


| | |
|---|---|
|  | Силабус навчальної дисципліни “Фізико-технологічні основи отримання керамічних матеріалів” |
| Напрямок підготовки | Доктор філософії |
| Галузь знань | 13 Механічна інженерія |
| Спеціальність | 132 Матеріалознавство |
| Освітньо-наукова програма | «Монокристалічні, керамічні та наноструктурні матеріали» |
| Статус дисципліни | Вибіркова |
| Семестр | 3-4 |
| Кількість кредитів ЄКТС | 12 |
| Форма підсумкового контролю | Залік + екзамен |
| Викладачі | <p>Явецький Роман Павлович, доктор технічних наук, професор, старший дослідник, завідувач відділу Інституту монокристалів Національної академії наук України CV: https://isc.kharkov.ua/wp-content/uploads/2023/01/cv_yavetskiy.pdf e-mail: yavetskiy@isc.kharkov.ua , roman.yavetskiy@gmail.com Scopus: https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=8287747500 тел. роб.: 341-02-77</p> <p>Вовк Олена Олександрівна, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, старший науковий співробітник Інституту монокристалів Національної академії наук України CV: https://isc.kharkov.ua/wp-content/uploads/2023/01/cv_vovk.pdf e-mail: vovk@isc.kharkov.ua, ov2017@gmail.com Scopus: https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7003399252 тел. роб.: 341-04-01</p> |
| Анотація навчальної дисципліни | Ознайомлення аспірантів з основами теорії отримання керамік, структурними дефектами та властивостями керамік, фізико-хімічними та технологічними основами методів отримання керамік, залежності фізичних властивостей керамік від умов отримання, основними областями застосування керамік.. |
| Загальний обсяг | 360 годин: лекції – 80 годин; практичні заняття – 40 годин; самостійна робота – 240 годин |
| Заплановані результати навчання | Згідно з вимогами освітньо-наукової програми аспіранти повинні досягти таких результатів навчання: - розуміти фізичні принципи отримання прозорих керамік; - знати технології спікання та залежність властивостей від методів отримання керамічних матеріалів; - знати сучасні методи дослідження властивостей керамічних матеріалів; |

- вміти синтезувати керамічні матеріали та визначати їх фізичні властивості.

Тематичний план навчальної дисципліни

Вступ.

В.1. Загальна характеристика та застосування прозорої кераміки. Фактори, що впливають на оптичну прозорість. Прозора кераміка на основі ізотропних та анізотропних матеріалів. Визначення рівней прозорості. В.2. Історія створення оптичної кераміки, аналіз стану і перспективи виробництва оптичних елементів з прозорої кераміки. Основні типи керамічних лазерних елементів.

Розділ 1. Основні етапи технології кераміки.

Тема 1. Методи отримання вихідних нанопорошків.

1.1. Особливості структури та властивості нанопорошків. Фізико-хімічні основи отримання нанопорошків та нанопорошкових композицій для оксидної оптичної кераміки. Метод хімічного співосадження для отримання нанопорошків (гомогенне, гетерогенне). Хімічне співосадження нанопорошків на прикладі оксиду ітрію. 1.2. Хімічні методи отримання нанопорошків (гліцин-нітратний метод, піроліз у полум'ї). 1.3. Методи отримання вихідних нанопорошків (дезінтеграція). Процеси дезінтеграції. Типи млинів. Вплив параметрів помелу на властивості порошоків. Дезінтеграція на прикладі оксидних сполук YAG та Y₂O₃.

Тема 2. Методи компактування нанопорошків.

2.1. Одновісне пресування. Стадії/механізми компактування порошоків. Щільне пакування сфер. Грануляція частинок, прес-порошок. Пластифікатори. 2.2. Холодне ізостатичне пресування. Технологічне обладнання для пресування нанопорошків. Приклади формування оксидних порошоків методом ХІП. 2.3. Колоїдні методи формування. Загальні фізико-хімічні властивості колоїдних систем. Стабілізація суспензій. Типи колоїдного формоутворення (шлікерне литво, литво під тиском, литво стрічок).

Тема 3. Фізико-технологічні основи отримання прозорої кераміки.

3.1. Фізичні процеси, які відбуваються при спіканні. Дефекти та дифузія у кристалічних матеріалах. Етапи спікання – початковий, проміжний та фінальний. 3.2. Основні методи спікання (твердотільне, рідкофазне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, реакційне спікання). 3.3. Еволюція мікроструктури при спіканні. Ріст зерен, нормальний та аномальний. Принципи керування мікроструктурою кераміки. 3.4. Видалення залишкової пористості. Траєкторія спікання. Способи інтенсифікації дифузійних процесів при спіканні. Домішки, що активують процес спікання кераміки. 3.5. Вакуумне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, іскрове спікання. Технологічне обладнання для спікання кераміки.

Розділ 2. Фізико-хімічні основи твердофазного синтезу.

Тема 4. Кінетика твердофазних реакцій.

4.1. Твердофазні матеріали. Загальні принципи твердофазних реакцій та їх експериментальне здійснення. 4.2. Гомогенізація, сумісне осадження як прийом інтенсифікації твердофазних реакцій. 4.3. Особливості кінетики реакцій з участю твердих фаз. Методи вивчення кінетики твердофазних реакцій. Формальне рівняння кінетики та способи визначення його параметрів. Дифузні моделі. Кінетика твердофазних реакцій у полідисперсних системах. Моделі реакцій, що лімітуються процесами на границі розділу фаз. Модель зародкоутворення. Енергія активації твердофазних реакцій.

Тема 5. Механізми твердофазних реакцій.

5.1. Фізико-хімічні фактори, що визначають механізми твердофазних реакцій. Методи дослідження механізму твердофазних реакцій. 5.2. Дифузія в твердих тілах. Вплив дефектів нестехіометрії на швидкість та механізм твердофазної взаємодії. 5.3. Механізм твердофазних перетворень без зміни складу. Перетворення першого та другого роду. Моноклорні та енантіотропні перетворення. 5.4. Термічні методи аналізу при проведенні твердофазних реакцій: диференціально-термічний, термогравиметричний, дилатометричний.

Розділ 3. Основні види прозорої кераміки: технологія отримання і властивості.

Тема 6. Прозора кераміка конструкційного призначення.

6.1. ІЧ-прозорі керамічні матеріали ($MgAl_2O_4$, ALON, Y_2O_3 , Y_2O_3-MgO). Вікна прозорості, теплова емісія, стійкість до екстремальних умов експлуатації. 6.2. Кристалічна структура, фізичні властивості та особливості технології виготовлення ІЧ-прозорої кераміки $MgAl_2O_4$. 6.3. Процеси виготовлення оптичної кераміки Y_2O_3 . Механізми спікання, домішки, що сприяють консолідації. Основні області практичного застосування – вікна технологічних апаратів, обтічники ракет з тепловим наведенням. 6.4. Особливості технології виготовлення нанопорошків та композитної кераміки Y_2O_3-MgO методами іскрового спікання та гарячого пресування.

Тема 7. Наноструктурована кераміка.

7.1. Наноструктуровані матеріали. Об'ємні наноструктуровані матеріали. Класифікація. Методи консолідації. 7.2. Фізико-механічні властивості нанокерамік. Вплив домішок на механічні властивості наноструктурованих керамік. 7.3. Оптично-прозора наноструктурована кераміка. Принципи формування та методи отримання. Фізичні властивості оптичної нанокераміки.

Тема 8. Фазові перетворення на границях зерен.

8.1. Зернограничні фази (комплексони) – визначення, властивості. Енергія границь зерен. 8.2. Діаграми комплексонів в оксидних системах. 8.3. Приклади комплексонів та комплексонних фазових переходів в практично-значущих кераміках на основі оксидних систем.

Тема 9. Лазерна кераміка.

9.1. Взаємодія електромагнітного випромінювання з речовиною. Активні лазерні іони, лазерні матриці. 9.2. Фактори, що впливають на оптичне пропускання прозорої кераміки. Основні типи оксидної лазерної кераміки (RE_2O_3 , $Y_3Al_5O_{12}$). 9.3. Лазерна кераміка $Y_3Al_5O_{12}$. Спікання нанопорошків $Y_3Al_5O_{12}$ у твердій фазі. Реакційне спікання кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. 9.4. Роль оксиду кремнію при отриманні лазерної кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. Інші домішки, що сприяють спіканню кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. 9.5. Спектроскопічні властивості кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. Лазерні

характеристики кераміки $Y_3Al_5O_{12}:Nd^{3+}$. Композитні лазерні елементи. Перспективи застосування оптичної кераміки.

Розділ 4. Методи дослідження властивостей прозорої кераміки.

Тема 10. Структурні дослідження оптичної кераміки.

10.1. Дослідження параметрів кристалічної структури методом рентгенівської дифракції. Тверді розчини заміщення. Правило Вегарда. 10.2. Дослідження мікроструктури кераміки методами електронної мікроскопії. Визначення середнього розміру зерен кераміки. Дослідження хімічного складу кераміки методами рентгенівського мікроаналізу. 10.3. Дослідження структурно-фазового стану кераміки на нанорівні методами просвічуваної мікроскопії. Фізичні методи дослідження границь зерен. Фазові переходи на границях зерен.

Тема 11. Дослідження фізичних властивостей прозорої кераміки.

11.1. Методи визначення залишкової пористості оптичної кераміки. 11.2. Дослідження фізико-механічних властивостей кераміки (мікротвердість, в'язкість руйнування, тріщиностійкість). Ефект Хола-Петча. 11.3. Методи дослідження оптичних властивостей прозорої кераміки. Спектрально-люмінесцентні властивості полікристалічних матеріалів. 11.4 Резонатор, квантовий генератор, квантрон. Визначення лазерних характеристик кераміки.

Структура навчальної дисципліни

| Розділи і теми | Кількість годин | | | |
|---------------------|-----------------|--------------|-----------|-----------|
| | усього | у тому числі | | |
| | | лекції | практика | сам. роб. |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Розділ 1 | | | | |
| Вступ | | 4 | | 10 |
| Тема 1. | | 6 | 10 | 20 |
| Тема 2. | | 6 | 6 | 20 |
| Тема 3. | | 10 | 10 | 20 |
| Разом за розділом 1 | 122 | 26 | 26 | 70 |
| Розділ 2 | | | | |
| Тема 4. | | 5 | | 20 |
| Тема 5. | | 5 | | 20 |
| Разом за розділом 2 | 50 | 10 | | 40 |
| Залік | | | | |
| Залік | 6 | | | 6 |
| Розділ 3 | | | | |
| Тема 6. | | 8 | | 10 |
| Тема 7. | | 6 | | 20 |
| Тема 8. | | 6 | | 10 |
| Тема 9. | | 10 | | 20 |
| Разом за розділом 3 | 90 | 30 | | 60 |

| Розділ 4 | | | | |
|---------------------|------------|-----------|-----------|------------|
| Тема 10. | | 6 | 8 | 14 |
| Тема 11. | | 8 | 6 | 20 |
| Разом за розділом 4 | 62 | 14 | 14 | 34 |
| Екзамен | | | | |
| Екзамен | 30 | | | 30 |
| Усього годин | 360 | 80 | 40 | 240 |

Теми практичних занять

| № з/п | Назва теми | Кількість годин |
|-------|---|-----------------|
| 1.1 | Розрахунок компонентів для отримання порошків різних керамічних матеріалів. | 3 |
| 1.2 | Синтез нанопорошків гліцин-нітратним методом | 3 |
| 1.3 | Синтез нанопорошків методом високоенергетичного помелу | 4 |
| 2.1 | Компактування порошків методом холодного одновісного пресування | 2 |
| 2.2 | Виготовлення форм для шлікерного литва. Компактування порошків методом шлікерного литва. | 4 |
| 3.1 | Процес виготовлення керамічних матеріалів методом вакуумного спікання. Запуск вакуумної печі. | 5 |
| 3.2 | Процес виготовлення керамічних матеріалів методом вакуумного спікання. Ізотермічне спікання. | 5 |
| 4.1 | Мікроструктурний аналіз керамічного матеріалу методом оптичної мікроскопії | 2 |
| 4.2 | Мікроструктурний аналіз керамічного матеріалу методом електронної мікроскопії | 2 |
| 4.3 | Визначення середнього розміру зерен кераміки методом січних. | 4 |
| 5.1 | Визначення оптичного пропускання кераміки та лінійних оптичних втрат. | 3 |
| 5.2 | Визначення мікротвердості кераміки методом індентування. | 3 |
| | Разом | 40 |

Методи контролю

Поточний контроль:

Перевірка розуміння аспірантами теоретичного та практичного програмного матеріалу в цілому, здатність творчо використовувати накопичені знання та вміння.

Підсумковий контроль (залік + екзамен).

Схема нарахування балів

| Поточний контроль, самостійна робота, індивідуальні завдання | | | | | | | | | | | Екзамен | Сума | |
|--|----|----|----------|--|----------|----|----|----|----------|-----|---------|------|-------|
| Розділ 1 | | | Розділ 2 | | Розділ 3 | | | | Розділ 4 | | | | Разом |
| T1 | T2 | T3 | T4-T5 | | T6 | T7 | T8 | T9 | T10 | T11 | | | |
| 8 | 8 | 8 | 4 | | 4 | 4 | 4 | 4 | 8 | 8 | 60 | 40 | 100 |

| Шкала оцінювання | | |
|--|---|---------------|
| Сума балів за всі види навчальної діяльності | Оцінка | |
| | для екзамену | для заліку |
| 90 – 100 | відмінно | зараховано |
| 70-89 | добре | |
| 50-69 | задовільно | |
| 1-49 | незадовільно | не зараховано |
| Критерії оцінювання | | |
| <p>Шляхом усного опитування викладач перевіряє розуміння аспірантами теоретичного програмного матеріалу в цілому (оцінюється до 4 балів).</p> <p>Під час практичного заняття перевіряється здатність творчо використовувати накопичені знання та вміння (оцінюється до 4 балів).</p> <p>Залік проводиться після 3-го семестру по матеріалу за темами з 1 по 5. Аспіранту, який набув за результатами поточного контролю в семестрі 28 рейтингових балів, залік зараховується автоматично. Якщо аспірант має менше 28 балів, набуті їм бали за поточний контроль одвоюються, і він/вона складає залік за матеріалом тем 1-5 (питання 1-29).</p> <p>Аспіранти складають екзамен після закінчення навчання за обсягом усього навчального матеріалу.</p> <p>Екзамен та залік оцінюються за наступною системою балів:</p> | | |
| 40 балів | аспірант продемонстрував глибоке знання змісту питання; відповідь побудована лаконічно, чітко, логічно та послідовно; відповідь демонструє високий рівень засвоєння навчального матеріалу | |
| 30-39 балів | аспірант продемонстрував знання змісту питання; відповідь побудована лаконічно та послідовно, проте допущені певні неточності та похибки у логіці викладу матеріалу; | |
| 20-29 балів | аспірант продемонстрував певне знання змісту питання, відповідь є недостатньо послідовною, та логічною; | |
| 10-19 балів | аспірант продемонстрував уявлення з залікового питання, відповідь є фрагментарною, відповідь не послідовна, не логічна, не зовсім відповідає змісту питання | |
| 1-20 балів | відповідь часткова; відповідь не послідовна, не логічна, не зовсім відповідає змісту питання. | |
| 0 балів | відповідь відсутня, або не відповідає змісту питання | |
| Питання до заліку/екзамену | | |
| <ol style="list-style-type: none"> 1. Історія створення оптичної кераміки, аналіз стану і перспективи виробництва оптичних елементів з прозорої кераміки. 2. Прозора кераміка на основі ізотропних та анізотропних матеріалів. Визначення рівней прозорості. 3. Фізико-хімічні основи отримання нанопорошків та нанопорошкових композицій для оксидної оптичної кераміки. 4. Метод хімічного співсаження для отримання нанопорошків (гомогенне, гетерогенне). | | |

5. Хімічні методи отримання нанопорошків (гліцин-нітратний метод, піроліз у полум'ї).
6. Методи отримання вихідних нанопорошків (дезінтеграція).
7. Колоїдні методи формування нанопорошків.
8. Стадії/механізми компактування порошків.
9. Одновісне пресування.
10. Холодне ізостатичне пресування.
11. Технологічне обладнання для пресування нанопорошків.
12. Фізичні процеси, які відбуваються при спіканні.
13. Етапи спікання – початковий, проміжний та фінальний.
14. Основні методи спікання (твердотільне, рідкофазне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, реакційне спікання).
15. Еволюція мікроструктури при спіканні. Ріст зерен, нормальний та аномальний. Принципи керування мікроструктурою кераміки.
16. Траєкторія спікання кераміки. Способи інтенсифікації дифузійних процесів при спіканні.
17. Механізми спікання кераміки, домішки, що сприяють консолідації.
18. Вакуумне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, іскрове спікання.
19. Типи колоїдного формоутворення (шлікерне литво, литво під тиском, литво стрічок).
20. Загальні принципи твердофазних реакцій та їх експериментальне здійснення.
21. Особливості кінетики реакцій з участю твердих фаз.
22. Методи вивчення кінетики твердофазних реакцій.
23. Енергія активації твердофазних реакцій.
24. Фізико-хімічні фактори, що визначають механізми твердофазних реакцій.
25. Механізм твердофазних перетворень без зміни складу. Перетворення першого та другого роду.
26. Термічні методи аналізу при проведенні твердофазних реакцій.
27. Вплив дефектів нестехіометрії на швидкість та механізм твердофазної взаємодії.
28. Методи дослідження механізму твердофазних реакцій.
29. Моделі твердофазних реакцій, що лімітуються процесами на границі розділу фаз.
30. ІЧ-прозорі керамічні матеріали ($MgAl_2O_4$, ALON, Y_2O_3 , Y_2O_3-MgO). Вікна прозорості, теплова емісія, стійкість до екстремальних умов експлуатації.
31. Кристалічна структура, фізичні властивості та особливості технології виготовлення ІЧ-прозорої кераміки $MgAl_2O_4$.
32. Процеси виготовлення оптичної кераміки Y_2O_3 .
33. Особливості технології виготовлення нанопорошків та композитної кераміки Y_2O_3-MgO .
34. Основні типи оксидної лазерної кераміки (RE_2O_3 , $Y_3Al_5O_{12}$).
35. Лазерна кераміка $Y_3Al_5O_{12}$.
36. Реакційне спікання кераміки $Y_3Al_5O_{12}$.
37. Оптично-прозора наноструктурована кераміка. Принципи формування та методи отримання.
38. Фізичні властивості оптичної нанокераміки.
39. Прозорі полікристалічні люмінофори.
40. Фактори, що впливають на оптичне пропускання прозорої кераміки.

41. Наноструктуровані матеріали.
42. Фазові переходи на границях зерен кераміки.
43. Дослідження структурно-фазового стану кераміки на нанорівні методами просвічуваної мікроскопії.
44. Дослідження мікроструктури кераміки методами електронної мікроскопії.
45. Дослідження структури кераміки методом рентгенівської дифракції.
46. Методи визначення залишкової пористості оптичної кераміки.
47. Спектрально-люмінесцентні властивості полікристалічних матеріалів.
48. Методи дослідження оптичних властивостей прозорої кераміки.
49. Фізико-механічні властивості кераміки (мікротвердість, в'язкість руйнування, тріщиностійкість). Ефект Хола-Петча.
50. Фізико-механічні властивості нанокерамік.
51. Вплив домішок на механічні властивості наноструктурованих керамік.
52. Композитні лазерні елементи.
53. Перспективи застосування оптичної кераміки.

Рекомендована література

1. M.N. Rahaman. Ceramic Processing and Sintering. Marcel Dekker Inc, New York, USA. – 2003. 896 p.
2. M.N. Rahaman. Sintering of Ceramics. CRC Press, Boca Raton, USA. – 2007. 392 p.
3. S.-J.L. Kang. Sintering, densification, grain growth and microstructure. Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford. – 2005. 279 pp.
4. T.A. Ring. Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis. Academic Press, San Diego. – 1996. 985 p.
5. S.B. Carter, M.G. Norton. Ceramic Materials Science and Engineering. Springer. – 2007. 716 p.
6. J.S. Reed. Principles of Ceramic Processing. Second Edition. Wiley-Interscience. – 1995. 658 p.
7. L.B. Kong, Y.Z. Huang, W.X. Que, T.S. Zhang, S. Li, J. Zhang, Z.L. Dong, D.Y. Tang. Transparent Ceramics. Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering. Ed. C.P. Bergman. Springer International Publishing Switzerland. – 2015. 742 p.
8. D.C. Harris. Materials for Infrared Windows and Domes: Properties and Performance. SPIE Optical Engineering Press. Washington, USA. – 1999. 429 p.
9. A. Ikesue, Y.L. Aung, V. Lupei. Ceramic Lasers. Cambridge University Press. Cambridge, UK. – 2013. 445 p.
10. A. Goldstein, A. Krell, Z. Burshtein. Transparent Ceramics: Materials, Properties, Applications. John Wiley and Sons, Inc. New Jersey, USA. – 2020. 373 p.
11. A. Ikesue (Ed.). Processing of Ceramics. Breakthroughs in Optical Materials. John Wiley and Sons, Inc. New Jersey, USA. – 2021. 427 p.
12. A.R. West. Solid State Chemistry and its Applications, John Wiley & Sons Ltd., 2014, 556 p.
13. L.A. Perez-Maqueda, J.M. Criado, P.E. Sanchez-Jimenez, Combined Kinetic Analysis of Solid-State Reactions: A Powerful Tool for the Simultaneous Determination of Kinetic

- Parameters and the Kinetic Model without Previous Assumptions on the Reaction Mechanism, J. Phys. Chem. A 110 (2006) 12456-12462.
14. H. Schmalzried. Chemical Kinetics of Solids. Wiley-VCH, Weinheim. – 1995. 440 p.
 15. M. Hillert. Phase Equilibria, Phase Diagram and Phase Transformations: Their Thermodynamic Basis. Cambridge University Press. – 2008. 526 p.
 16. Ceramics Science and Technology, Edited by R. Riedel and I-Wei Chen, Wiley-VCH Verlag & Co., Weinheim, Germany, 2012. 539 p.
 17. Joshua Pelleg. Diffusion in Ceramics. Springer International Publishing Switzerland. – 2016. 464 p.