

ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ЧАЙКА Эдуард Викторович

УДК 621.7.04

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ДЕФОРМИРОВАНИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ  
ОКСИДНЫХ ПОРОШКОВ ПРИ ХОЛОДНОМ ИЗОСТАТИЧЕСКОМ  
ПРЕССОВАНИИ С ЦЕЛЬЮ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОЙ КЕРАМИКИ

05.03.05 – "Процессы и машины обработки давлением"

Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Донецк - 2005

Диссертацией является рукопись.

Работа выполнена в Донецком физико-техническом институте им. А.А. Галкина НАН Украины

|                      |                                                                                                                                                                               |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Научный руководитель | кандидат физ.-мат. наук, с.н.с.,<br>Акимов Геннадий Яковлевич,<br>Донецкий физико-технический институт<br>им. А.А. Галкина НАН Украины,<br>зав. отделом технической керамики. |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор Лаптев Александр Михайлович, Донбасская государственная машиностроительная академия (г. Краматорск), профессор кафедры "Машины и технология обработки металлов давлением";

кандидат технических наук, доцент Стоянов Александр Анатольевич, Восточноукраинский национальный университет им. В. Даля (г. Луганск), доцент кафедры „Оборудование для обработки металлов давлением”.

Ведущее предприятие – Институт сверхтвердых материалов им. В.М. Бакуля НАН Украины (г. Киев).

Защита состоится "\_\_\_" октября 2005 г. в 12 часов на заседании специализированного ученого совета Д 11.052.01 Донецкого национального технического университета по адресу: 83000, г. Донецк, ул. Артема, 58, пятый учебный корпус, аудитория 353.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Донецкого национального технического университета по адресу: 83000, г. Донецк, ул. Артема, 58, второй учебный корпус.

Автореферат разослан "\_\_\_" \_\_\_\_\_ 2005 г.

Ученый секретарь специализированного  
ученого совета Д 11.052.01,  
доктор технических наук, профессор

Алимов В.И.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Развитие машиностроения и других отраслей промышленности повысило уровень требований к конструкционным материалам и повлекло за собой создание новых материалов и технологий.

В настоящее время среди конструкционных материалов преобладают металлические. Однако непрерывное совершенствование техники и увеличивающийся объем выпускаемой продукции машиностроения обуславливает поиск новых материалов. К таким материалам относится керамика. По данным ЮНЕСКО рост производства керамики обгоняет рост всех остальных материалов. По данным Business Communications Co. рынок новой керамики в США в 2000г. оценивался в 8,7 млрд. долл. К 2005г. ожидается его увеличение до 12,7 млрд. с ежегодным ростом на 8%. По данным японской Ассоциации высококачественной керамики средний ежегодный рост производства керамики в Японии оценивается на уровне 4,1-7,3% при росте среднего уровня промышленности 2-3%. При этом в общем объеме мирового производства прогрессивной керамики большую часть (более 50%) составляют оксидные материалы. Такое увеличение объемов производства обусловлено уникальным сочетанием свойств керамических материалов, обеспечивающим работоспособность изделий в тяжелых условиях эксплуатации. В Украине использование в промышленности конструкционных материалов из оксидной керамики сдерживается отсутствием современных технологий производства керамики и исходных порошковых материалов.

Известно, что для получения качественной керамики необходимо формирование плотной и мелкозернистой структуры материала. Возможность создания такой структуры связывают с использованием ультрадисперсных порошков и прогрессивных методов формования заготовок. Одним из таких методов может быть холодное изостатическое прессование (ХИП). Хотя применение ХИП в технологии керамики известно давно, тем не менее, при использовании ультрадисперсных порошков возникает проблема с получением бездефектной структуры материала прессовок. Образование в структуре прессовок крупных дефектов (пор, участков с различной плотностью, трещин) приводит к снижению свойств спеченной керамики.

Причиной образования дефектов в материале прессовок является самопроизвольное, под действием сил Ван-дер-Ваальса, объединение частиц ультрадисперсных порошков в агрегаты. Агрегирование порошков приводит к возникновению в прессовках порошкового каркаса, который препятствует уплотнению и формированию равномерной структуры. Поэтому одной из актуальных задач совершенствования керамической технологии является изучение и совершенствование процесса консолидации агрегированных ультрадисперсных оксидных порошков методом ХИП.

**Связь работы с научными программами, планами, темами.** В работе представлены результаты исследований, выполненных в рамках бюджетной темы 6194V045352 "Исследование влияния фаз высокого давления на механизмы спекания, деформирования и разрушения кристаллических твердых тел с ионно-ковалентным типом межатомной связи" (1994-1997гг.), проекта PS095/UK/3/1/104989 "Техническая помощь Национальной Академии наук Украины", контракт FS-21 "Производство экспериментальных керамических ножей для Кератек Текникал Керамикс (Нидерланды)" (1996-1997гг.), проекта 05.04/01074 "Разработка технологии изготовления коррозионно и кислотостойкой арматуры для нефтяной и нефтехимической промышленности", ГНТП 05.04 "Сверхтвердые и керамические материалы" (1997-2000гг.) и проекта УНТЦ 2695 "Разработка новых материалов и керамики для искусственных имплантатов и инструментария" (2002-2004гг.). В первых двух работах автор принимал участие в качестве исполнителя, в последних – ответственного исполнителя работы.

**Цель и задачи исследования.** Целью диссертационной работы является определение условий формирования из агрегированных ультрадисперсных оксидных порошков прессовок со структурой, обеспечивающей получение конструкционной керамики с высокими свойствами.

Для достижения указанной цели поставлены следующие задачи:

1. Выполнить анализ существующих способов формования заготовок керамических изделий конструкционного и инструментального назначения из оксидных порошковых материалов.
2. Выполнить анализ и выбор метода теоретического описания процессов уплотнения агрегированных керамических порошков при ХИП.
3. Провести экспериментальное исследование процесса ХИП оксидных порошков посредством измерения физико-механических свойств керамических образцов и изучения структуры материалов.
4. Выполнить анализ компрессионных зависимостей агрегированных оксидных порошковых материалов с помощью математической модели, основанной на использовании условия пластичности порошковых материалов.
5. Разработать математическую модель и выполнить анализ процесса уплотнения порошков в окрестности крупной межагрегатной поры.
6. Выполнить анализ влияния режимов обработки исходных керамических порошков: обжига и дезагрегации помолотом на процесс уплотнения порошков, формирование структуры прессовок и свойства спеченной керамики.
7. Определить влияние свойств порошков и прессовок на последовательность технологических операций и процесс изготовления керамики.
8. Изготовить опытные партии изделий конструкционного и инструментального назначения из керамики на основе диоксида циркония для проверки эффективности разработок.

**Объект исследования.** Процесс изготовления оксидной керамики конструкционного и инструментального назначения, основанный на использовании ХИП в качестве операции получения порошковых заготовок.

**Предмет исследования.** Процессы деформации и уплотнения агрегированных ультрадисперсных оксидных керамических порошков при ХИП.

**Методы исследований.** В работе использованы экспериментальные методы исследования свойств спрессованных порошковых материалов и керамики: метод гидростатического взвешивания для определения плотности образцов, метод трехточечного изгиба для определения прочности прессовок и керамики, методы электронной микроскопии для определения параметров структуры исследуемых материалов. При анализе полученных экспериментальных данных применены теоретические методы исследования процессов уплотнения порошковых материалов, в том числе метод основанный на совместном решении уравнений равновесия, условия пластичности и закона течения. Используются статистические методы обработки данных.

**Научная новизна полученных результатов.**

1. Получило дальнейшее развитие изучение закономерностей деформации, уплотнения и изменения структуры агрегированных ультрадисперсных керамических порошков при прессовании. Показано, что процесс ХИП таких порошков состоит, в общем случае, из пяти этапов: этапа перемещения и плотной укладки гранул, этапа деформации гранул и перемещения агрегатов, этапа деформации агрегатов и перемещения частиц, этапа дробления крупных частиц и этапа пластической деформации мелких частиц.

2. Впервые при анализе процесса ХИП керамических порошков использовано условие пластичности, учитывающее дискретность порошкового материала. Установлено, что при переходе от одного этапа прессования к другому коэффициент сдвигового сцепления порошкового материала увеличивается, а коэффициент внутреннего трения принимает ряд характерных значений, что позволяет определить прочность гранул и агрегатов частиц, структуру и механизм уплотнения порошкового материала на каждом этапе и сократить объем экспериментальных исследований.

3. Получило дальнейшее развитие теоретическое исследование процессов уплотнения и деформации пористых материалов в окрестности крупных пор. Разработана математическая модель уплотнения порошкового материала в окрестности крупной межагрегатной поры, которая от известной ранее модели отличается тем, что учитывает дискретную природу порошкового материала. С помощью модели показано, что увеличение коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  приводит к уменьшению крупных межагрегатных пор и способствует получению равномерной структуры материала; уменьшение коэффициента сдвигового сцепления  $K$  снижает рабочее давление ХИП.

4. Впервые установлено, что повышение температуры обжига агрегированных ультрадисперсных порошков диоксида циркония от  $700^{\circ}\text{C}$  до  $1000^{\circ}\text{C}$  и проведение дезагрегирующей обработки до и после обжига приводит к увеличению коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  и уменьшению коэффициента сдвигового сцепления  $K$ . В результате повышается плотность прессовок, снижается давление начала очередного этапа ХИП, повышается плотность и прочность спеченной керамики.

#### **Практическое значение полученных результатов.**

1. Установлено, что для изготовления плотной керамики необходимо получение прессовок со структурой, которая образуется на этапе деформации агрегатов и перемещения частиц порошка. Разработан способ определения по значению коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  давления ХИП, необходимого для прессования заготовок с такой структурой.

2. Показано, что прочность гранул и агрегатов частиц характеризуется значением коэффициента сдвигового сцепления  $K$ , рассчитанным с учетом пористости этих элементов.

3. Показано, что последовательность технологических операций изготовления керамики зависит от свойств порошков. Установлено, что проведение операции механической обработки прессовок и использование при ХИП пресс-форм с жесткими элементами приводит к необходимости выполнения дополнительных операций допрессовывания; в случае использования гранулированных порошков с низкой прочностью связи между частицами необходимо проведение низкотемпературного обжига.

4. Получен керамический материал на основе диоксида циркония с высокими физико-механическими свойствами (плотность  $5,97 \text{ г/см}^3$ , прочность  $900 \text{ МПа}$ , трещиностойкость  $10 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$ ), необходимыми для изготовления изделий конструкционного и инструментального назначения.

5. Изготовлены и внедрены опытные партии изделий конструкционного назначения из керамики на основе диоксида циркония (вставки люнетов специализированных фрезерных станков для ООО НПП "Эталон", г.Донецк, ролики дозаторов для Донецкого винодельческого завода). Получен экономический эффект, показывающий целесообразность применения данной керамики для изготовления опор трения и режущего инструмента.

**Личный вклад соискателя.** Основные идеи диссертационной работы принадлежат автору. Диссертант исследовал влияние давления прессования и режимов изготовления порошков на структуру и свойства прессовок и спеченной керамики; установил особенности деформирования и уплотнения агрегированных керамических порошков при прессовании и определил этапы этого процесса. Используя условие пластичности порошковых материа-

лов, автор дал математическое описание процесса ХИП агрегированных порошков, определил характерные для каждого этапа значения коэффициента сдвигового сцепления и коэффициента внутреннего трения и установил их взаимосвязь со структурой материала. Диссертант разработал модель уплотнения порошкового материала в окрестности крупной поры, выполнил расчет параметров модели и исследовал влияние свойств порошков на формирование пористой структуры прессовок. Автор изучил влияние свойств и структуры прессовок на обрабатываемость, совместно с сотрудниками отдела технической керамики ДонФТИ НАН Украины разработал и изготовил опытные керамические изделия для проведения производственных испытаний.

**Апробация результатов диссертации.** Основные научные положения и результаты исследования доложены и обсуждались на V Международной научно-технической конференции "Машиностроение и техносфера на рубеже XX века", г. Севастополь, сентябрь 1998г.; Отчетной научной конференции ДонФТИ им. А.А. Галкина НАН Украины, г. Донецк, январь 2000г.; XX Международной конференции "Композиционные материалы в промышленности (СЛАВПОЛИКОМ-2000)", г. Ялта, май-июнь 2000г.; VI международной конференции "НР-2000. Высокие давления – 2000", г. Донецк, октябрь 2000г.; отчетной научной конференции ДонФТИ им. А.А. Галкина НАН Украины, г. Донецк, декабрь 2000г.; International conferences on modern materials & technologies CIMTEC 2002 (10<sup>th</sup> international ceramics congress), Florence, Italy, July 2002; Отчетной научной конференции ДонФТИ им. А.А. Галкина НАН Украины, г. Донецк, февраль 2003г.; Международной научно-технической конференции "Технология и применение огнеупоров и технической керамики в промышленности", г. Харьков, апрель 2004г.

**Публикации.** Основные результаты диссертации опубликованы в 8 статьях специализированных журналов Украины и России, 1 статье сборника, и 2 тезисах конференций. Получен патент Украины на изобретение.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация изложена на 191 странице, состоит из введения, пяти разделов, выводов, списка использованных источников и приложений. Диссертация содержит 56 рисунков и 9 таблиц. Список источников включает 209 наименований и занимает 20 страниц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность работы, сформулирована цель и задачи исследования, отмечена научная новизна и практическая ценность работы, методы исследования.

В **первом разделе** рассмотрено состояние вопроса по разработке и исследованию новых оксидных керамических материалов и дана их характеристика; проанализированы возможности современных процессов формова-

ния заготовок из порошковых материалов; рассмотрен вопрос исследования процесса уплотнения керамических порошков; рассмотрены проблемы механической обработки керамики.

Необходимым условием для получения качественной керамики является формирование плотной, бездефектной и мелкокристаллической структуры материала. Решение этой задачи заключается в формировании из ультрадисперсных порошков материала с минимальным размером пор и последующем его спекании до плотного состояния. К настоящему времени разработан ряд технологий формования керамических порошков, среди которых лучшим является метод ХИП. Несмотря на большой опыт использования ХИП, вопросы, связанные с формированием бездефектной структуры материала прессовок из ультрадисперсных оксидных порошков исследованы недостаточно.

Препятствием на пути создания бездефектной структуры прессовок и получения высокопрочной керамики является самопроизвольная агрегация порошков. Однако процесс уплотнения агрегированных порошков исследован недостаточно. Не определены условия получения равномерной структуры прессовок. Недостаточно разработаны методы определения свойств агрегатов. В связи с этим слабо изучено влияние свойств агрегированных порошков на процесс уплотнения и свойства прессовок.

Исследование процессов обработки давлением порошковых заготовок проводят с использованием методов теории пластичности пористых тел, основанной на гипотезе сплошности и критерии пластичности. При этом условие пластичности, используемое для анализа процесса прессования керамических порошков, должно учитывать, что такие материалы уплотняются, как за счет пластической деформации частиц порошка, так и в результате их взаимного перемещения. Это позволит установить особенности формирования структуры прессовок из агрегированных порошков.

В литературе нет данных по исследованию технологических операций механической обработки неспеченных керамических заготовок, хотя делается предположение о ее перспективности.

Из выполненного анализа общих тенденций и проблем развития технологии новых керамических материалов, а также в соответствии с целью данной работы, определены задачи исследований.

**Во втором разделе** выбраны материалы для исследований и рассмотрены методики экспериментов.

Для исследований выбраны керамические материалы на основе диоксида циркония ( $\text{ZrO}_2 + 5,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$ ), оксида алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + 0,4\% \text{MgO}$ ), оксида магния ( $\text{MgO}$ ) и гидроксиапатита ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ). Выбор этих материалов был обусловлен тем, что они перекрывают большой диапазон свойств характерных для керамики, а также их широким практическим применением. Эксперименты проводили на порошках, прессовках и спеченных

образцах исследуемых материалов. Режимы операций обработки порошкового сырья (обжига и дезагрегации помолом в планетарной мельнице), ХИП и спекания образцов выбирались в соответствии с задачами исследования.

Прочность образцов прессовок и керамики определяли методом сосредоточенного (трехточечного) изгиба. Трещиностойкость керамики определяли по результатам испытаний на трехточечный изгиб образца с надрезом. Плотность образцов прессовок и керамики определяли методом гидростатического взвешивания. Исследования структуры порошков, прессовок и керамики проводили с помощью просвечивающей и растровой электронной микроскопии. Механическую обработку прессовок исследовали точением образцов.

В третьем разделе представлены результаты экспериментальных и теоретических исследований процесса уплотнения керамических материалов, определено влияние режимов подготовки порошка на процесс уплотнения и свойства материала прессовок.

Обнаружено, что частицы исследуемых ультрадисперсных керамических порошков с размером 10-50 нм объединены в агрегаты с размером 100-500 нм. Агрегаты частиц в свою очередь образуют более крупные (50-150 мкм) скопления, называемые агломератами или гранулами. Установлено, что при ХИП процесс уплотнения таких порошков состоит из нескольких этапов. Об этом свидетельствует немонокотное увеличение плотности прессовок с ростом давления прессования (рис.1). С помощью анализа микрофотографий порошков и сколов прессовок показано, что причиной этого является периодическая трансформация структуры порошковых материалов, связанная с перемещением и деформацией сначала преимущественно гранул, а затем агрегатов и частиц порошков.

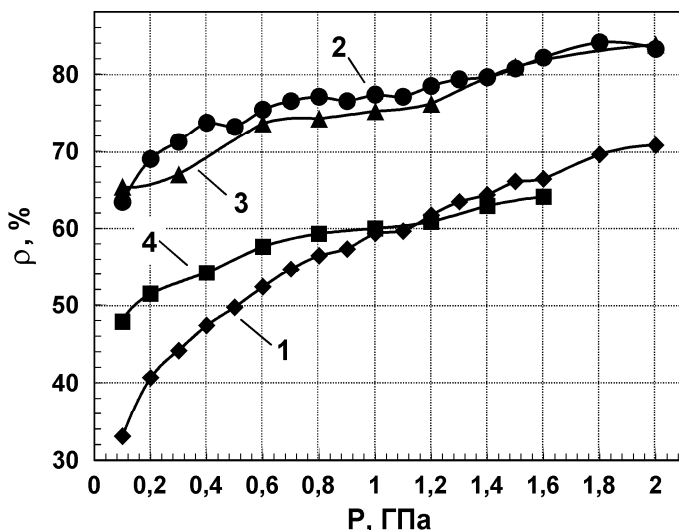


Рис.1. Зависимость относительной плотности  $\rho$  прессовок порошков оксида алюминия - 1, оксида магния - 2 и гидроксипатита - 3 и диоксида циркония (обжиг  $900^{\circ}\text{C}$ ) - 4 от давления прессования  $P$ .

с перемещением и деформацией сначала преимущественно гранул, а затем агрегатов и частиц порошков.

Обнаружено, что керамические порошки менее прочных материалов (оксид магния, гидроксипатит) отличаются более высокой уплотняемостью по сравнению с порошками диоксида циркония и оксид алюминия. Исследован механизм уплотнения порошков при высоких степенях уплотнения ( $\rho > 80\%$ ). Установлено, что на последних этапах ХИП уплотнение оксидных порошковых

материалов происходит сначала в результате дробления крупных частиц, а затем в результате пластической деформации более мелких частиц порошка.

Установлено, что каждому этапу соответствует определенная структура материала, состоящая из гранул или агрегатов или из частиц порошка. В общем случае процесс прессования агрегированных оксидных порошков состоит из пяти этапов (табл.1). При прессовании слабо агрегированных порошков третий этап, связанный с дроблением агрегатов, не наблюдается.

Проведен сравнительный анализ микроструктуры исследуемых материалов до и после спекания. Установлено, что для изготовления качественной, плотной керамики необходимо получение прессовок с равномерной структурой из частиц порошков, формируемой на третьей стадии ХИП (см. табл.1).

Таблица 1.

Этапы прессования агрегированных керамических порошков.

| № этапа ХИП | Механизм уплотнения порошка             | Структура материала прессовки       |
|-------------|-----------------------------------------|-------------------------------------|
| 1           | перемещение гранул                      | гранулы                             |
| 2           | дробление гранул, перемещение агрегатов | агрегаты                            |
| 3           | дробление агрегатов, перемещение частиц | частицы                             |
| 4           | дробление крупных частиц                | частицы и их фрагменты              |
| 5           | пластическая деформация частиц          | пластически деформированные частицы |

Для изучения закономерностей процесса уплотнения и трансформации структуры исследуемых порошков использовано уравнение прессования

$$\sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{1-\rho}}{\rho^2} = \alpha + \frac{K}{P}, \quad (1)$$

где  $P$  – гидростатическое давление, приложенное к порошку, Па;

$\rho$  – относительная плотность материала;

$K$  – коэффициент сдвигового сцепления на  $i$ -ой стадии уплотнения, Па;

$\alpha_i$  – коэффициент внутреннего (межчастичного) трения на  $i$ -ой стадии.

Уравнение (1) получено ранее из условия пластичности порошковых материалов:

$$\frac{\sigma^2}{\psi(\Theta)} + \frac{\tau^2}{\phi(\Theta)} = (1 - \Theta)(K - \alpha\sigma)^2, \quad (2)$$

где  $\sigma$  – среднее напряжение;

$\tau$  – интенсивность касательных напряжений;

$\tau_0$  – предел текучести при сдвиге;

$\Theta$  – пористость сферического слоя (пористость порошкового каркаса);

$\psi(\Theta)$ ,  $\varphi(\Theta)$  – функции пористости, равные  $\psi(\Theta) = \frac{2}{3} \frac{(1-\Theta)^3}{\Theta}$ ,  $\varphi(\Theta) = (1-\Theta)^2$ .

Преимущество использования уравнения (1) состоит в том, что коэффициенты  $K$  и  $\alpha$  являются характеристиками материала, что позволяет установить влияние свойств порошка на процесс уплотнения.

Для определения значений коэффициентов  $K$  и  $\alpha$  полученные в эксперименте зависимости  $\rho=f(P)$  (см. рис.1) отображали в координатах

$$x = \frac{1}{P}, y = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{1-\rho}}{\rho^2} \quad (3)$$

Установлено, что в координатах (3) компрессионные зависимости  $\rho=f(P)$  агрегированных порошков являются ломанными. Звенья ломанных соответствуют этапам прессования (рис.2 и рис.3). Изменяющиеся от этапа к этапу значения коэффициентов  $K$  и  $\alpha$  характеризуют свойства тех элементов структуры порошковых материалов – гранул, агрегатов и частиц порошка, перемещение которых и приводит к уплотнению.

Установлено, что при переходе от одного этапа уплотнения к другому коэффициент  $K$  увеличивается, а коэффициент  $\alpha$  принимает ряд характерных значений (табл.2). Увеличение коэффициента сдвигового сцепления объясняется тем, что он характеризует прочность связи между элементами

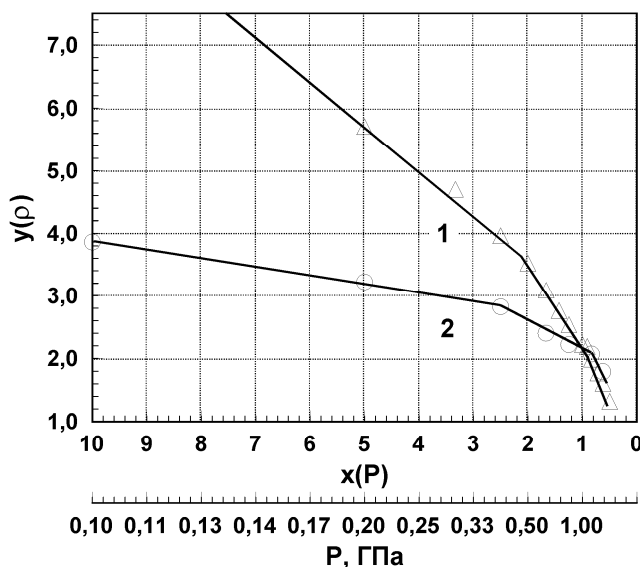


Рис. 2. Компрессионные зависимости, построенные в координатах  $x(P)$ ,  $y(\rho)$ : оксид алюминия – 1, диоксид циркония (обжиг  $900^\circ\text{C}$ ) – 2.

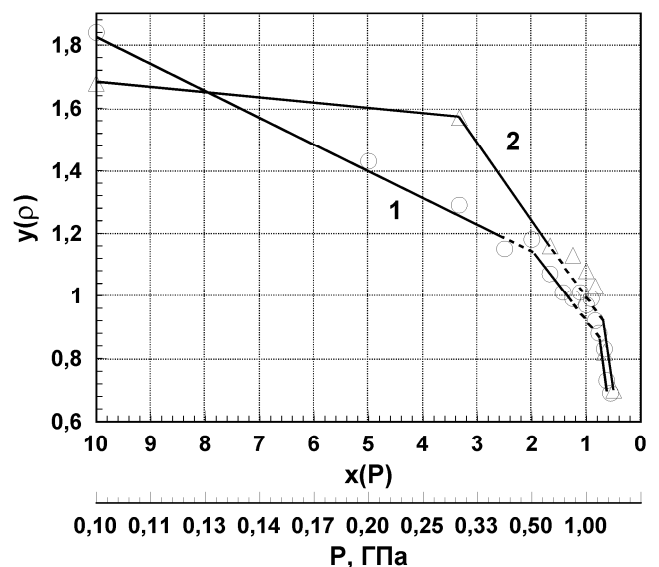


Рис. 3. Компрессионные зависимости, построенные в координатах  $x(P)$ ,  $y(\rho)$ : оксид магния – 1, гидроксиапатит – 2.

Значения коэффициента сдвигового сцепления  $K_i$  и коэффициента внутреннего трения  $\alpha_i$  на разных этапах ХИП

| № этапа<br><i>i</i>                                                   | Давление<br>ХИП <i>P</i> , МПа | Плотность эл-тов $\rho$ ,<br>% от теор. | Коэффициенты               |            |
|-----------------------------------------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------|------------|
|                                                                       |                                |                                         | <i>K<sub>i</sub></i> , МПа | $\alpha_i$ |
| Оксид магния                                                          |                                |                                         |                            |            |
| 3                                                                     | 100–500                        | $\rho_{\text{(частицы)}} = 100$         | 88                         | 0,97       |
| 4                                                                     | 500–1500                       |                                         | 197                        | 0,74       |
| 5                                                                     | 1500–1800                      |                                         | 1194                       | 0,03       |
| Диоксид циркония (соосаждение, температура обжига 900 <sup>0</sup> С) |                                |                                         |                            |            |
| 2                                                                     | 100–400                        | $\rho_{\text{(частицы)}} = 100$         | 137                        | 2,51       |
| 3                                                                     | 400–1200                       |                                         | 450                        | 1,68       |
| 4                                                                     | 1200–1600                      |                                         | 1370                       | 0,92       |
| Диоксид циркония (соосаждение, температура обжига 700 <sup>0</sup> С) |                                |                                         |                            |            |
| 2                                                                     | 100–400                        | $\rho_{\text{(частицы)}} = 100$         | 232                        | 2,67       |
| 3                                                                     | 400–1200                       |                                         | 768                        | 1,40       |
| 4                                                                     | 1200–1600                      |                                         | 1481                       | 0,84       |
| Диоксид циркония TZ-3Y (Tosoh Co., Япония)                            |                                |                                         |                            |            |
| 1                                                                     | 0,1–8                          | $\rho_{\text{(гранулы)}} = 36$          | 0,05                       | 1,56       |
| 2                                                                     | 8–50                           | $\rho_{\text{(агрегата)}} = 58$         | 7,5                        | 1,28       |
| 3                                                                     | 60–400                         | $\rho_{\text{(частицы)}} = 100$         | 194                        | 2,47       |

структуры порошка. А в ряду гранула, агрегат, частица большей прочностью обладают более мелкие элементы структуры порошка. Коэффициент внутреннего трения  $\alpha$  зависит от механизма уплотнения. Чем больше запретов на пути деформации порошковой среды, тем выше коэффициент  $\alpha$ . Установлено, что значение коэффициента  $\alpha$  равное 0 означает, что происходит пластическая деформация частиц порошков. Значения  $\alpha$  порядка 1 указывают на дробление крупных частиц порошка. Значения  $\alpha$  близкие к 2 означают, что уплотнение происходит в результате перемещения и плотной укладки частиц порошка. Если значения  $\alpha$  превышают 2,5-3, то это означает, что процесс уплотнения идет за счет перемещения и плотной укладки пористых элементов порошкового материала: агрегатов или гранул.

Показано, что значения коэффициента  $K$  рассчитанные с учетом плотности гранул и агрегатов характеризуют прочность этих элементов (данные по порошку диоксида циркония TZ-3Y представлены в табл. 2).

Таким образом, использование уравнения (1) позволяет определять вид структуры и механизм уплотнения прессовки на каждом этапе прессования. Выполненный расчет служит методикой определения давления ХИП, необходимого для получения оптимальной структуры прессовок.

В структуре образованной частицами порошка часто наблюдаются отдельные крупные (150-200 нм) межагрегатные поры - следствие дефектов упаковки гранул и агрегатов в прессовке. Такие поры не исчезают при спекании и являются источниками разрушения в керамике. Уплотнение материала с межагрегатными порами происходит как в результате уменьшения размера самих пор, так и за счет снижения пористости окружающего их порошкового каркаса. Процесс уплотнения порошкового материала в окрестности крупной поры исследовали с помощью математической модели, описывающей уплотнение пористого сферического слоя. В отличие от известных работ Грина, Штерна, Друянова и др. для описания пористого слоя было использовано условие пластичности порошкового материала (2), поскольку сферический слой состоит из частиц порошка.

Для решения задачи деформации сферического слоя из порошкового материала под воздействием внешнего давления использовали уравнения условия пластичности (2), закона течения:

$$\tau = \frac{\dot{\gamma}}{\dot{e}} \varphi(\Theta) \left[ \frac{\sigma}{\psi(\Theta)} + \alpha(1 - \Theta)(K - \alpha\sigma) \right],$$

где  $\dot{e}$ ,  $\dot{\gamma}$  – скорости уплотнения и изменения формы, уравнения равновесия:

$$\frac{d\sigma_r}{dr} + 2 \frac{\sigma_r - \sigma_\varphi}{r} = 0,$$

где  $\sigma_r$ ,  $\sigma_\varphi$  -- компоненты тензора деформаций, и уравнения неразрывности:

$$\dot{e}_r + 2 \dot{e}_\varphi = \dot{e} = \frac{1}{1 - \Theta} \frac{d\Theta}{dt},$$

где  $\dot{e}_r$ ,  $\dot{e}_\varphi$  – компоненты тензора скоростей деформации.

Численное решение задачи получено в виде зависимости наружного  $b$  и внутреннего  $a$  радиусов сферического слоя, пористости порошкового каркаса  $\Theta$ , межагрегатной пористости  $\Theta_a$  и общей пористости  $\Theta_b$  от давления прессования  $P$  (рис.4). Оно позволило исследовать влияние коэффициентов  $K$  и  $\alpha$ , которые выступают в качестве параметров, на процесс деформации порошкового материала в окрестности крупной поры.

При анализе модели установлено, что процесс уплотнения порошкового материала в окрестности крупной межагрегатной поры зависит от коэффициентов  $K$  и  $\alpha$ . Показано, что увеличение коэффициента  $K$  приводит к замедлению процесса уплотнения и повышает давление прессования, необходимое для достижения материалом заданных значений пористости.

Увеличение коэффициента  $\alpha$  приводит, во-первых, к повышению об-

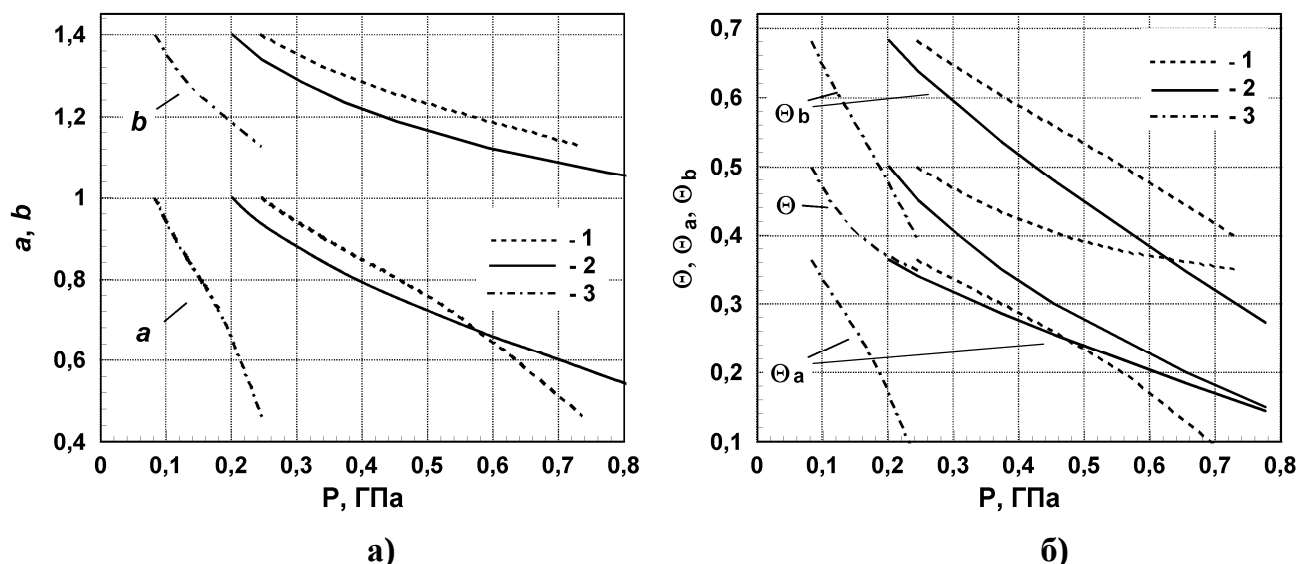


Рис.4. Зависимость радиусов  $a$ ,  $b$  (а) и пористостей  $\Theta$ ,  $\Theta_a$ ,  $\Theta_b$  (б) сферического слоя от давления прессования  $P$  при разных значениях коэффициентов  $K$  и  $\alpha$ : 1 –  $K = 1,5$  ГПа,  $\alpha=1$ ; 2 –  $K = 1$  ГПа,  $\alpha=0,5$ ; 3 –  $K = 0,5$  ГПа,  $\alpha=1$ .

щей пористости  $\Theta_b$ , а во-вторых, к более интенсивному уменьшению межагрегатной пористости  $\Theta_a$  по сравнению с пористостью порошкового каркаса  $\Theta$ . То есть с повышением  $\alpha$  увеличивается интенсивность роста плотности за счет движения частиц порошка в крупные поры. Следовательно, при изготовлении керамических заготовок прессованием необходимо использовать порошки с большим значением коэффициента  $\alpha$  и меньшим значением коэффициента  $K$ . Это позволит получить прессовки с равномерной плотностью и снизить давление прессования.

Проведено исследование, направленное на изменение свойств порошков в сторону уменьшения коэффициента  $K$  и увеличения коэффициента  $\alpha$ . Установлено влияние операций обжига и дезагрегации помолотом на процесс прессования и значения  $K$  и  $\alpha$ . Показано, что результатом дезагрегирующей обработки является разрушение формирующихся при обжиге прочных агрегатов и образование легкодеформируемых (с меньшим в 1,5-2,5 раза значением коэффициента  $K$ ) агрегатов и гранул. Показано, что снижение коэффициента  $K$  и увеличение коэффициента  $\alpha$ , происходящее при повышении температуры обжига от  $700^{\circ}\text{C}$  до  $1000^{\circ}\text{C}$  и проведении дезагрегирующей обработки приводит к уменьшению прочности агрегатов, повышает плотность прессовок и снижает давление начала очередного этапа ХИП (см. табл.1).

В четвертом разделе представлены результаты исследований влияния свойств прессовок, полученных из ультрадисперсных порошков диоксида циркония при давлениях ХИП от 0,1 ГПа до 0,8 ГПа, на свойства керамики.

В результате исследований установлено, что повышение давления ХИП до значений (0,4-0,8 ГПа), соответствующих этапу деформации агрегатов и перемещения частиц порошка приводит к увеличению плотности и

прочности материала при спекании.

Показано, что снижение коэффициента  $K$  в результате дезагрегирующей обработки приводит к повышению плотности и прочности спеченной керамики. Особенно сильно это проявляется в материалах, полученных при низких давлениях ХИП (0,1-0,3 ГПа), то есть на этапе деформации гранул и перемещения агрегатов.

Изучено влияние температуры обжига ( $750^{\circ}\text{C}$ ,  $850^{\circ}\text{C}$  и  $1100^{\circ}\text{C}$ ) и давления ХИП порошков на свойства спеченной керамики. Эксперименты показали, что уменьшение температуры обжига до  $750^{\circ}\text{C}$  приводит к снижению плотности и прочности керамики с ростом давления прессования порошка. Причиной этого является неравноплотность спрессованного материала, характерная для порошков с низким значением коэффициента  $\alpha$ , получаемых при уменьшении температуры обжига.

В результате исследований получена керамика из диоксида циркония с высокими физико-механическими свойствами (плотность  $5,97 \text{ г/см}^3$ , прочность  $900 \text{ МПа}$ , трещиностойкость  $10 \text{ МПа}\times\text{м}^{1/2}$ ).

В **пятом разделе** представлены результаты разработки и применения технологии формообразования керамических заготовок для изготовления изделий конструкционного и инструментального назначения.

Установлена возможность механической обработки лезвийным инструментом неспеченных прессовок. Показано, что лучшей обрабатываемостью отличаются прессовки, полученные при давлениях 80-200 МПа, т.е. на втором этапе прессования. В этом случае прессовка состоит из агрегатов и разрушение материала при обработке происходит по границам агрегатов. Поскольку давление образования качественной структуры материала на третьем этапе прессования выше давления необходимого для обработки, то возникает необходимость в проведении операции повторного ХИП (рис.5а).

Показано, что последовательность технологических операций зависит от свойств порошкового материала (см. рис.5). Установлена необходимость использования при ХИП пресс-форм с жесткими элементами для формования поверхностей прессовок, которые являются опорными при выполнении механической обработки. Возникающая при прессовании в таких пресс-формах неравноплотность материала устраняется при повторном ХИП. В том случае, когда прочность материала недостаточна для проведения механической обработки, увеличение связности материала достигается посредством предварительного обжига заготовок.

В результате применения разработанных операций и в соответствии с установленными в диссертационной работе рекомендациями из отечественного сырья - гидрооксида циркония ( $\text{ZrO}_2$ -3мол.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) производства Вольногорского ГГМК получена керамика с высокими свойствами (плотность



Рис.5. Схема изготовления керамических изделий из порошка диоксида циркония с высокой прочностью связи между частицами – а; с низкой прочностью связи между частицами – б.

5,97 г/см<sup>3</sup>, прочность 900 МПа, трещиностойкость 6-10 МПа×м<sup>1/2</sup>). Изготовлены опытные партии изделий конструкционного назначения (люнеты токарно-фрезерных станков, ролики дозаторов, технические лезвия и пр.).

## ВЫВОДЫ

1. В Украине использование в промышленности новых оксидных керамических материалов конструкционного назначения сдерживается отсутствием современных технологий производства керамики и исходных порошковых материалов. Наиболее перспективным способом производства оксидной керамики с высокими свойствами является технология, основанная на использовании ХИП ультрадисперсных порошков. Для успешного применения этой технологии необходимо решить задачу получения бездефектной структуры материала прессовок. Получению прочной мелкокристаллической керамики из ультрадисперсных порошков препятствует агрегация частиц порошков, которая приводит к образованию дефектов: крупных пор и микротрещин. Решение данной задачи связано с изучением процесса деформации и уплотнения агрегированных порошков при ХИП, который в настоящее время исследован недостаточно.

2. В результате проведенных исследований получены новые экспериментальные данные о механизмах деформации и уплотнения агрегированных ультрадисперсных порошков диоксида циркония, оксида алюминия, ок-

сида магния и гидроксиапатита при ХИП. Показано, что процесс ХИП таких порошков состоит, в общем случае, из пяти этапов: этапа перемещения и плотной укладки гранул, этапа деформации гранул и перемещения агрегатов, этапа деформации агрегатов и перемещения частиц, этапа дробления крупных частиц и этапа пластической деформации мелких частиц. Каждому этапу соответствует определенная структура материала, образуемая гранулами, агрегатами или частицами порошка.

3. Использование при анализе процесса ХИП керамических порошков условия пластичности, учитывающего дискретность порошкового материала, позволило определить границы этапов уплотнения. Показано, что каждому этапу соответствует определенное значение коэффициента сдвигового сцепления  $K$ , характеризующего прочность элементов структуры прессовок: гранул, агрегатов или частиц, и коэффициента внутреннего трения  $\alpha$ , указывающего на действующий механизм уплотнения.

4. Показано, что для изготовления плотной керамики необходимо получение прессовок со структурой, которая образуется на этапе деформации агрегатов и перемещения частиц порошка. Разработан способ определения рабочего давления ХИП порошковых заготовок с такой структурой. Способ основан на определении этапа деформации агрегатов и перемещения частиц порошка по значению коэффициента внутреннего трения  $\alpha$ .

5. Установлено, что значение коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  равное 0 означает, что происходит пластическая деформация частиц порошка. Значения  $\alpha$  порядка 1 указывают на дробление крупных частиц. Значения  $\alpha$  близкие к 1,88 означают, что уплотнение происходит в результате деформации агрегатов, перемещения и плотной укладки частиц. Значения  $\alpha$ , превышающие 2,5-3, означают, что процесс уплотнения идет за счет перемещения и плотной укладки пористых элементов порошкового материала: агрегатов или гранул. Прочность гранул и агрегатов частиц характеризуется значением коэффициента сдвигового сцепления  $K$ , рассчитанным с учетом пористости этих элементов. Рассчитанная прочность гранул и агрегатов ультрадисперсного порошка диоксида циркония TZ-3Y равна 5 МПа и 68 МПа соответственно.

6. Для изучения возможности устранения крупных межагрегатных пор в прессовках при увеличении давления ХИП проведено теоретическое исследование процесса уплотнения и деформации порошкового материала в окрестности крупной поры. Предложена усовершенствованная математическая модель пористого сферического слоя, которая от известной ранее модели уплотнения пористого материала отличается тем, что учитывает дискретную природу порошкового материала. С помощью модели установлено, что увеличение коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  приводит к уменьшению крупных межагрегатных пор и способствует получению бездефектной

структуры материала; уменьшение коэффициента сдвигового сцепления  $K$  снижает рабочее давление ХИП.

7. Установлено и экспериментально подтверждено, что изменение свойств агрегированных керамических порошков в сторону увеличения коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  и уменьшения коэффициента сдвигового сцепления  $K$  приводит к выравниванию плотности прессовок, снижению рабочего давления ХИП и повышает плотность и прочность спеченной керамики. Добиться этого можно повышением температуры обжига и проведением дезагрегирующей обработки. Показано, что при проведении дезагрегирующей обработки порошка диоксида циркония до и после обжига коэффициент  $K$  на этапе деформации агрегатов и перемещения частиц уменьшился с 776 МПа до 427 МПа, а коэффициент  $\alpha$  увеличился с 1,47 до 1,62. При повышении температуры от 700<sup>0</sup>С до 1000<sup>0</sup>С коэффициент  $K$  уменьшился с 768 МПа до 423 МПа, а коэффициент  $\alpha$  увеличился с 1,40 до 1,57.

8. Получены новые экспериментальные данные о спекании заготовок из ультрадисперсных агрегированных порошков диоксида циркония, спрессованных при давлении ХИП от 0,1 ГПа до 0,8 ГПа. Установлено, что повышение давления ХИП до значений (0,4-0,8 ГПа), соответствующих этапу деформации агрегатов и перемещения частиц порошка приводит к увеличению плотности и прочности материала при спекании. Показано, что уменьшение в результате дезагрегирующей обработки значения коэффициента сдвигового сцепления  $K$  в 2-2,5 раза приводит к повышению прочности спеченной керамики из диоксида циркония более чем на 200 МПа.

9. Получило дальнейшее развитие исследование технологии керамики. Установлено, что лучшей обрабатываемостью отличаются прессовки, полученные на втором этапе прессования, когда структура материала образована агрегатами частиц. Показана необходимость формования с помощью жестких элементов пресс-форм тех поверхностей прессовок, которые являются опорными при проведении последующей механической обработки. Показано, что проведение операции механической обработки прессовок и использование при формообразовании заготовок пресс-форм с жесткими элементами приводит к необходимости выполнения дополнительной операции допрессовывания. В случае использования гранулированных порошков с низкой прочностью связи между частицами (коэффициент сдвигового сцепления  $K$  равен 194 МПа) необходимо проведение низкотемпературного обжига.

10. В результате применения разработанных операций обжига и дезагрегирующей обработки и в соответствии с установленными в диссертационной работе рекомендациями из отечественного сырья – гидрооксида циркония ( $ZrO_2$ -3мол.%  $Y_2O_3$ ) производства Вольногорского ГТМК получен порошок, позволивший получить керамику с высокими свойствами, необходимыми для изготовления изделий конструкционного назначения (плотность

5,97 г/см<sup>3</sup>, прочность 900 МПа, трещиностойкость 6-10 МПа×м<sup>1/2</sup>).

11. С использованием технологических операций - подготовки порошкового материала, ХИП и механической обработки прессовок - из керамики на основе диоксида циркония изготовлены опытные партии изделий конструкционного и инструментального назначения (вставки люнетов токарно-фрезерных станков, ролики дозаторов, технические лезвия). Внедрение вставок люнетов 400 шт. на ООО НПП "Эталон" позволило получить экономический эффект 7500 грн. (доля автора 4725 грн.). Экономический эффект от внедрения роликов дозаторов (100 шт.) на Донецком винодельческом заводе составил 20000 грн. (доля автора 12600 грн.).

Таким образом, в диссертации дано теоретическое обобщение и новое решение научной задачи, которая состоит в определении особенностей процесса деформирования и уплотнения агрегированных ультрадисперсных оксидных порошков при ХИП и влиянии этого процесса на формирование структуры и свойств прессовок и керамики. Решение научной задачи позволило определить условия формирования бездефектной структуры прессовок со свойствами необходимыми для получения конструкционной керамики с высокой прочностью.

*Основное содержание диссертации опубликовано в работах:*

1. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Чайка Э.В. Влияние температуры обжига гидроксида алюминия на возможность получения изделий с применением ХИП и на свойства корундовой керамики // Огнеупоры и техническая керамика. – 1996. – №11. – С. 34-36.

2. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Чайка Э.В. Влияние давления холодного изостатического прессования и температуры спекания на свойства керамики из частично стабилизированного ZrO<sub>2</sub> // Огнеупоры и техническая керамика. – 1997. – №8. – С. 17-21.

3. Чайка Э.В., Тимченко В.М., Акимов Г.Я. Механическая обработка компактов, полученных с использованием холодного изостатического прессования // Физика и техника высоких давлений. – 1998. – Т.8, №3. – С. 26-30.

4. Акимов Г.Я., Бейгельзимер Я.Е., Тимченко В.М., Чайка Э.В. Исследование процессов уплотнения порошковых керамических материалов холодным изостатическим прессованием // Физика и техника высоких давлений. – 1999. – Т.9, №2. – С. 44-51.

5. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Васильев А.Д., Чайка Э.В., Самелюк А.В. Влияние ХИП на прочность керамики, изготовленной из порошка ZrO<sub>2</sub>+3мол.%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // Огнеупоры и техническая керамика. - 1999. - №10. - С.22-25.

6. Бейгельзимер Я.Е., Акимов Г.Я., Чайка Э.В. Модель процесса гидростатического уплотнения порошков керамических материалов // Физика и техника высоких давлений. – 2000. – Т.10, №1. – С. 38-44.

7. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Чайка Э.В. Влияние обжига гидрооксида, давления ХИП и температуры спекания на свойства керамики  $ZrO_2 + 3\text{мол.}\%Y_2O_3$  // Огнеупоры и техническая керамика. – 2002. – №1. – С.30-32.

8. Акимов Г.Я., Бейгельзимер Я.Е., Чайка Э.В. Особенности уплотнения агрегированных керамических порошков при изостатическом прессовании // Физика и техника высоких давлений. – 2003. – Т.13, №4. – С. 93-99.

9. Chayka E.V., Akimov G.Ya. Fabrication of perfect ceramic green ware using cold isostatic pressing // Advances in Science and Technology. – Vol.30, 10<sup>th</sup> International Ceramics Congress, Part A. – Ed. P. Vincenzini. – Faenza: Techna Srl. – 2003. – P. 691-697.

10. Пат. 34404 Україна МКВ 7 B21B39/16, F16C17/00. Роликовий вузол ввідної роликової коробки (варіанти): Пат. 34404 Україна МКВ 7 B21B39/16, F16C17/00/ В.П. Алексеев, Г.Я. Акімов, Ю.А. Дарда, Л.О. Петрусенко, Е.В. Чайка; ТОВ "Еталон". – № 2000063187; Заявл. 02.06.00; Опубл. 15.06.04; Бюл. №6, 2004р.

11. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Чайка Э.В., Алексеев В.П., Дарда Ю.А., Петрусенко Л.А. Отделка труб пластическим деформированием с использованием инструмента из диоксида циркония // В сб. "Композиционные материалы в промышленности (СЛАВПОЛИКОМ-2000)". Матер. 20-й междунар. конф., 30 мая - 1 июня 2000г., г. Ялта. – Киев: АТМ Украины, – 2000. – С. 5-6.

12. Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Чайка Э.В. Использование холодного изостатического прессования в технологии оксидной керамики конструкционного и инструментального назначения // Междунар. научно-техн. конф. "Технология и применение огнеупоров и технической керамики в промышленности". 7-8 апреля 2004г. Тезисы докладов. – Харьков: Каравелла. – 2004. – С. 38-40.

*В статьях автору принадлежит:*

[1-3, 5, 7] – исследование влияния давления ХИП и свойств порошковых материалов на плотность и прочность прессовок и спеченной керамики.

[4, 8] – анализ компрессионных зависимостей с помощью модели уплотнения агрегированных порошков; определение этапов ХИП агрегированных порошков; определение характерных значений коэффициента сдвигового сцепления и коэффициента внутреннего трения; метод определения прочности гранул и агрегатов частиц.

[6] – расчет параметров модели, анализ процесса уплотнения и деформации порошкового материала вокруг крупной поры, определение влияния свойств порошков на процесс деформации материала.

[3, 9] – исследование влияния структуры спрессованного материала и давления прессования на обрабатываемость прессовок; определение влияния свойств порошкового материала на последовательность технологиче-

ских операций изготовления керамики.

[10-12] – разработка конструкций, технологических операций формообразования заготовок с помощью ХИП, изготовление опытных изделий, оценка работоспособности.

### АНОТАЦІЯ

Е.В.Чайка «Дослідження процесу деформування ультрадисперсних оксидних порошків при холодному ізостатичному пресуванні з метою одержання високоміцної кераміки». - Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.03.05 - Процеси і машини обробки тиском. Донецький національний технічний університет, Донецьк, 2005.

Дисертація присвячена вирішенню актуальної задачі формування з агрегованих ультрадисперсних оксидних порошків пресовок із структурою, що забезпечує одержання конструкційної кераміки з високими властивостями. Для цього проведено дослідження процесу ущільнення порошків при ХІП. Визначено вплив властивостей порошків на процес ХІП, властивості пресовок і спеченої кераміки. Показано, що для виготовлення якісної, кераміки необхідне одержання пресовок з рівномірною структурою, що складається з часток порошку. Розроблено спосіб визначення робочого тиску ХІП, що забезпечує одержання такої структури. За допомогою розробленої математичної моделі проведено дослідження процесу ущільнення порошкового матеріалу навколо великої межагрегатної пори. Встановлено закономірності процесу і дані рекомендації що до поліпшення властивостей порошків. Визначено послідовність виготовлення керамічних виробів, що враховує різницю у властивостях вихідних порошків. З кераміки на основі діоксида цирконію виготовлені дослідні партії виробів, що показали високу працездатність.

**Ключові слова:** холодне ізостатичне пресування, керамічні порошки, оксидна кераміка, пористість, ущільнення, умова пластичності.

### АННОТАЦИЯ

Э.В.Чайка «Исследование процесса деформирования ультрадисперсных оксидных порошков при холодном изостатическом прессовании с целью получения высокопрочной керамики». - Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.03.05 - Процессы и машины обработки давлением. - Донецкий национальный технический университет, Донецк, 2005.

Диссертация посвящена решению актуальной задачи формирования из агрегированных ультрадисперсных оксидных порошков пресовок со структурой, обеспечивающей получение конструкционной керамики с высокими свойствами. Исследование проводили на порошках, пресовках и спеченных

образцах диоксида циркония ( $\text{ZrO}_2 + 5,1\% \text{Y}_2\text{O}_3$ ), оксида алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + 0,4\% \text{MgO}$ ), оксида магния ( $\text{MgO}$ ) и гидроксиапатита ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ).

Рассмотрено состояние вопроса по разработке и исследованию новых оксидных керамических материалов. Проанализированы существующие способы получения заготовок керамических изделий из оксидных порошков. Установлено, что для изготовления таких изделий перспективно использование технологии ХИП. Показано, что основной проблемой данной технологии является проблема получения качественной структуры материала. Стремление использовать ультрадисперсные порошки для получения более прочной мелкокристаллической керамики сталкивается с проблемой агрегации порошков, являющейся причиной образования дефектов: пор и микротрещин.

Для решения поставленной в работе задачи проведено исследование процесса ХИП оксидных порошков с одновременным анализом структуры прессовок и изучением свойств спрессованных и спеченных материалов. Получены новые данные, позволившие установить стадийный характер данного процесса, вызванный последовательным перемещением и деформированием гранул, агрегатов и частиц порошков. Показано, что стадийность процесса уплотнения зависит от степени агрегации порошков.

С помощью модельных представлений, основанных на использовании условия пластичности пористых и порошковых материалов выполнен анализ компрессионных зависимостей, изучены и описаны закономерности уплотнения и изменения структуры агрегированных порошков. Показано, что свойства гранул, агрегатов и частиц порошков могут быть охарактеризованы значением коэффициента сдвигового сцепления  $K$  и коэффициентом внутреннего (межчастичного) трения  $\alpha$ . Установлено, что для изготовления качественной, плотной керамики необходимо получение прессовок с равномерной структурой, состоящей из частиц порошка. Разработан способ определения рабочего давления ХИП керамических заготовок, обеспечивающего получение оптимальной структуры материала прессовок.

Проведено теоретическое исследование процесса уплотнения порошкового материала в окрестности крупной межагрегатной поры. Построена математическая модель, позволившая установить влияние свойств порошковых материалов на характер изменения пористости при прессовании.

Исследовано влияние режимов обработки керамических порошков на процесс уплотнения и свойства материала. Установлено, что изменение свойств агрегированных керамических порошков в сторону увеличения коэффициента  $\alpha$  и уменьшения коэффициента  $K$  приводит к выравниванию плотности прессовок, снижению рабочего давления ХИП и повышает плотность и прочность спеченной керамики. В результате исследований получен

керамический материал на основе диоксида циркония с высокими свойствами (плотность  $5,97 \text{ г/см}^3$ , прочность  $900 \text{ МПа}$ , трещиностойкость  $6\text{-}10 \text{ МПа}\times\text{м}^{1/2}$ ), необходимыми для изготовления качественной керамики. Определена оптимальная последовательность изготовления керамических изделий с помощью ХИП, учитывающая различия в свойствах исходных порошков.

С использованием разработанных технологических операций подготовки порошкового материала, ХИП, и механической обработки прессовок из керамики на основе диоксида циркония изготовлены опытные партии изделий. Показана эффективность применения этой керамики для изготовления вставок люнетов токарно-фрезерных станков, роликов дозаторов, технических лезвий.

**Ключевые слова:** холодное изостатическое прессование, керамические порошки, оксидная керамика, пористость, уплотнение, условие пластичности.

## SUMMARY

E.V.Chayka «Deformation process investigation of fine oxide powders by cold isostatic pressing for high-strength ceramics fabrication». - Manuscript.

Thesis submitted for degree of Candidate of Technical Sciences under speciality 05.03.05 - Pressure Treatment Processes and Machines. - Donetsk National Technical University, Donetsk, 2005.

The work is devoted to an important problem of forming green compacts with the microstructure ensuring sintering of high-performance structural ceramics from granulated ultra-fine oxide powders. Solution of this problem starts from studying the powder densification at cold isostatic pressing (CIP). Effects of powder characteristics on CIP parameters and performance of both green compacts and sintered ceramics are determined. It is shown that the high-performance structural ceramics can be obtained only from homogeneous compacts with the microstructure consisting of crystalline particles. A method is developed to evaluate the best CIP pressure forming such microstructure.

Densification of a powder material in the vicinity of large intergranular pore has been simulated using a mathematical model. Mechanisms of the process were examined and suggestions were formulated as for optimization of powders performance.

A flow chart of ceramics production was constructed taking into account possible variations in initial powders performance. Structural ceramic prototypes were manufactured from partially stabilized zirconia. High in-field performance of these prototypes was demonstrated.

**Key words:** cold isostatic pressing, ceramic powders, oxide ceramics, porosity, compacting, toughness requirement.