УДК 621.762.4

ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ХОЛОДНОГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ В ТЕХНОЛОГИИ КОНСТРУКЦИОННОЙ КЕРАМИКИ ИЗ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ОКСИДНЫХ ПОРОШКОВ

© *Канд. техн. наук* ***Э.В. Чайка,*** *канд. физ.-мат. наук* ***Г.Я. Акимов,***
канд. физ.-мат. наук ***И.М. Тимченко***

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины

Рассмотрен процесс уплотнения агрегированного порошка диоксида циркония при давлении холодного изостатического прессования 0,1—0,8 ГПа. С помощью модели стадийного уплотнения агрегированных порошков определены этапы процесса уплотнения и прочность агрегатов. На примере прессовок с размерами до 75 мм показано, что с ростом давления прессования плотность порошкового материала изменяется одинаково по всему объему заготовок. Полученные в работе результаты могут быть использованы при разработке технологических операций получения керамических изделий, изготавливаемых с помощью холодного изостатического прессования.

Акимов Г. Я.
руководитель отдела технической керамики

Введение

Оксидная керамика является перспективным материалом для изготовления изделий конструкционного и инструментального назначения. Развитие технологии таких изделий в настоящее время связывают с использованием высокодисперсных исходных порошковых материалов, разработкой новых и совершенствованием известных методов формования заготовок, оптимизацией технологии спекания, повышением производительности и снижением себестоимости механической обработки спеченной керамики. Целью проводимых работ является создание технологии производства изделий любой сложной формы с высокими физико-механическими свойствами материала.

Одним из известных перспективных способов получения керамики с высокими свойствами является технология, основанная на использовании холодного изостатического прессования (ХИП) в качестве операции формования порошковых заготовок, подвергаемых затем механической обработке и спеканию. Благодаря использованию пресс-форм из эластичных материалов ХИП позволяет получать заготовки сложной формы, требующие проведения механической обработки в минимальном объеме. При этом прочность спрессованного порошкового материала оказывается достаточной для выполнения части операций механической обработки до спекания. В результате этого значительно уменьшается объем шлифования спеченных заготовок и снижается себестоимость изделий.

При использовании ХИП в производстве конструкционной керамики из ультрадисперсных и нанокристаллических порошков возникает ряд вопросов, связанных с разработкой режимов технологических операций прессования, механической обработки и спекания заготовок. К таким вопросам, требующим выяснения, относится определение влияния размера прессовок на распределение плотности в объеме изделия и определение влияния давления прессования на структуру и свойства (плотность и прочность) спрессованного материала. Возможное различие в плотности по объему прессовок может приводить к неравномерности усадки и искривлению формы изделий во время спекания. Неправильный выбор давления прессования сказывается на качестве операции механической обработки прессовок и процессе консолидации материала при спекании.

Для выяснения поставленных вопросов были проведены эксперименты, направленные на изучение влияния ХИП на свойства и структуру прессовок из ультрадисперсного керамического порошка диоксида циркония в системе ZrO_2+ 3 мол. % Y_2O_3. В исследовании использовали порошок ЦрО-И-5 ТУ48-0502-01—89 производства Вольногорского государственного горно-металлургического комбината. Прессовки получали с помощью ХИП порошка в свободной оболочке. Максимальное давление прессования равнялось 0,8 ГПа. Плотность образцов определяли расчетным методом.

Эксперимент

Для правильного понимания процессов, происходящих при уплотнении порошков при ХИП, необходимо знать, как плотность материала зависит от размеров прессовок. Это позволяет установить адекватность процессов уплотнения порошков в исследуемых образцах и изделиях разной формы. С этой целью на образцах, отличающихся размерами, был проведен эксперимент по определению зависимости плотности от давления прессования. Использовали цилиндрические образцы из порошка диоксида циркония, которые подвергали ХИП при давлениях 0,05—0,8 ГПа. Диаметр и длина больших образцов равнялись 50 и 75 мм соответственно, средних образцов — 20 и 75 мм; малых — 10 и 50 мм. Полученные зависимости плотности от давления прессования показывают, что размеры прессовок не влияют на величину плотности спрессованного материала (рис. 1). Различия в плотности разных по размеру образцов не превышают 1 %.

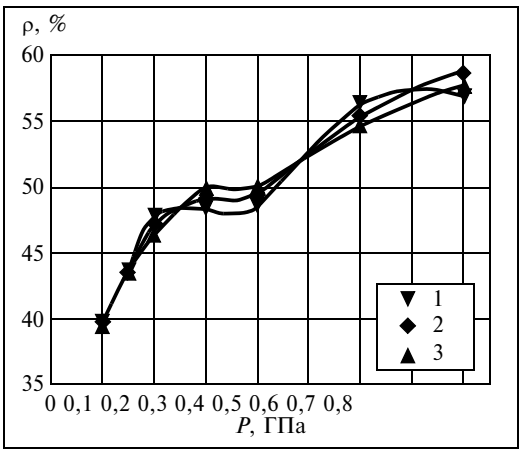

Рис. 1. Зависимость относительной плотности ρ прессовок порошка диоксида циркония от давления прессования *P*: малый образец — 1; средний образец — 2; большой образец — 3

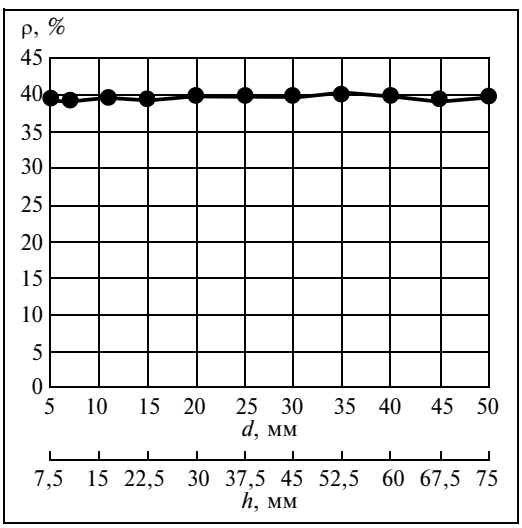

Рис. 2. Относительная плотность ρ прессовки порошка диоксида циркония при изменении размера образца (*d* — диаметр, *h* — высота образца)

Другой эксперимент был направлен на определение анизотропии плотности спрессованного материала. Для этого массивный цилиндрический образец из порошка диоксида циркония обтачивали и периодически с помощью расчетного метода определяли его плотность. Исходный образец был спрессован при давлении 0,1 ГПа и имел следующие размеры: диаметр 50, длина 75 мм. Полученные результаты свидетельствуют о том, что при данных размерах изменение плотности от поверхности к середине прессовки не наблюдается (рис. 2). Таким образом, эксперименты показали, что с увеличением давления прессования плотность во всех сечениях прессовок изменяется одинаково и не зависит от их размеров.

Несмотря на одинаковую плотность, спрессованный порошковый материал может содержать множественные дефекты в виде крупных пор и микротрещин. Появление дефектов вызвано неоднородностью упаковки частиц порошка при прессовании заготовок из-за сцепления и спонтанной агрегации ультрадисперсных порошков под действием сил Ван-дер-Ваальса. При прессовании агрегированных порошков формируется арочная структура материала, которая препятствует равномерному заполнению частицами порошка объема прессовки и приводит к образованию дефектов структуры.

Для уменьшения агрегации ультрадисперсных порошков используют различные методы (введение диспергирующих добавок, ультразвуковое воздейст-

вие, грануляцию порошков и др.), которые направлены на снижение прочности связи между частицами в формирующихся агрегатах. Однако часто полного дезагрегирования достичь не удается. При ХИП приложение к керамическому порошку, заключенному в эластичную оболочку, всестороннего равномерного давления приводит к дроблению агрегатов частиц и способствует формированию однородной структуры материала. Поскольку прочность гранул и агрегатов у различных порошков разная, то возникает задача определения оптимального давления прессования, при котором формируется однородная структура с минимальным количеством и размером крупных пор. Кроме того, величина давления прессования должна выбираться таким образом, чтобы сформированная структура и свойства спрессованного материала допускали возможность проведения механической обработки заготовок до спекания.

Полученные в эксперименте зависимости плотности от давления прессования (см. рис. 1) свидетельствуют о стадийном характере процесса уплотнения, что является типичным для дисперсных материалов [1, 2]. Видно, что диаграмма уплотнения состоит из чередующихся участков экспоненциальной и линейной зависимости плотности прессовок от давления прессования. Причиной стадийности уплотнения является периодическая трансформация структуры материала, вызванная последовательной деформацией гранул, агрегатов и частиц ультрадисперсных агрегированных порошков. Проведенные ранее исследования [3] микроструктуры и свойств прессовок из порошков оксидов показали, что процесс уплотнения агрегированных керамических порошков можно разделить на этапы (табл. 1), которые характеризуются определенным видом структуры и механизмом деформации порошкового материала. Каждому этапу соответствует определенный диапазон давлений, величина которого зависит от свойств порошка.

Было замечено, что повышение давления ХИП до значений, соответствующих этапу деформации агрегатов и образованию однородной структуры, состоящей из частиц порошка, приводит к увеличению плотности и прочности материала при спекании. В то же время исследование обрабатываемости точением прессовок показало, что материал с однородной структурой трудно поддается обработке. При точении с приемлемыми с позиции производительности режимами резания происходит разрушение заготовок. Лучшей обрабатываемостью отличается материал, в структуре которого присутствуют агрегаты частиц. В этом случае отделение срезаемого слоя материала происходит легко по границам агрегатов. Поэтому при изготовлении с помощью ХИП керамики из ультрадисперсных порошков целесообразно сначала проводить операцию предварительного прессования заготовок, которые будут подвергаться механической обработке, а затем операцию допрессовывания, направленную на формирование однородной структуры материала.

Преимуществом такой схемы двустадийного прессования является также возможность использования при предварительном прессовании пресс-форм с жесткими металлическими элементами. При их использовании увеличивается размерная точность прессовок и формируются необходимые для проведения операций механической обработки опорные поверхности. В этом случае возникающая в некоторых участках прессовки неравноплотность материала устраняется повторным прессованием в свободных оболочках. В соответствии с предложенным поэтапным процессом прессования (см. табл. 1) структура материала, пригодная для обработки резанием, соответствует второму этапу уплотнения, а равномерная структура, обеспечивающая высокие свойства керамики, — третьему.

Таблица 1. Этапы уплотнения агрегированных керамических порошков при прессовании

№ 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

Теория

Исследование микроструктуры прессовок с помощью электронной микроскопии позволяет обнаружить стадийный характер уплотнения, но определить диапазон давлений, соответствующий каждой стадии, оказывается весьма затруднительным. Также с помощью такого исследования невозможно дать какую-либо количественную оценку прочности агрегатов. Для выполнения такой оценки можно воспользоваться моделью стадийного уплотнения агрегированных порошков, описанной в статье [4].

Известно, что деформирование порошковых материалов при изостатическом прессовании может происходить как за счет деформирования гранул, агрегатов и частиц порошка, так и за счет их скольжения относительно друг друга. Поэтому согласно работе [5] условие пластичности порошкового тела можно представить в виде:

$$\frac{P^2}{\psi(\rho)} + \frac{\tau^2}{\varphi(\rho)} = \rho k^2, \qquad (1)$$

где p — макроскопическое гидростатическое давление; τ — интенсивность девиатора макроскопических напряжений; ρ — относительная плотность; k — предел текучести порошкового материала при сдвиге; $\psi(\rho)$, $\varphi(\rho)$ — функции пористости, равные

$$\psi(\rho) = \frac{2}{3}\frac{\rho^3}{1-\rho}, \varphi(\rho) = \rho^2.$$

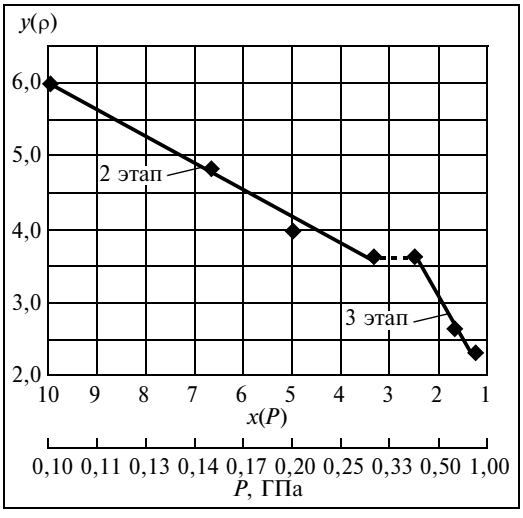

Рис. 3. Компрессионная зависимость для среднего образца в координатах x (P), y (ρ)

Для порошковых материалов, способных уплотняться за счет скольжения контактирующих частиц, k принимают равным:

$$k = K + \alpha p, \qquad (2)$$

где K — коэффициент сдвигового сцепления; α — коэффициент межчастичного трения.

При изостатическом обжатии порошков $\tau = 0$ и из (1), (2) следует, что:

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

Полученное выражение можно использовать в качестве уравнения прессования порошков при ХИП. Входящие в уравнение (3) коэффициенты K и α являются характеристиками порошкового материала. Коэффициент сдвигового сцепления K характеризует на разных этапах прочность гранул, агрегатов и частиц порошкового материала, а коэффициент межчастичного трения α указывает на вид структуры и механизм уплотнения порошка. Поскольку значения коэффициентов зависят как от природы порошкового материала, так и от технологии его изготовления, то имеется возможность не только проследить за изменением свойств материала в процессе его уплотнения, но и установить влияние технологии получения порошков на эти свойства, дать рекомендации по совершенствованию свойств порошков применительно к технологии ХИП.

Границы этапов и значения коэффициентов можно определить из уравнения прессования путем отображения зависимости плотности от давления прессования в координатах:

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

В этих координатах диаграмма уплотнения (см. рис. 1) имеет вид ломанной (рис. 3, табл. 2). Каждое звено ломанной соответствует определенному этапу уплотнения. Точки перегибов определяют границы этапов. Таким образом определяются диапазоны давлений ХИП, соответствующие образованию той или иной структуры материала.

В работе [3] было показано, что с ростом давления прессования при переходе от одного этапа уплотнения к другому значения коэффициентов K и α изменяются определенным образом. По значениям этих коэффициентов можно определить структуру материала и механизм уплотнения на каждом этапе, не прибегая к данным электронной микроскопии. Так, значение коэффициента внутреннего трения α зависит от механизма уплотнения порошкового материала. Чем больше запретов на пути деформации порошковой среды, тем выше коэффициент α. Было установлено, что значение коэффициента α, равное 0, означает, что происходит пластическая деформация частиц порошков. Значения α порядка 1 указывают на дробление крупных частиц порошка. Значения α, близкие к 2, означают, что уплотнение происходит в результате перемещения и плотной укладки частиц порошка. Если значения α превышают 2,5—3, то это означает, что процесс уплотнения идет за счет перемещения и плотной укладки пористых элементов порошкового материала — агрегатов или гранул. Таким образом, полученное в результате расчета значение коэффициента α служит индикатором процессов, происходящих в порошковой прессовке на разных стадиях прессования. Наблюдаемые отличия расчетных значений коэффициента α от указанных значений объясняются неоднородностью реальных порошков как по форме, так и по размерам частиц.

Периодическое увеличение коэффициента сдвигового сцепления вызвано тем, что с ростом давления деформации подвергаются все более прочные элементы порошкового материала (сначала гранулы, а затем агрегаты и частицы). Коэффициент K характеризует прочность связи между гранулами порошка на первом этапе уплотнения, между агрегатами на втором и между частицами порошка на третьем этапе. На четвертом и пятом этапах уплотнения значения коэффициента K характеризуют прочностные свойства самого материала.

Определение коэффициента K в сочетании с измерением плотности и размеров гранул и агрегатов позволяет дать полную оценку свойствам этих элементов керамических порошков. Как правило, о прочности агрегатов судят по величине давления прессования $P_{кр}$, при котором происходит смена механизмов уплотнения и переход к очередному этапу прессования [1].

Таблица 2. Значения коэффициентов K и α на втором и третьем этапе ХИП

№ этапа ХИП	Давление ХИП P, ГПа	Плотность прессовки ρ, %	Коэффициенты	
			K, МПа	α
2	0,1—0,3	40—49	370	2,32
3	0,4—0,8	49—58	1050	0,96

Однако этот критерий является недостаточно достоверным, поскольку указанное давление зависит как от прочности самих агрегатов, так и от других параметров: величины контактного сечения прессовки, размеров агрегатов, площади межчастичных контактов, степени агрегирования порошка и пр. Поэтому для оценки прочности агрегатов удобным оказывается использование значения коэффициента сдвигового сцепления K, который на третьем этапе уплотнения характеризует прочность связи между частицами порошка, т. е. прочность агрегатов. Так, в рассматриваемом случае прочность агрегатов составляет 1050 МПа.

Выводы

Исследование показало, что плотность прессовок разного размера, полученных ХИП ультрадисперсных порошков диоксида циркония, с ростом давления прессования изменяется одинаково по всему объему прессуемых заготовок. Наличие в порошковом материале гранул и агрегатов частиц приводит к стадийности процесса ХИП. Уравнение прессования (3) позволяет определить границы между этапами уплотнения порошкового материала. При этом значение коэффициента межчастичного трения α, входящего в уравнение, указывает на вид структуры и механизм уплотнения порошка на том или ином этапе прессования, а коэффициент сдвигового сцепления K характеризует прочность гранул, агрегатов и частиц материала.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ***Шуляков Ю.М., Трухан Ю.В.*** Общая закономерность уплотнения дисперсных материалов // Порошковая металлургия. 1977. № 4. С. 32—37.
2. ***Кабанова М.И., Дубок В.А., Ночевкин С.А.*** Микроструктура и пористость прессовок порошков диоксида циркония, полученных при давлениях до 6 ГПа // Порошковая металлургия. 1991. № 9. С. 69—74.
3. ***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.
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. ***Бейгельзимер Я.Е., Гетманский А.П., Алистратов Л.И.*** Условие пластичности для порошков твердосплавных смесей // Порошковая металлургия. 1986. № 12. С. 11—15.
6. ***Niesz D.E., Bennett R.B., Snyder M.J.*** Strength characterization of powder aggregates // Amer. Ceram. Soc. Bull. 1972. Vol. 51. № 9. P. 677—680.

Международный керамический сервер CeraMMix 2000 представляет 5-ю Международную деловую встречу для предприятий огнеупорной и керамической отраслей Украины, стран СНГ и Западной Европы RefraMat 2006 14—15 сентября 2006 г. в г. Славянске, Украина

- **Огнеупоры и техническая керамика**
- **Технологии. Сырье, материалы**
- **Аспекты энергосбережения**

✶ Компания «Дон-Клио», Славянск, Украина
✶ Международный керамический сервер CeraMMix 2000 (http://www.cerammix.com)
✶ Международный центр независимых рыночных исследований для керамической промышленности

приглашают вас принять участие в деловой встрече руководителей и технических специалистов огнеупорных, керамических огнеупорных, металлургических, коксохимических и машиностроительных предприятий.

Цели форума

✶Анализ рынка сырья, материалов, технологий огнеупорных производств
✶ Современные тенденции в техническом перевооружении предприятий
✶ Стратегия продвижения продукции на рынки Украины, стран СНГ, Европы и Азии
✶ Консолидация партнеров — производителей и поставщиков сырья и материалов
✶ Поиск отечественных и зарубежных партнеров для производства эффективной, качественной продукции для предложения ее на рынках
✶ Организация эффективной системы сбыта продукции
✶ Современные энергосберегающие технологии
✶ Повышение качества выпускаемой продукции

Основные вопросы для обсуждения

Современная огнеупорная продукция — проблемы качества, надежности и ценообразования
Огнеупоры — основная составляющая для решения вопросов энергосбережения на предприятиях керамической, металлургической, машиностроительной и других отраслей промышленности
Вопросы модернизации и технического перевооружения производств на базе современных технологий
Концепции развития огнеупорной промышленности на период 2007—2010 гг.
Возможности огнеупорных производителей Украины и зарубежных стран для современных производств
Вопросы техперевооружения предприятий — предложения производителей оборудования для производства огнеупоров и тепловых агрегатов из Украины, Германии, Италии, России
Вопросы повышения качества выпускаемой продукции
Оптимизация технологических процессов с применением современных технологий

Для участия в Деловой встрече свяжитесь с организаторами по тел./факсу: 380 6262 28166.
Заявки подаются по этому же телефону.
Адрес электронной почты: cmm2000@ukr.net
Адрес: RefraMat 2006, а/я 35, г. Славянск, 84100, Украина

На Деловой встрече свою продукцию представят ведущие отечественные и зарубежные предприятия, поставщики огнеупора и огнеприпаса, а также современных печей, прессов, изостатов, смесителей и другого оборудования, которые расскажут о последних достижениях технологий в области огнеупорных, металлургических и машиностроительных производств. Во время Деловой встречи будут сделаны доклады, касающиеся применения современных жестких и волокнистых огнеупоров с температурами от 1000 до 1420 °С для керамических, металлургических, машиностроительных и других производств. Представлены современные энергосберегающие технологии.

Информационная поддержка события в Интернете осуществляется Международным керамическим сервером CeraMMix 2000, специализированными изданиями России, Германии, Чехии, Ближнего Востока.

Применение современных технологий — основной компонент доктрины энергосбережения и повышения качества!