \frac{1}{2\mu} M_{HKL}^{\alpha} \frac{p^{\alpha}}{(V_{яч}^2)^{\alpha}} \quad (2)$$

де k - постійна для всіх ліній рентгенограми величина, $P(\theta_{HKL})^{\alpha}$ - кутовий множник, $(F_{HKL}^2)^{\alpha}$ - структурний множник, M_{HKL}^{α} - множник повторюваності, $(V_{яч}^2)^{\alpha}$ - об'єм елементарної комірки α -фази, p^{α} - об'ємна частка α -фази, μ - коефіцієнт лінійного послаблення зразка.

Для двофазної суміші $p^{\beta} = 1 - p^{\alpha}$ маємо

$$\frac{I_{HKL}^{\alpha}}{I_{H'K'L'}^{\beta}} = \frac{P(\theta_{HKL})^{\alpha}(F_{HKL}^2)^{\alpha}M_{HKL}^{\alpha}(V_{яч}^2)^{\beta}}{P(\theta_{H'K'L'})^{\beta}(F_{H'K'L'}^2)^{\beta}M_{H'K'L'}^{\beta}(V_{яч}^2)^{\alpha}} \frac{p^{\alpha}}{1-p^{\beta}} = K^{\alpha\beta} \frac{p^{\alpha}}{1-p^{\alpha}} \quad (3)$$

Таким чином, ставлення інтенсивностей обраних аналітичних ліній α - і β - фаз лінійно залежить від величини $p^{\alpha}/(1 - p^{\alpha})$. Значення коефіцієнта $K^{\alpha\beta}$ можна розрахувати теоретично або визначити експериментально, знімаючи рентгенограми різних по об'ємній частці спеціально приготованих сумішей α - і β -фаз.

Після побудови градуувального графіка об'ємна частка α - фази в аналізованій пробі визначається по знайденому з досвіду відношенню інтенсивностей $I_{HKL}^{\alpha}/I_{H'K'L'}^{\beta}$.

Метод застосуємо для вивчення як порошкових зразків, так і шліфів. Його можна також використовувати для визначення відносного вмісту двох будь-яких фаз багатофазних композицій.

Метод внутрішнього стандарту. Метод застосуємо тільки для порошкових зразків. До аналізованого порошку додають відому кількість порошку стандартної речовини.

Як стандарт використовують порошки хімічно стабільних речовин з кубічними ґратками, що дають на рентгенограмах інтенсивні і вузькі лінії. Бажано, щоб лінії стандарту і фази не накладалися на лінії аналізованої суміші.

Після ретельного перемішування визначають ставлення інтенсивності аналітичних ліній аналізованої фази і стандарту. Користуючись попередньо побудованим графіком для двофазної суміші фази і стандарту в координатах $I_{\text{фаз}}/I_{\text{ст}} = f(p_{\text{фаз}}/p_{\text{ст}})$, можна знайти відношення їх об'ємних часток, а знаючи $p_{\text{ст}}$, остаточно визначити $p_{\text{фаз}}$.

Недоліком методу внутрішнього стандарту є те, що додавання еталонної речовини призводить до розбавлення фаз що визначаються, а отже, до зниження чутливості і точності аналізу кількості фази при її малому вмісті.

Метод зовнішнього стандарту. Якщо аналізований зразок можна перетворити в порошок, то визначають інтенсивність поперемінно досліджуваного зразка і еталону. По відношенню інтенсивності аналітичних ліній фази і стандарту за допомогою попередньо побудованого градувального графіка знаходять зміст в зразку аналізованої фази так само, як і в разі методу внутрішнього стандарту.

При аналізі методом зовнішнього стандарту кількість фаз в зразку не має значення, але істотно, щоб коефіцієнт поглинання зразка не змінювався значно, так як інтенсивність ліній еталона не залежить від μ зразка, а залишається сталою. Якщо зміна фазового складу проби супроводжується істотною зміною μ , то описуваний метод не придатний.

Точність кількісного фазового аналізу залежить від якісного фазового складу, стабільності роботи дифрактометра, кількості визначаємої фази.

Зазвичай точність становить 5 - 10% від обумовленої величини, а шляхом багаторазових вимірювань інтенсивності її можна довести до 1%.

Підхід Фіали в кількісному фазовому аналізі. Рентгендифракційному спектру $\{d_i, I_i\}$ відповідає n -мірний спектр, який формується таким чином: діапазон зміни d від 1 до 10 Å рівномірно розбивається на проміжки по $\delta d = 0.01$ Å, довжина яких в середньому відповідає точності визначення d .

Тоді i -ю фазу можна уявити вектором-стовпцем Y_i , а зразок – вектором-стовпцем X . Тепер завдання кількісного фазового аналізу зводиться до математичної задачі оптимального розкладу вектора X по базисних векторах Y_i

$$\begin{cases} |X - \sum c_i Y_i|^2 \rightarrow \min, \\ c_i \geq 0. \end{cases} \quad (4)$$

Основні труднощі проведення фазового аналізу за методом Фіали пов'язані з необхідністю використання абсолютних значень інтенсивності дифракційних ліній аналізованих фаз [6].

2.5 Скануюча електронна мікроскопія

Растровий електронний мікроскоп РЕМ-106 (рис. 2.3) застосован для вивчення поверхневих частинок. Електронні промені стискаються магнітними лінзами в тонкий (1-10 мм) зонд, який послідовно від точки до точки переміщається по об'єкту, тобто сканує. При взаємодії електронів з об'єктом виникає кілька видів випромінювань:

- вторинні і відбиті електрони;
- електрони які пройшли;
- рентгенівське гальмівне випромінювання;
- світлове випромінювання.

Будь-яке з перерахованих випромінювань може реєструватися і перетворюватися в електричні сигнали, які посилюються і подаються в

електронно-променевої трубки. Основна перевага методу - висока інформативність, а істотний недолік - велика тривалість процесу. Висока роздільна здатність реалізується лише при малих швидкостях розгортки. Метод зазвичай застосовують для частинок з розміром понад 5 нм, що обумовлено обмеженнями, що накладаються товщиною зразка. Для електронів з енергією 100 кеВ вона становить близько 50 нм. Щоб запобігти руйнуванню зразків, використовують спеціальні прийоми їх приготування. Крім того, завжди доводиться мати на увазі можливість променевого навантаження на зразки, наприклад, може відбуватися агрегація частинок під променем.



Рисунок 2.3 – Растровий електронний мікроскоп PEM-106

Одним із способів зразків є застосування ультрамікротомов (їх використання ускладнене при нерівномірному, наприклад острівцем, осадженні). Поширені також хімічні методи, зокрема розчинення матриці. Вид одержуваної гістограми часто залежить від методу отримання зразка.

У 80-і роки ХХ століття в електронній мікроскопії стався потужний прорив. Були створені мікроскопи з комп'ютерним аналізом елементного складу на базі спектрометра енергетичних втрат. Спектромерію енергетичних втрат застосовували в комбінованих ПЕМ і СЕМ. Перекомпонування системи магнітних призм дозволила регулювати контрастність зображення, яка залежить від кута падіння, атомного номера і коефіцієнта відображення. На сучасних приладах можна отримувати селективні зображення елементів від бору до урану з дозволом 0,5 нм і чутливістю до 10-20 м, що, наприклад, для кальцію становить 150 атомів. Інформацію про подібні об'єкти дає електронна мікроскопія високої роздільної здатності.

Важливий етап в розвитку електронної мікроскопії пов'язаний з розробкою методів комп'ютерної обробки зображень, що дозволяє отримання гістограми за формою, орієнтації і розмірами. Можна виділяти деталі структури, виробляти статистичну обробку, розраховувати локальні мікроконцентрації, визначати параметри решіток. Вбудовані прилади процесори дають можливість гнучко управляти мікроскопами [7].

2.6 Мікрорентгеноспектральний аналіз

Мікрорентгеноспектральний аналіз проводили на апараті Oxford X-Max20 (рис. 2.3). Метод мікрорентгеноспектрального аналізу заснований на тому, що пучок електронів з великою енергією фокусується системою електромагнітних лінз до мікронного діаметра і направляється на обрану ділянку зразка, поверхня якого спостерігається під оптичним мікроскопом при збільшенні 400- 600. Потрапляючи на зразок, електрони збуджують в уже згадуваній ділянці рентгенівське випромінювання, яке розкладається системою кристалів в спектр і реєструється лічильниками. По

довжині хвилі і інтенсивності рентгенівського випромінювання проводиться якісний і кількісний аналізи. Чутливість методу різна для різних елементів. Точність кількісного аналізу залежить від умов збудження випромінювання і хімічного складу об'єкта, так як залежність інтенсивності від концентрації нелінійна. Для точних кількісних вимірювань потрібні зразки, використання яких дає точність до 5% без еталонів точність 10-15%. В даний час застосовуються серійні вітчизняні установки MAP-2, французькі, англійські, японські мікроаналізatori. Вони дозволяють проводити аналіз елементів від магнію до урану при локальності 2-5 мкм. Проектується установки, які будуть аналізувати бор, азот і ін. Майже всі мікроаналізatori забезпечені сканируючим пристроєм, тому одночасно можна проводити аналіз елементів в точці і отримувати топографічну картину розподілу елементів в декількох характеристичних випромінюваннях, а також в відображених і поглинених електронах. Метод мікрорентгеноспектрального аналізу володіє широкими можливостями для аналізу структури і складу перехідної зони. Важлива перевага цього методу є можливість з найвищою поки ступенем локальності вивчати перехідну зону багатоконпонентних систем [8].



Рисунок 2.4 – Мікрорентгеноспектральний аналізатор Oxford X-Max20

3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

3.1 Технологічні властивості

За допомогою ситового аналізу визначили розподіл частинок по фракціям (рис 3.1). На фракцію -60+40 перепадає найбільша кількість порошку – 30,1%. На фракцію +300 перепадає найменша кількість порошку - 7,6%. Насипна щільність вихідних мікросфер становить 0,43 г/см³. Насипна щільність оксидних мікросфер збільшується зі зменшенням розмірів частинок. Для фракції -60+40 з найбільшим відсотковим вмістом близько 30 % насипна щільність становить 0,51 г/см³. А для фракції +200 мкм становить 0,39 г/см³.

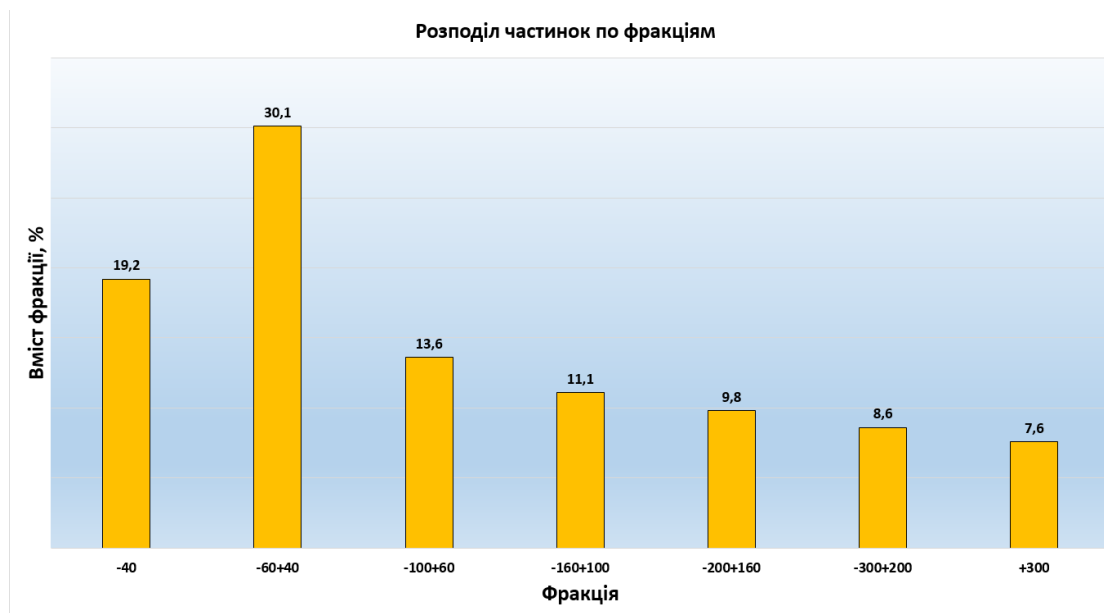


Рисунок 3.1 – Гістограма розподілу частинок по фракціям

3.2 Хімічний аналіз

Аналіз результатів хімічного складу оксидних мікросфер свідчить про присутність таких основних елементів як бор, кисень, кремній, алюміній, калій та залізо. Їх вміст становить більше 1 мас.% (таблиці 3.1 та 3.2). Слід зазначити, що вміст бору понад 10 мас.% (таблиця 3.1) вищий для вихідних мікросфер у порівнянні з фракцією +200 мкм близько 6 мас.% (таблиця 3.2). Присутність бору може свідчити про аморфну боросилікатну склофазу яка

характерна для оксидних мікросфер. Отримані дані хімічного аналізу слід врахувати при аналізі фазового складу оксидних мікросфер.

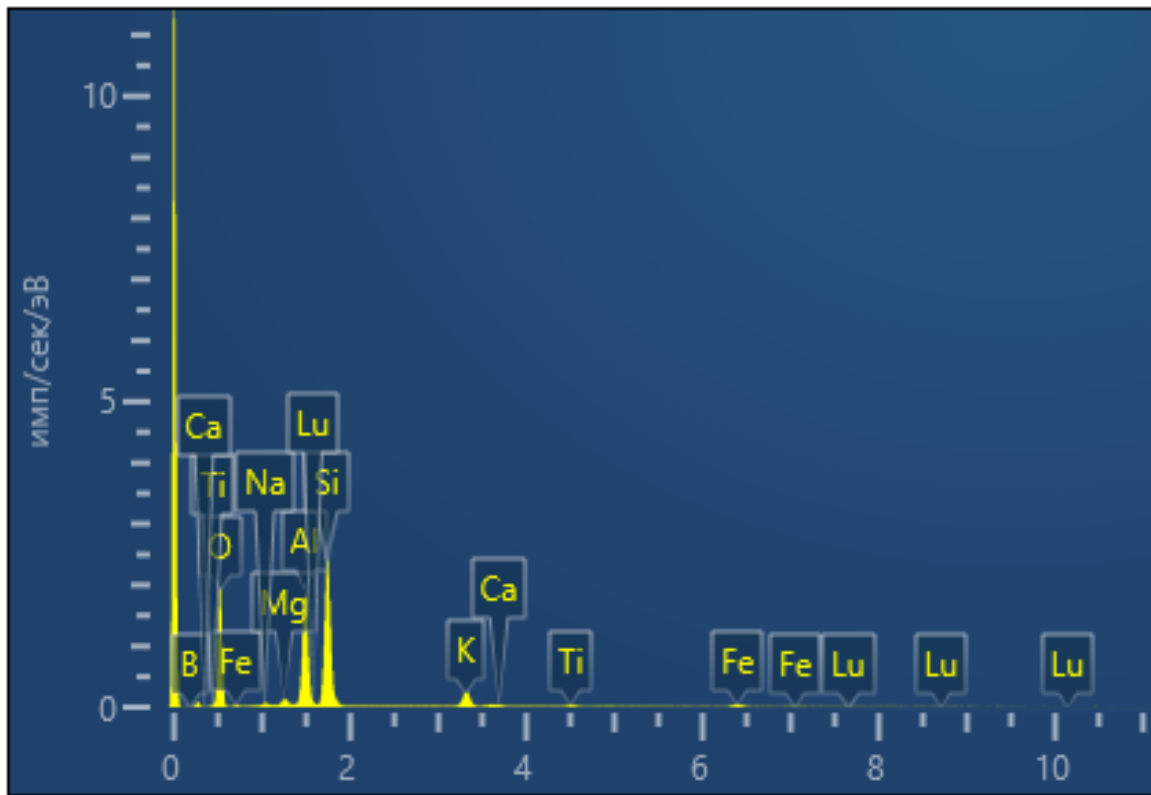


Рисунок 3.2 – Рентгенівський спектр вихідних оксидних мікросфер

Таблиця 3.1 – результати хімічного аналізу оксидних мікросфер фракція +200 мкм

Елемент	Вага, %
B	10.42
O	49.84
Al	13.64
Si	19.33
K	3.05
Mg	0.76
Fe	1.58
Ti	0.52
Na	0.47
Ca	0.31
Lu	0.08
Всього	100

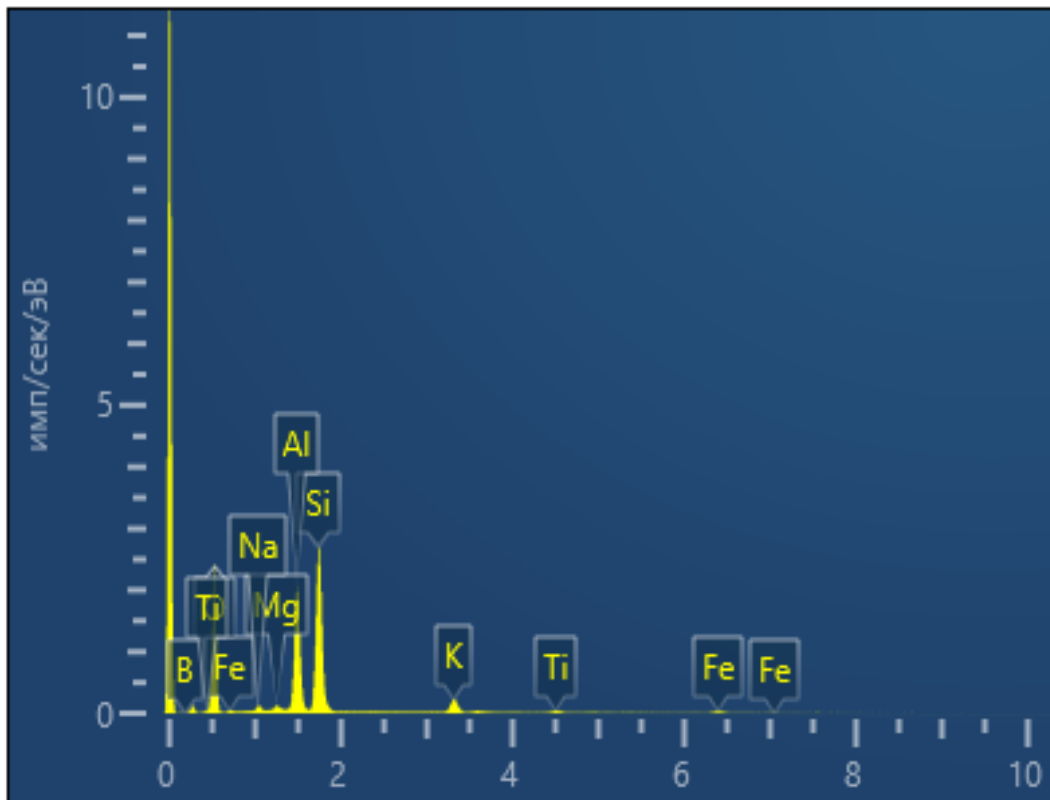


Рисунок 3.3 – Рентгенівський спектр оксидних мікросфер фракція +200 мкм

Таблиця 3.2 – результати хімічного аналізу оксидних мікросфер фракція +200 мкм

Елемент	Вага, %
B	6.72
O	53.33
Al	13.75
Si	20.48
K	2.55
Mg	0.51
Fe	1.08
Ti	0.61
Na	0.98
Всього	100

3.3 Рентгенофазовий аналіз

Відповідно до рентгенофазового аналізу у вихідних оксидних мікросферах присутні фази $Al_2(Al_{2.8} Si_{1.2}) O_{9.6}$, $Mg_2(SiO_4)$, Fe_2O_3 , Ti_4O_7 . Однак, на рентгенограмі (рис. 3.4) немає боромісткої фази, це тому, що ця фаза аморфна. Згідно з літератури, домішки оксиду алюмінію, кремнію та інших елементів, присутніх в природному вугіллі, при високій температурі утворюють складні силікати, що приймають сферичну форму. Ці літературні дані співпадають з отриманими експериментальними.

Посилаючись на таблицю 3.3 можна побачити, що для фракції порошку -40 найбільше присутня аморфна фаза - 70%, відповідно найменш присутня кристалічна фаза – 30%. Для фракції порошку +300 найбільше присутня кристалічна фаза – 78%, відповідно найменш присутня аморфна фаза – 22%. Слід зазначити, що рентгенофазовий аналіз узгоджується з хімічним складом вихідних мікросфер, а також мікросфер з фракцією +200 мкм. Можна стверджувати, що зі збільшенням розмірів мікросфер відбувається зниження вмісту аморфної фази (таблиця 3.3), яка формується за рахунок вмісту бору – боросилікатне скло.

Відповідно до діаграми стану системи $Al_2O_3-SiO_2$ з літературного огляду (рис. 1.2), можна побачити, що згідно цій діаграмі хімічна сполука муліт $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ плавиться конгруентно при $1910^\circ C$ і утворює дві евтектики: одну з SiO_2 при $1585^\circ C$ і другу у вигляді твердого розчину з Al_2O_3 при $1850^\circ C$. Тому утворюється фаза $Al_2(Al_{2.8} Si_{1.2}) O_{9.6}$.

Таблиця 3.3 – Структура та фазовий склад оксидних мікросфер

Фракція	Вміст фракції, %	Фазовий склад оксидних мікросфер, мас%				
		$\text{Al}_2(\text{Al}_{2.8}\text{Si}_{1.2})\text{O}_{9.6}$	$\text{Mg}_2(\text{SiO}_4)$	Fe_2O_3	Ti_4O_7	Аморфна фаза
-40	19,2	21	4	3	2	70
-60+40	30,1	44	5	3	3	45
-100+60	13,6	42	6	4	4	44
-160+100	11,1	51	5	2	2	40
-200+160	9,8	56	6	3	2	33
-300+200	8,6	60	7	4	4	25
+300	7,6	69	5	2	2	22
вихідний	100	25	6	3	2	64

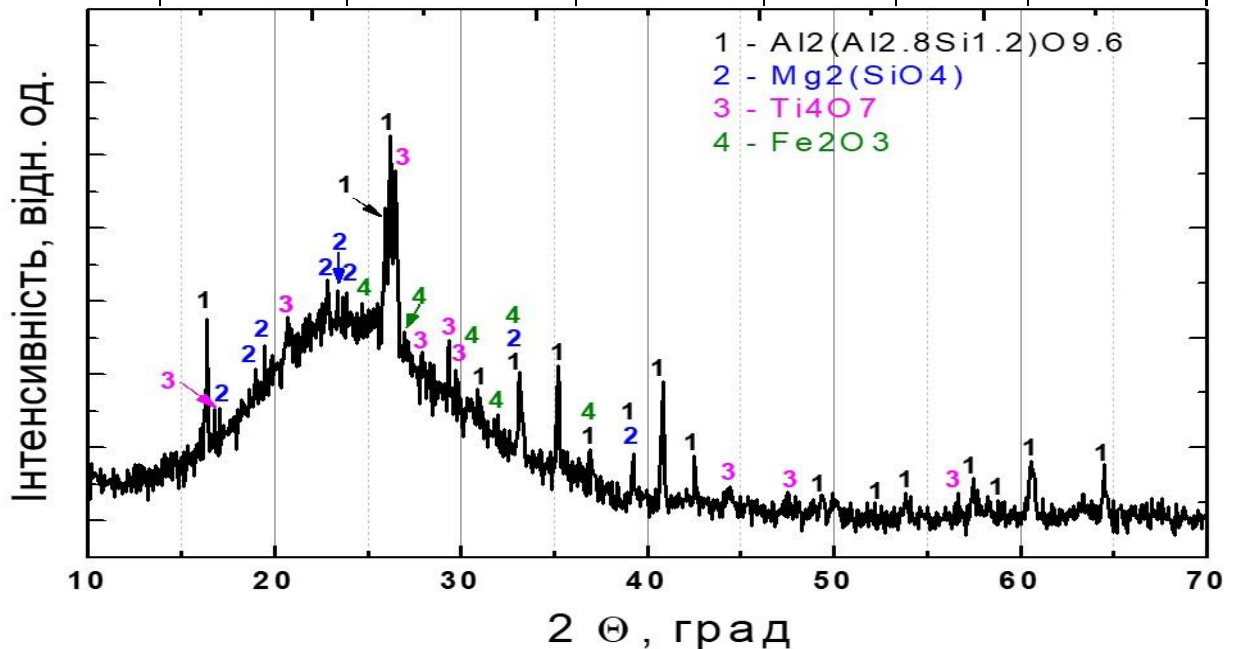
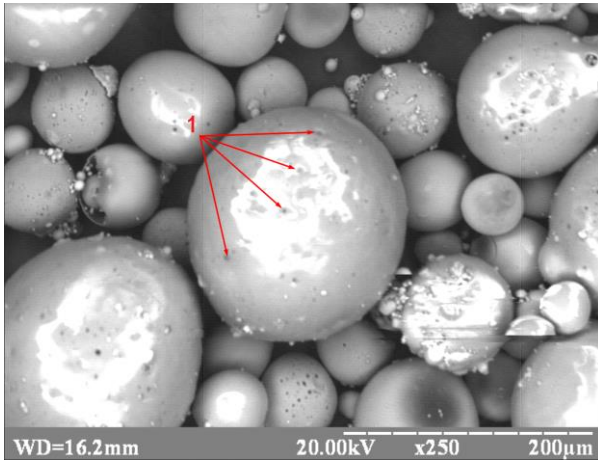


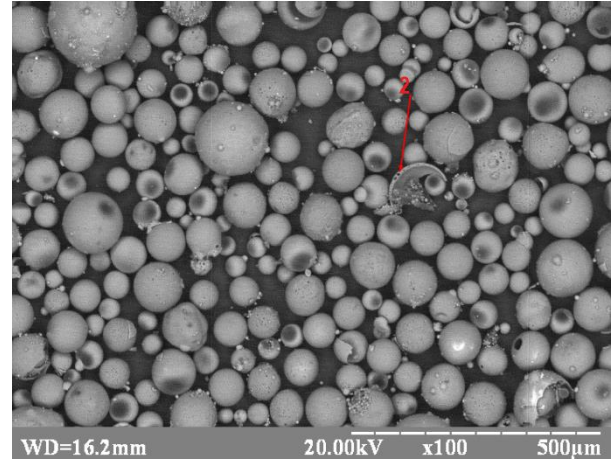
Рисунок 3.4 – Результати рентгеноструктурних досліджень вихідних (до просіювання) мікросфер

3.4 Мікроструктурний аналіз

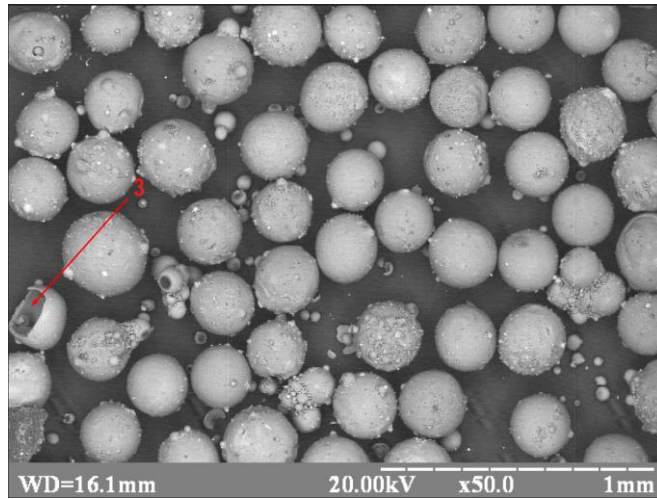
Мікроструктури мікросфер зображені на рис. 3.5 а-в. Чітко видно, що мікросфери - порожнисті полі кульки сферичної форми. На рисунку 3.5 (а) можна побачити пори мікросфер. На рисунку 3.5 (б) добре видно тонкі пористі стінки. На рисунку 3.5 (в) видно, що мікросфери всередині порожні.



а



б



в

1 – пори; 2 – порожнисті стінки; 3 – порожня середина кульки

Рисунок 3.5 – Мікроструктура мікросфер

4 ОРГАНІЗАЙЦІЙНО – ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ

4.1 Науково-технічна актуальність НДР

Якість та економічність - це два напрями розвитку, які, на перший погляд, суперечать одне одному, при більш детальному аналізі виявляються тісно пов'язаними. Одними з основних показників якості сучасних теплоізоляційних матеріалів: висока пористість, мала середня густина і низька теплопровідність. Матеріали, які мають високі значення цих показників є конкурентоздатними і перспективними, але рівень самих показників постійно змінюється.

Застосування теплоізоляційних матеріалів призводить до економії основних будівельних матеріалів (цементу, металу, деревини, кераміки), до зменшення товщини і маси стін і інших захисних конструкцій, скорочення витрат праці, транспортних витрат і, врешті, до зниження вартості будівництва. Крім того, використання їх скорочує втрати тепла і витрати палива на опалювання будівель і технологічні процеси.

Таким чином, дослідження мікросфер як теплоізоляційного матеріалу є важливим внеском у розвиток науково-технічного прогресу.

4.2 Розрахунок витрат на проведення НДР

Розрахунок усіх витрат на НДР, пов'язаних з виконанням даної теми, дає можливість встановити кошторисну вартість даної теми. Планування забезпечує зниження трудових і матеріальних витрат з метою отримання найкращих результатів за найменших витрат [15].

- заробітна плата науково-дослідницького персоналу;
- єдиний соціальний внесок;
- вартість спецобладнання для виконання НДР;
- витрати на службові відрядження;
- інші прями не враховані витрати по темі;
- накладні витрати.

4.2.1 Витрати на оплату праці

Розрахунок заробітної плати науково-виробничого персоналу базується на визначенні трудомісткості робіт окремих виконавців та їхньої денної заробітної плати (враховуючи кількість виконавців, їхню кваліфікацію і завантаженість роботою на різних етапах НДР).

У виконанні нашої НДР приймали участь чотири виконавці: провідний науковий співробітник, старший науковий співробітник, інженер-дослідник та лаборант.

Таблиця 4.1 – Трудомісткість робіт по темі

Найменування робіт по темі дослідження	Трудомісткість за виконавцями, людино-днів	
	Старший науковий співробітник	Інженер-дослідник
1	2	3
1. Уточнення та конкретизація завдань по темі дослідження	2	3
2. Аналіз науково-технічних публікацій з теми	4	12
3. Підготування матеріалу	1	1
4. Визначення технологічних властивостей	4	6
5. Хімічний аналіз	2	4
6. Рентгенофазовий аналіз	2	4
7. Мікроструктурний аналіз	2	4
8. Обробка отриманих даних та обговорення результатів	4	8
9. Оформлення записки	-	10
10. Обговорення результатів НДР	2	6
Разом за виконавцями теми	23	58

Таблиця 4.2 – Розрахунок витрат на оплату праці

Посада виконавців теми	Планова трудомісткість, люд-днів	Заробітна плата, грн		
		Посадовий місячний оклад	Середньоденна зарплата	Усього за виконавцями
1. Старший науковий співробітник	23	12 612	594,90	13682,70
2. Інженер-дослідник	58	6 474	305,37	17711,46
Разом оплата праці з теми				31394,16

4.2.2 Визначення розміру єдиного соціального внеску

Єдиний соціальний внесок визначається у відсотках від загального фонду заробітної плати виконавців з теми. Норматив відрахувань необхідно брати в розмірі 22% загального фонду заробітної плати.

$$\text{ЄСВ} = 31394,16 * 0,22 = 6906,71 \text{ грн.}$$

4.2.3 Матеріали необхідні для проведення досліджень

Витрати на матеріали, які необхідні для проведення даної НДР вираховуються виходячи із ціни загальної кількості використаного матеріалу. Результати розрахунків зведені в таблиці 4.3.

Таблиця 4.3 – Розрахунки витрат на матеріали

Найменування матеріалу	Одиниця виміру	Кількість	Ринкова ціна за одиницю, грн.	Сума, грн.
Оксидні мікросфери	кг	1	10,00	10,00
Загальні витрати на матеріали				10,00

Транспортно–підготовчі витрати T_B складають 10% від вартості використаних матеріалів:

$$T_B = 10 \cdot 0,1 = 1 \text{ грн.}$$

Таким чином, загальна вартість матеріалів складає:

$$V_M = 10 + 1 = 11 \text{ грн.}$$

4.2.4 Витрати на спеціальне обладнання

В роботі використовуються вже існуюче обладнання: рентгенівський дифрактометр Ultima 4, PEM106, Oxford X-Max20. Спеціальне устаткування для виконання НДР не закуповувалось.

4.2.5 Вартість послуг сторонніх організацій

У виконанні даної НДР сторонні організації участі не приймали.

4.2.6 Витрати на службові відрядження

Всі роботи проводились безпосередньо в лабораторіях кафедри високотемпературних матеріалів та порошкової металургії, тому витрати на виробничо–наукові відрядження не передбачені.

4.2.7 Інші прямі витрати на НДР

Ця стаття поєднує в собі всі витрати на проведення НДР, що не увійшли до попередніх статей (оплата консультацій спеціалістів з інших організацій, використання обладнання інших організацій та інше). При проведенні даної

роботи інші прямі V_1 витрати складають 10% від суми визначених прямих витрат на НДР:

$$I_B = (31394,16 + 6906,71 + 11) \cdot 0,1 = 3831,18 \text{ грн.}$$

4.2.8 Накладні витрати

За цією статтею плануються витрати на заробітну плату управлінського та загальногосподарського персоналу, витрати на допоміжні виробництва, на охорону праці та техніку безпеки, утримання виробничої площі, утримання й експлуатацію універсального обладнання для експериментальних цілей тощо. Накладні витрати складають 20% від суми всіх прямих витрат по НДР:

$$H_B = (31394,16 + 6906,71 + 11 + 3831,18) \cdot 0,2 = 8428,61 \text{ грн.}$$

4.2.9 Розроблення планової калькуляції кошторисної вартості теми

Планова кошторисна вартість НДР визначається як сума витрат за окремими статтями калькуляції. Результати визначення вартості наведені у таблиці 4.4.

Таблиця 4.4 – Планова калькуляція кошторисної вартості НДР

Найменування статей витрат	Сума, грн	Обґрунтування
1	2	3
1.Витрати на оплату праці	31394,16	Відповідно до розрахунків
2.Єдиний соціальний внесок	6906,71	22,0 % від загальних витрат на оплату праці
3.Матеріали для проведення досліджень	11	Відповідно до розрахунків
4.Енергоносії для проведення досліджень	–	Відповідно до розрахунків (у нашому випадку включаються у статтю накладні витрати)

Продовження таблиці 4.4

5. Спецобладнання для наукових цілей	–	Відповідно до розрахунків (у нашому випадку включаються у статтю накладні витрати)
6. Вартість послуг сторонніх організацій	–	За договором із сторонніми організаціями (у нашому випадку включаються у статтю накладні витрати)
7. Витрати на службові відрядження	–	Відповідно до розрахунків (у нашому випадку не передбачено)
8. Інші невраховані прямі витрати по темі	3831,18	10 % від суми прямих розрахованих витрат по темі
9. Накладні витрати	8428,61	Відповідно до нормативів організації-виконавця теми (у нашому випадку 20 % від суми прямих витрат)
10. Усього витрат по темі	50571,66	Сума попередніх статей

4.3 Науково-технічна ефективність НДР

Дана НДР являє собою частину комплексної теми, у зв'язку з цим розрахунок прямої ефективності її результатів не виконується. У цьому випадку можна застосувати оцінку умовної ефективності по окремих її характеристиках:

- важливість розробки (K_1);
- можливість використання результатів розробки (K_2);
- теоретичне значення та рівень новизни (K_3);
- складність дослідження (K_4).

Коефіцієнт K_1 може приймати наступні значення:

- а) ініціативна робота, яка не входить до складу комплексної програми та не є завданням директивних органів – 1 бал;
- б) робота виконується за угодою про науково-технічне співробітництво – 3 бали;
- в) робота являє собою частину відомчої програми – 5 балів;

г) робота являє собою частину комплексної міжвідомчої програми з елементами впровадження результатів – 7 балів;

д) робота є частиною міжнародної комплексної програми – 8 балів.

Коефіцієнт K_2 може приймати такі значення:

а) результати розробки можна використати тільки в даному підрозділі – 1 бал;

б) результати розробки можуть бути використані тільки однією організацією – 3 бали;

в) результати розробки можуть бути використані декількома організаціями – 5 балів.

г) результатами розробки можуть користуватися в масштабах однієї галузі – 8 балів;

д) результатами розробки можуть користуватися у різних галузях – 10 балів.

Коефіцієнт K_3 може приймати такі значення:

а) робота являє собою аналіз, узагальнення або класифікацію відомої інформації, подібні результати раніше були відомі в досліджуваній галузі – 2 бали;

б) під час виконання роботи отримана нова інформація, яка доповнює уявлення про сутність досліджуваних процесів – 3 бали;

в) внаслідок виконання роботи отримана нова інформація, яка частково змінює уявлення про природу досліджуваних процесів – 5 балів;

г) внаслідок виконання НДР створені нові теорії, методики тощо – 6 балів;

д) отримана інформація формує принципово нові уявлення, які не були відомі раніше – 8 балів.

Коефіцієнт K_4 може приймати такі значення:

а) роботу виконує один підрозділ, витрати до 10 000 гривень – 1 бал;

б) роботу виконує один підрозділ, витрати від 10 000 до 50 000 гривень – 3 бали;

в) роботу виконує один підрозділ, витрати від 50 000 до 100 000 гривень – 5 балів;

г) робота виконується декількома підрозділами, витрати від 100 000 до 200 000 гривень – 7 балів;

д) робота виконується декількома організаціями, витрати понад 200 000 гривень – 9 балів.

Загальна бальна оцінка (Б) вираховується перемноженням коефіцієнтів.

$$B = K_1 \cdot K_2 \cdot K_3 \cdot K_4$$

В нашому випадку бальна оцінка ефективності згідно табл. 4.5 становить:

$$B = 8 \cdot 8 \cdot 2 \cdot 5 = 640$$

Таблиця 4.5 – Бальна оцінка ефективності НДР

Показник оцінки ефективності НДР	Умовне позначення показника	Характеристики даної роботи	Кількість балів
1. Важливість розробки	K_1	робота є частиною міжнародної комплексної програми	8
2. Можливість використання результатів розробки	K_2	результатами розробки можуть користуватися в масштабах однієї галузі	8
3. Теоретична значимість та рівень новизни розробки	K_3	робота являє собою аналіз, узагальнення або класифікацію відомої інформації, подібні результати раніше були відомі в досліджуваній галузі	2
4. Складність дослідження	K_4	роботу виконує один підрозділ, витрати від 50 000 до 100 000 гривень	5

Умовний річний економічний ефект науково-дослідної роботи визначається за формулою 4.1:

$$E_{\text{НДР}}^y = 500 \cdot B - E_n \cdot V_{\text{НДР}} \quad (4.1)$$

де 500 – умовна вартість одного балу;

E_n – нормативний коефіцієнт економічної ефективності (може бути в межах 0,1 – 0,3);

$V_{\text{НДР}}$ – сумарні витрати на виконання НДР (підсумок табл. 4.4);

Таким чином, умовний економічний ефект становить:

$$E_{\text{НДР}} = 500 \cdot 640 - 0,2 \cdot 50571,66 = 309885,66 \text{ грн.}$$

Економічна ефективність НДР визначається коефіцієнтом умовної економічної ефективності E_e . Він є відношенням умовного ефекту виконання НДР до сумарних витрат на виконання НДР та розраховується за формулою (4.2):

$$E_e = \frac{E_{\text{НДР}}}{V_{\text{НДР}}} \quad (4.2)$$

$$E_e = \frac{309885,66}{50571,66} = 6,12$$

Коефіцієнт умовної економічної ефективності науково-дослідної роботи становить 6,12 (перевищує одиницю), що свідчить про доцільність її виконання.

5 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

Метою розділу є аналіз небезпечних та шкідливих виробничих факторів при ситовому аналізі, хімічному аналізі, рентгенофазовому аналізі, мікроструктурному аналізі щодо створення безпечних і здорових умов праці на робочих місцях, виключення можливості виробничого травматизму, професійних захворювань, пожеж.

5.1 Характеристика об'єкту та умови його експлуатації

Технологічний процес проводиться в навчальному корпусі № 9, в науково-дослідній лабораторії 020, специфікацію технологічного обладнання та оснащення наведено в таблиці 5.1. Характеристики приміщення в якому знаходиться робоче місце зведені в таблиці 5.2.

Таблиця 5.1. Специфікація технологічного обладнання та оснащення вибраного приміщення

№ п.п.	Найменування	Розміри Д/Ш/В	Основні характеристики	Кількість	Позиція на рисунку
1	Oxford X-Max20	600/200/200	Напруга для електроживлення 220В	1	2.4
2	Rigaku Ultima IV	1100/1630/810	Напруга для електроживлення 220В	1	2.1
3	PEM106	1050/2100/1850	Напруга для електроживлення 220В	1	2.3

Прилад PEM106 розташований в кутку лабораторії біля вікна, де увімкнений у розетку в стіні з напругою 220В. Використання PEM потребує чистого середовища по вимогам експлуатації та хорошого освітлення, так як на мікроскопі продовиться робота високої точності. Для задовільнення потреб біля мікроскопу присутня витяжка в стіні і використовується суміщене

освітлення. При цьому, природнього недостатньо, за умовами зорової роботи, тому воно доповнюється штучним, яке задовольняє ДБН В 2.5-28- 2006 [9]. Природне освітлення в лабораторії - бокове через 2 вікна. Джерелом штучного освітлення є люмінесцентні лампи. Штучне освітлення - комбіноване, тобто світильники розміщені у верхній зоні приміщення (на стелі) рівномірно (загальне штучне освітлення) і на кожному столі встановлено світильник, який концентрує світловий потік безпосередньо на робочих місцях (місцеве освітлення). Для загального штучного освітлення використовуються електричні лампи ЛД-40.

Oxford X-Max20 один з детекторів мікроскопу РЕМ106, тому обладнання розміщене і використовується разом. Окремого джерела живлення не потребує. Джерело іонізуючого випромінювання у приладі відокремлене спеціальним стеклом, тому прилад не несе небезпеки та вимогами до розміщення не обладає.

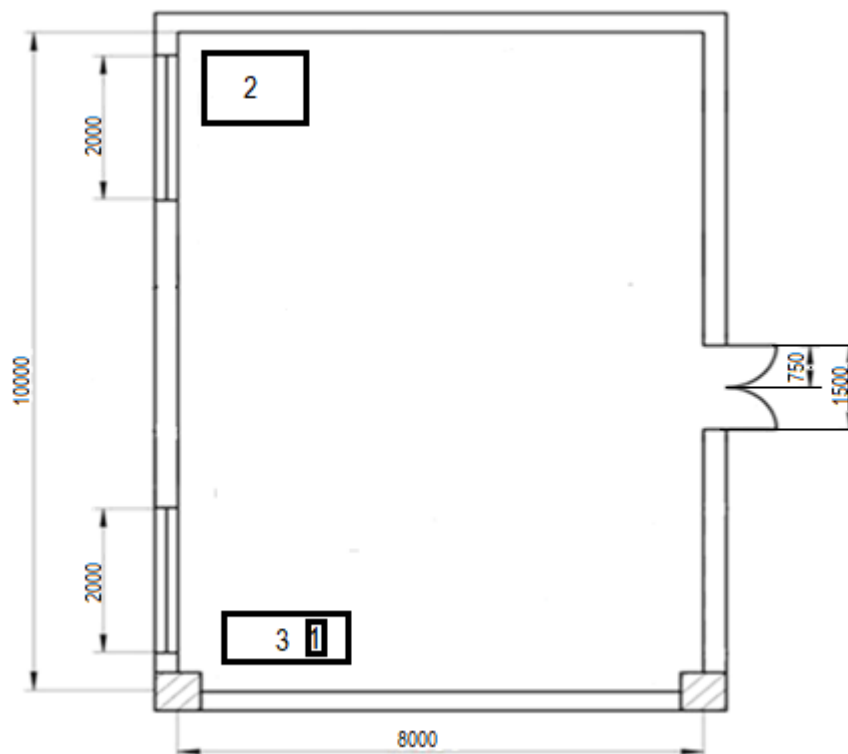
Rigaku Ultima IV розташований у іншому кутку лабораторії біля другого вікна, де увімкнений у розетку в стіні з напругою 220В.

В робочому приміщенні підлога застелена лінолеумом, який від електропровідності. Лінолеум дуже функціональний, він обладає антиковзаючою поверхнею, вологостійкістю, зносостійкий і відповідає вимогам пожежної безпеки.

Робоче приміщення має бетонні стіни, вони мають тривалий термін експлуатації, несхильність до гниття, дії шкідників, утворенню цвілі, корозії, окисленню. Бетонні стіни екологічно безпечні, мають тепло і звукоізоляцію і не проводять струм.

Таблиця 5.2 – Параметри науково - дослідної лабораторії

Довжина, м	10
Ширина, м	8
Висота, м	3,2
Площа, м ²	80
Об'єм, м ³	256



1 – Oxford X-Max20; 2 – Rigaku Ultima IV; 3 – PEM106

Рисунок 5.1 – План дослідної лабораторії 020 із зазначенням робочих місць

В приміщенні працює 2 чоловіки. Таким чином на кожного працюючого припадає 40 м² площі та 178 м³ об'єму. Відповідно до СНиП 2.09.02-85 [10] на одного робітника повинна доводитися не менше 4,5 м² площі і 15 м³ об'єму приміщення.

$$V = V_n / n = 256 / 2 = 178 \text{ м}^3 / \text{люд},$$

$$S = S_n / n = 80 / 2 = 40 \text{ м}^2 / \text{люд}.$$

Порівнявши ці дані, робимо висновок, що розміри приміщення по відношенню до кількості працюючих в ньому людей повністю відповідають оптимальним умовам.

Лабораторія відноситься до 1 групи приміщень за задачами зорової роботи. Так як робота, в основному, пов'язана з вивченням мікроструктур за допомогою мікроскопа і найменший розмір об'єктів розпізнавання при роботі з вимірювальними приладами складає 0,3-0,5 мм.

Добра освітленість робочого місця при такому виді робіт що виконуються має велике значення, так як при довготривалій роботі на погано освітленому робочому місці відбувається послаблення зору, втрата пильності, що, в свою чергу, призводить до неточного виконання роботи, виникнення головного болю.

В світлий час доби (вдень) використовується, в основному, природне освітлення. Що забезпечує добру освітленість внаслідок високої дифузійності, сприятливо впливає на зір та зменшує затрати на електроенергію, тобто економічне. Природне освітлення лабораторії визначається коефіцієнтом природного освітлення згідно ДБН В 2.5-28- 2006 [9].

5.2 Оцінка ключових небезпечних та шкідливих виробничих факторів і розроблення заходів нормалізації умов праці при виконанні роботи технологічного процесу

При виконанні даної роботи основними процесами, що несуть в собі потенціальну небезпеку, є:

- а) дозування порошку;
- б) рентгенівське випромінювання;
- в) іонізуюче випромінювання;
- г) небезпека ураження електричним струмом.

Робота з ситовим аналізом та визначенням насипної щільності, являє собою перемішування і пропуск через сита дрібнодисперсних порошкових частинок, при цьому порошок не змочується. При роботі виникає вугільний

(з домішкою SiO_2 , до 2%) пил, ГДК якого 10 мг/м^3 . Це свідчить, що пил немає отруйних властивостей і не є вибухонебезпечним. Таким чином контакт з порошком є небезпечним і не потребує додаткових захисних засобів.

Наступним кроком являється робота за рентгенівським дифрактометром Rigaku Ultima IV, який має джерело рентгенівського випромінювання. Згідно з паспортом пристрою устаткування не створює небезпечних виробничих факторів і не має вимог спеціальних засобів захисту персоналу. Вплив на працівників шкідливих факторів не перевищує гігієнічних нормативів, встановлених відповідним ГОСТ санітарним правилам.

В растровому електронному мікроскопі РЕМ106 також є джерело іонізуючого випромінювання, яке випромінює радіаційні промені шкідливі для людського організму. Однак в мікроскопі присутнє скло, яке блокує вихід іонізуючого випромінювання, що створює безпечні умови від радіації при роботі за мікроскопом. Згідно з паспортом пристрою, при проведенні калібрування РЕМ, необхідно дотримуватися правил електробезпеки ПОТ Р М-016-2001 [11] і вимоги щодо забезпечення безпеки на робочих місцях по ГОСТ 12.2.061 [12].

У дослідній лабораторії всі прилади електричні, тому присутня небезпека ураження електричним струмом. Використовується порошок який не проводить електричний струм, тому не представляє небезпеки ураження електричним струмом.

5.3 Вентиляція приміщення

Посилаючись на процес дозування порошку і тип порошку, які описані в пункті 5.2, концентрація шкідливих речовин, що впливають на організм людини, в лабораторії в умовах експерименту не перевищує гранично допустимих концентрацій. Вентиляція забезпечується природним шляхом – через нещільності у вікнах, дверях, через отвори. Також у робочу приміщенні присутня витяжка – через канали в стінах.

5.4 Електробезпека

При виконанні роботи застосовується устаткування й апаратура, що живиться напругою з 220 В перемінного струму (частота 50 Гц). Підключення всіх електроприладів у дослідній лабораторії є стаціонарним. Кабелі живлення у приладах мають полімерну ізоляцію – її властивості дозволяють не тільки охороняти жили від замикання, а й захищати їх від механічних пошкоджень, високої вологості та інших зовнішніх факторів. Кабелі розміщені за приладами біля стін, за приладами, тому не мають фізичного контакту з навколишнім середовищем. У лабораторії є вимикач електронапруги на випадок ураження струмом або проблем з приладами. Також присутнє автономне джерело електроживлення. Воно виконує функцію безперервного автономного живлення системи малою напругою. При цьому забезпечується гарантована постійна робота сигналізації та виключається можливість одержання електротравми при експлуатації системи.

Приміщення із огляду небезпеки поразки людини електричним струмом, відноситься до категорії з підвищеною небезпекою

Весь персонал, що обслуговує спеціальне обладнання періодично проходить інструктаж про безпеку, пов'язану з роботою з установками, та способи надання першої до медичної допомоги. Також біля кожної установки прикріплений відповідний плакат з інструкцією та технікою безпеки.

5.5 Пожежна безпека

У технологічному процесі використовується холодний негорючий порошок, обладнання не виділяє променистого тепла, іскор і полум'я, тому відповідно до ОНТП 24-86 [13] приміщення за пожежонебезпекою приміщення лабораторії відноситься до категорії Д, знижена пожежобезпека.

Системи пожежної сигналізації

У лабораторії є ручний сповіщувач, которий являє собою кнопку, за допомогою якого особа, яка виявила пожежу, може подати повідомлення на приймальний прилад або пульт пожежної сигналізації.

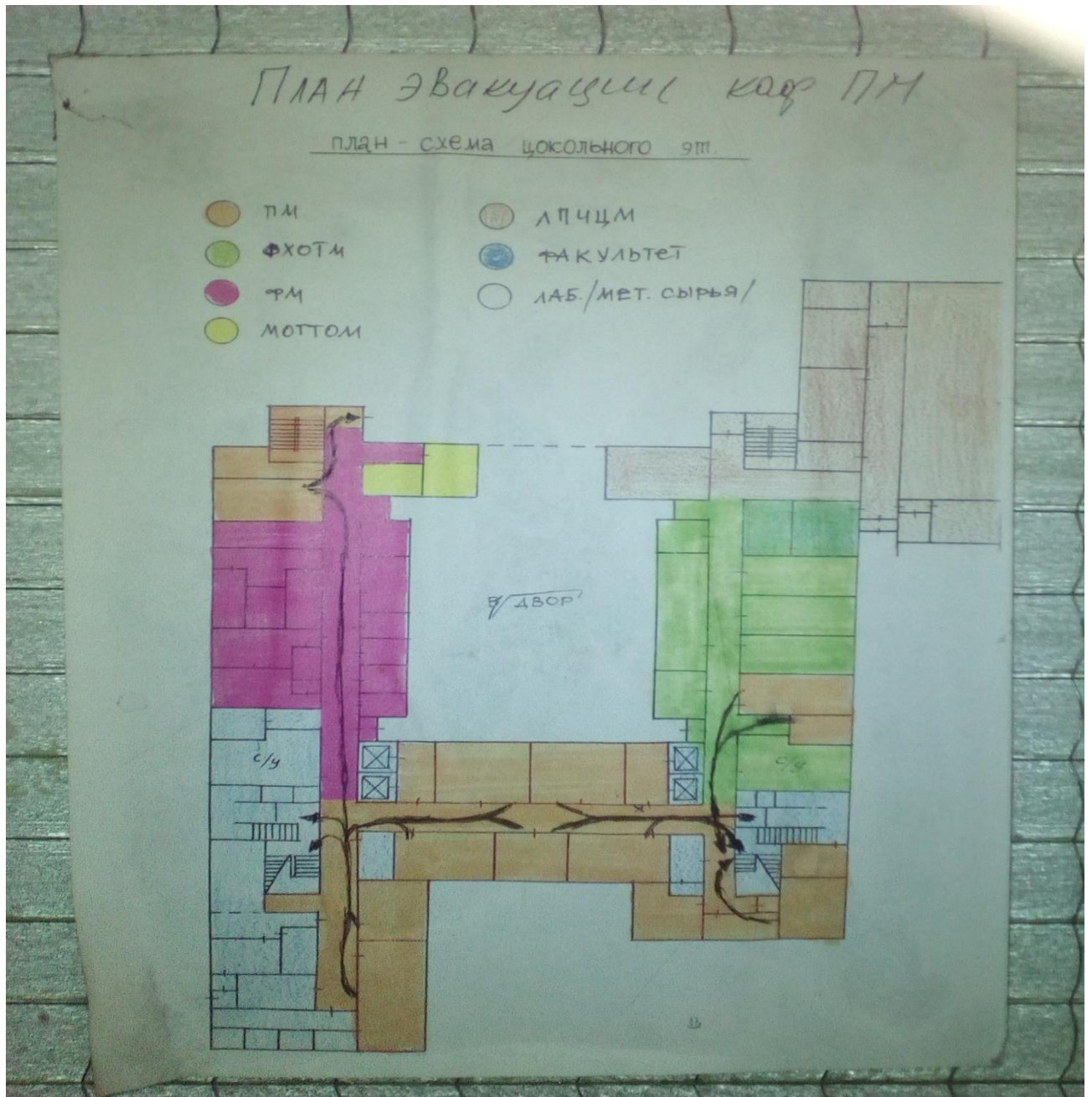


Рисунок 5.2 – План евакуації з приміщення

Проведений аналіз небезпечних та шкідливих виробничих факторів при дослідженні структури та фазового складу оксидних мікросфер показав, що

при роботі з ситовим аналізом контакт з порошком є небезпечним і не потребує додаткових захисних засобів. Прилад Rigaku Ultima IV не створює небезпечних виробничих факторів і не має вимог спеціальних засобів захисту персоналу. REM106 потребує чистого середовища та хорошого освітлення. Також всі прилади електронні і тому потрібно дотримуватись правил електробезпеки.

ВИСНОВОК

В ході роботи було проведено дослідження технологічних властивостей оксидних мікросфер, їх хімічний аналіз, рентгенофазний аналіз і мікроструктурний аналіз та встановлено:

1) фракційний склад оксидних мікросфер за допомогою ситового аналізу. Показано що найбільший вміст (30,1%) має фракція -60+40, а найменший вміст (7,6%) має фракція +300;

2) хімічний склад оксидних мікросфер показав присутність таких основних елементів: Al, Si, Ti, O, Mg;

3) визначено фазовий склад як вихідних мікросфер так і кожної фракції. Показано, що найбільший вміст аморфної фази (70%) знаходиться у фракції -40, а найменший вміст аморфної фази (22%) знаходиться у фракції +300.

4) мікроструктурний аналіз показав, що мікросфери це полі кульки, з тонкими стінками, порожні у середині.

5) показано, що зі збільшенням розмірів оксидних мікросфер з меншується вміст легкоплавкої аморфної боросилікатної фази, вміст якої, імовірно, і буде визначати робочу температуру теплозахисту, виготовленого з оксидних мікросфер.

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Ценосфери [Электронный ресурс] // Википедия: свободная энциклопедия [офиц. вебсайт]. – Электрон. данные. – [2020]. – Режим доступа:
<https://uk.wikipedia.org/wiki/%D0%A6%D0%B5%D0%BD%D0%BE%D1%81%D1%84%D0%B5%D1%80%D0%B8>. – Назва з екрану. – Дата перегляду: 15.06.2020.
2. Теплоизоляционные материалы [Электронный ресурс] // twirpx [офиц. вебсайт]. – Электрон. данные. – [2020]. – Режим доступа:
<https://www.twirpx.com/file/142667/>. – Назва з екрану. – Дата перегляду: 15.06.2020.
3. Христофорова И.А., Сысоев Э.П., Савельев В.Г. Х93 Диаграммы состояния гетерогенных систем: Практикум / Владим. гос. ун-т. Владимир, 2002. 68 с.
4. Либенсон Г.А. Основы порошковой металлургии. Металлургия; Москва, 1975.
5. Бокай Г.Б., Порай-Кошиц М.А., Рентгеноструктурный анализ, Москва, 1964.
6. Том 3. Методы исследования структурно-фазового состояния материалов/ Н.В. Волков, В.И. Скрытный, В.П. Филиппов, В.Н. Яльцев. – Москва: МИФИ, 2008. – 808 с.
7. Г. Н. Давидович, А. Г. Богданов. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ, пер. с англ., т. 1-2, г. - Москва, 1984.
8. Блохин М.А., Методы рентгеноспектральных исследований, Москва, 1959.
9. ДБН В 2.5-28- 2006. Природне і штучне освітлення.
10. СНиП 2.09.02-85. изд. 1991г. Производственные задания. Строительные нормы и правила.

11. ПОТ Р М-016-2001. Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (с Изменениями и дополнениями).
12. ГОСТ 12.2.61. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам.
13. ОНТП 24-86. Определение категорий помещений и заданий по взрывопожарной и пожарной опасности.