

На правах рукописи

Двилис Эдгар Сергеевич

РАЗВИТИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ ОСНОВ
И РАЗРАБОТКА СПОСОБОВ ХОЛОДНОГО
ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ
С ПРИМЕНЕНИЕМ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

01.04.07 - физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Томск 2002

Работа выполнена в Научно-исследовательском центре перспективных и нетрадиционных технологий «Спектр» Томского политехнического университета.

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник
Хасанов Олег Леонидович.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор
Ильин Александр Петрович;
доктор технических наук, профессор
Романов Борис Павлович.

Ведущая организация: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии наук

Защита состоится ***25 июня 2002 г.*** в ***14*** часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.02 при Томском политехническом университете по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Томского политехнического университета

Автореферат разослан « ____ » _____ 2002 года.

Учёный секретарь диссертационного совета Д 212.269.02

доктор физико-математических наук

Коровкин М.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В современном материаловедении порошковые изделия и композиты рассматриваются как одни из наиболее перспективных материалов. Основой таких материалов являются порошки металлов, сплавов, керамических составов. Кардинальные улучшения характеристик изделий ожидаются от применения ультрадисперсных порошков (УДП) вследствие уникальности их структуры и свойств. В этой связи очевидна актуальность совершенствования методов порошковой технологии для создания нового поколения конструкционных и функциональных материалов. Особое место среди порошковых материалов занимает техническая керамика, которая иногда называется материалом XXI века, поскольку обладает широким комплексом эксплуатационных свойств, требуемых для изделий самого разнообразного назначения. Однако, для широкого применения керамических материалов требуется достижение высокой воспроизводимости их свойств при оптимальных технологических условиях изготовления.

Среди комплекса проблем порошковой технологии одной из важнейших является оптимизация этапов подготовки и компактирования порошков, особенно пылевидных УДП. Совершенство именно этих стадий технологического процесса является предпосылкой высокого качества конечных изделий. В частности, актуальной задачей является разработка относительно простых и гибких методов производства технической керамики, совмещающих или упрощающих стадии подготовки и компактирования порошков любого состава и морфологии, нечувствительных к недостаткам исходных порошков (или устраняющих их), с сохранением полезных свойств УДП, допускающих осуществление прессования как с использованием пластификаторов, так и без них. Разработка таких методов требует развития соответствующей теоретической базы.

Достаточно значимые теоретические исследования в этой области были проведены в середине XX века и с тех пор не претерпели каких-либо существенных изменений, учитывающих новые требования как к чистоте и качеству материалов, так и к сложности конструкций современной техники. Для развития существующих теоретических положений процессов уплотнения порошков необходимо всестороннее рассмотрение и анализ физических эффектов и важнейших факторов, характеризующих динамику параметров напряжённо-деформированного состояния порошкового тела (перепада плотности, упругих модулей, трения, и т.п.). Дальнейшее совершенствование процессов и методов компактирования представляется эффективным на основе такого подхода и с учётом его экспериментального подтверждения.

Цель работы. Развитие теоретических положений и физических моделей процесса уплотнения порошковых материалов и основанных на них методов сухого холодного компактирования в закрытых пресс-формах, разработка способов и оптимизация режимов прессования порошков, обеспечивающих равномерное распределение свойств компактов различной формы и приводящих к спеканию качественной керамики.

Для достижения указанной цели были поставлены и решены следующие основные задачи:

1. Разработка и обоснование практически применимых методов аналитического описания процесса уплотнения порошков в закрытых пресс-формах.

2. Теоретический анализ и аналитическое определение параметров напряжённо-деформированного состояния компактируемого порошкового тела и выделение параметров комплексной оценки эффективности процессов компактирования порошковых материалов.

3. Аналитическое обоснование и разработка практических решений существующих проблем способа прессования порошковых материалов в закрытых пресс-формах.

4. Разработка модели и определение критериев оптимального ультразвукового воздействия (УЗВ) в процессе компактирования порошков.

5. Аналитическое обоснование и разработка эффективной технологии совмещения прессования порошковых материалов с методами УЗВ.

6. Оценка влияния УЗВ на технологические, эксплуатационные и структурные характеристики порошкового материала и изделий технической керамики различных составов и назначения. Систематизация эффектов УЗВ в процессе компактирования порошков.

Научная новизна результатов работы.

1. Впервые предложена модифицированная безразмерная форма однопараметрического уравнения прессования порошков с однозначной физической интерпретацией входящих в него коэффициентов.

2. Впервые предложена методика выделения вкладов упругой и пластической составляющих процесса уплотнения порошкового тела в закрытой пресс-форме и определения параметров его напряжённо-деформированного состояния, упругих и реологических свойств.

3. Предложен новый подход к аналитическому описанию процесса укладки частиц порошкового тела, учитывающий реологические свойства частиц, полидисперсность и параметры межчастичного взаимодействия.

4. Впервые установлена аналитическая связь режимов УЗ-компактирования (амплитуда и частота колебаний, давление прессования) с формой и свойствами порошкового тела, в зависимости от ориентации колебательного смещения стенки матрицы относительно оси прессования.

5. Впервые предложено выражение для определения перепада плотности в прессовке вдоль оси прессования в случае разнонаправленного движения частей боковой поверхности матрицы пресс-формы, с учётом возможных различий условий пристенного трения, развитого у этих частей.

6. Предложено уравнение, связывающее величину относительных микронапряжений кристаллитов со средним размером областей когерентного рассеяния (ОКР) в обратно пропорциональной зависимости. Впервые предложено использовать величину экспериментального отклонения от указанной зависимости для оценки степени отклонения параметров микроструктуры материала от термодинамически равновесного состояния.

7. Впервые проведена систематизация эффектов УЗВ на различных этапах УЗ-компактирования по типу, характеру и результатам влияния на свойства прессовок и характеристики спечённой керамики.

Практическая значимость работы.

1. На основе предложенного уравнения прессования и установленной аналитической взаимосвязи его коэффициентов с параметрами порошкового тела могут быть определены:
 - оптимальные технологические режимы УЗ-компактирования, обеспечивающие формирование равномерноплотных прессовок и изготовление качественных керамических изделий сложной формы;
 - основные технологические свойства прессуемых порошков (уплотняемость, упругое последствие, коэффициенты бокового давления и др.), необходимые для проектирования пресс-форм, прогнозирования свойств компактов и формоизменения спечённой керамики.
2. Разработанный способ компактирования в конической полости, способ коллекторного прессования с автовыравниванием плотности и напряжений вдоль оси прессования (в том числе с применением УЗВ), а также сконструированные на их основе пресс-формы показали практическую эффективность для:
 - расширения диапазона давлений прессования порошков, склонных к разрушению на стадии извлечения,
 - управления равномерностью распределения свойств прессовки и формоизменением спечённого изделия;
 - изготовления прессовок всех групп сложности и изделий нетрадиционной для порошковой технологии формы;
 - уменьшения количества брака на стадии извлечения прессовок из пресс-форм;
 - упрощения и удешевления производства и обслуживания пресс-форм с возможностью реализации многоместной схемы компактирования прессовок простой формы.

Указанные способы и режимы сухого прессования использованы для изготовления опытных образцов торцевых керамических уплотнений из УДП ZrO_2 -3%мол. Y_2O_3 для автотракторных двигателей, успешные эксплуатационные испытания которых проведены в ОАО «Алтайский завод агрегатов»; для изготовления опытных партий подложек из сегнетокерамики для датчиков инфракрасного диапазона по заказу фирмы Korea Electronics Co. (Южная Корея).

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Методика определения параметров напряжённо-деформированного состояния, упругих и реологических свойств порошкового тела в процессе его сухого холодного одноосного компактирования с использованием предлагаемой безразмерной формы однопараметрического уравнения прессования.
2. Аналитическое обоснование метода уплотнения порошковых материалов в конической полости пресс-формы, и аналитическое обоснование нового способа компактирования порошковых материалов в закрытых пресс-формах с автовыравнива-

нием плотности вдоль оси прессования разнонаправленными силами пристенного трения и устройства для реализации способа.

3. Методика аналитического и экспериментального определения оптимальных режимов УЗВ при компактировании порошков в зависимости от давления, текущих параметров состояния порошкового тела и схемы подведения колебаний относительно оси прессования.

4. Систематизация эффектов ультразвукового воздействия на различных этапах компактирования керамических порошков по типу, характеру и результатам влияния на свойства прессовок и спечённой керамики, основанная на результатах экспериментальных исследований процессов ультразвукового компактирования порошков различных керамических составов.

Апробация работы.

Материалы диссертации были доложены и обсуждены на шести областных и региональных научных и научно-практических конференциях, проводившихся в г.г. Томске, Новосибирске, Красноярске и Северске (на Областной научно-практической конференции молодёжи и студентов по техническим наукам и высоким технологиям (Томск, 1995 г.) доклад признан лучшим в секции и отмечен сертификатом первой степени); на семи Всероссийских научных и научно-практических конференциях, проводившихся в г.г. Москва, Обнинск, Екатеринбург, Звенигород; на международных конференциях и конгрессах: "Материаловедение высокотемпературных сверхпроводников" (Харьков, 26-29 сентября 1995), "SIBCONVERS'95" (Tomsk, 4-6 October, 1995), YSTM'96: "Молодежь и наука - третье тысячелетие" (Москва, 28 января - 2 февраля 1996, доклад отмечен дипломом второй степени), "Materials Research Society 1998 Spring Meeting" (San-Francisco, 13-17.04.98.), "Ультразвуковые технологические процессы – 2000" (Архангельск, 27-30 сентября 2000 г.), "Nanostructured Materials" (August 20-25, 2000, Sendai, Japan), на четырёх ежегодных Российско-Корейских симпозиумах по науке и технологии "KORUS" (KORUS'1998, KORUS'1999; KORUS'2000, KORUS'2001). В ФИПС подана заявка на патентование способа компактирования порошковых материалов с автовывравниванием свойств вдоль оси прессования разнонаправленными силами пристенного трения (приоритетная справка Роспатента № 2001134178 от 14.12.2001 г.).

Публикации.

Положения и результаты диссертационной работы опубликованы в 8 статьях в научных журналах, 42 тезисах докладов, материалах и сборниках научных трудов Российских и международных конференциях и конгрессах, получено Свидетельство Роспатента на полезную модель «Ультразвуковая пресс-форма» (№ 4248 от 16.06.97.). Список публикаций, отражающих основные положения и результаты диссертационной работы, приведён в конце автореферата.

Структура и объём диссертации.

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и приложения. Работа изложена на 240 страницах, включает 148 страниц текста, 85 рисунков, 11 таблиц, 124 формулы и список литературы из 107 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение содержит обоснование актуальности выбранной темы, формулировку наиболее общих целей работы, её научной новизны и практической значимости, сведения об апробации и защищаемые положения.

Первая глава посвящена литературному обзору и анализу особенностей, проблем и недостатков современных методов компактирования порошковых материалов, обоснованию и формулировке задач, поставленных в диссертационной работе.

Во второй главе обоснован выбор порошковых материалов для исследований, изложена краткая характеристика их свойств, области применения и недостатки. Перечислены свойства порошковых материалов, выбранные в качестве параметров отклика, чувствительных к технологическим факторам. Приводится описание используемого в экспериментах технологического оборудования, изложены методики проведения экспериментов и обработки полученных результатов.

Критериями выбора керамических порошков для исследований были перспективность материала для производства современной технической керамики и практическая актуальность исследований; наличие структурно-фазовых и других характеристик, чувствительных к внешним энергетическим воздействиям; относительная простота использования в лабораторных условиях; неблагоприятные свойства для процессов сухого компактирования (жесткость, плохая формуемость и низкая сцепляемость частиц). Исследовались керамические порошки различных составов и назначения, полученные различными способами: плазмохимические УДП $\text{ZrO}_2\text{-}3\%\text{мол.}\text{Y}_2\text{O}_3$ (3Y-ZrO₂) и УДП $\text{Dy}_2\text{O}_3\text{+TiO}_2$ (DT); порошки пьезокерамики – УДП $(\text{Ba,Sr})\text{TiO}_3$ (BST), полученный методом золь-гель осаждения и промышленный микронный порошок состава $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ (ЦТС-19). Исследуемые порошки характеризуются плохой формуемостью при сухом прессовании и склонностью к разрушению прессовок на стадии извлечения, чувствительностью эксплуатационных характеристик изготовленной из них керамики к посторонним примесям, фазовому составу, остаточной пористости и размеру зерна.

Для УЗВ на керамические порошковые материалы в состоянии насыпной плотности и для их компактирования с наложением УЗ-колебаний использовалось стандартное оборудование и специально разработанная для этих целей ультразвуковая и прессовая оснастка. Стандартное оборудование лабораторной установки состояло из ультразвукового генератора УЗГ-6.3 (диапазон частот 16 – 24 кГц, электрическая мощность 6,3 кВт) магнитострикционных преобразователей типа ПМС-15 универсального гидравлического пресса WK-18 с максимальным усилием на поршне 100 тонн (оснащён образцовым манометром с индикатором предельного отклонения).

Для экспериментов по осуществлению УЗВ на прессуемый материал были разработаны и изготовлены различные конструкции ультразвуковой прессовой оснастки: цилиндрические пресс-формы с радиальным подведением УЗ-колебаний к порошковому телу через стержневые волноводы постоянного и переменного сечения; цилиндрическая пресс-форма с двухстержневой колебательной системой для преобразования радиально-подведённых колебаний в колебания, ориентированные параллельно оси прессования; трёхстержневая колебательная система – контейнер для УЗВ на порошок в состоянии насыпной плотности. Подведение ультразвуковых колебаний осуществлялось двумя способами. В одном из них ультразвуковые колеба-

ния стенки матрицы были ориентированы перпендикулярно направлению приложения усилия прессования, в другом – параллельно. Частота УЗВ определялась резонансной частотой всей колебательной системы и оставалась неизменной на протяжении одной серии экспериментов.

Для исследования зависимости свойств прессовок и керамики из трудноуплотняемых порошков от давления прессования, с целью расширения диапазона давлений, компактирование проводилось в конической полости пресс-форм по разработанной технологии, описанной в главе 4.

Спекание прессовок в воздушной атмосфере проводилось в печах «Эмитрон» и «Lindberg Blue»; в вакууме – в печи СИВ-125/2,5.

По стандартным методикам были проведены прочностные испытания конструкционной керамики. Изгибная прочность измерялась на универсальной испытательной машине «Инстрон 1185» трёхточечным изгибом. Микротвёрдость и трещиностойкость измерялись на приборах MICROMET и ПМТ-3, на полированных образцах методом индентирования алмазной пирамидки при различных нагрузках.

Парораспределение и зернистость спеченной керамики оценивались по данным SEM-анализа (на электронных микроскопах JEOL JSM-820 и TOPCON ABT-32) и оптического анализа микроизображений (на металлографическом микроскопе «Неофот-21»). На полученных фотографиях исследовались средний размер и распределение пор по размерам с применением компьютерной программы ImageJ1.16. Зернистость оценивалась по микрофотографиям излома керамики методом секущих.

Для керамических порошков после УЗВ проводились исследования кристаллической структуры с использованием синхротронного излучения ускорителя ВЭПП-3. Фазовый рентгеноструктурный анализ спечённых образцов керамики проводился на установке D/Max-V. На обеих установках использовалось $\text{Cu K}\alpha 1$ излучение. По результатам анализа исследовались параметры кристаллической структуры, по уширению физического профиля рефлексов рентгенограммы, методом Холла – Вильямсона оценивались средние размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и величина относительных микронапряжений кристаллитов. Для многофазных систем рассчитывалось процентное содержание фаз. Расчёт параметров кристаллической структуры проводился при помощи программы Powder Cell 2.23.

В третьей главе проведён всесторонний анализ напряжённо-деформированного состояния порошкового тела, основных этапов и граничных условий процесса уплотнения. Разработана методика выявления вкладов упругой и пластической составляющих в этот процесс. Методика заключается в построении кривой уплотнения порошка, находящегося в пресс-форме под давлением, с циклическими разгрузками при разных давлениях и одновременной регистрацией прямых упругого расширения порошкового тела вдоль оси прессования. На основе полученных данных, с учётом упругой деформации элементов прессовой оснастки восстанавливалась кривая истинного необратимого уплотнения порошка. Путём прямого вычитания этой кривой из исходной кривой уплотнения в пресс-форме рассчитывалась кривая обратимого формоизменения порошкового тела при различных давлениях прессования. Таким образом в течение одного эксперимента по снятию кривой уплотнения одного образца с регистрацией прямых обратного хода могут быть получены три зависимости, характеризующие упругий и пластический вклады в общий процесс уплотнения.

Для анализа поведения порошкового тела при его уплотнении в закрытых пресс-формах и оценки влияния дополнительных технологических факторов и внешнего воздействия на этот процесс предложена модифицированная безразмерная форма уравнения Бережного:

$$\rho = b \cdot \ln P + 1 \quad (1)$$

где ρ – относительная плотность прессовки в долях единицы;

b – постоянный коэффициент, характеризующий способность прессуемого материала к уплотнению;

P – относительное давление прессования, равное отношению давления прессования к давлению, при котором достигается теоретическая плотность (к критическому давлению).

При определении постоянных коэффициентов этого уравнения можно использовать процедуру аппроксимации набора числовых данных, экспериментально полученной кривой необратимого (пластического) уплотнения порошка $\rho_{pl} = f(P)$ или рассчитать аналитически по предложенной методике с помощью выведенных формул. Для расчёта всех параметров предложенной формы уравнения прессования необходимо измерить плотность различных по высоте прессовок, полученных в одной и той же пресс-форме из одного и того же материала при одинаковом давлении прессования и провести прямое измерение потерь усилия прессования на преодоление сил пристенного трения при помощи разработанного устройства.

На основе предложенной формы уравнения прессования найдено выражение для определения перепада плотности $\Delta\rho$ прессовки по её высоте.

$$\Delta\rho = b \cdot \xi \cdot f \cdot \frac{S_6}{S_0} = b \cdot \frac{F_{тр}}{F_0} \quad (2)$$

где ξ – коэффициент бокового давления;

f – коэффициент пристенного трения;

S_6 – площадь боковой поверхности прессовки;

S_0 – её гидравлическая площадь;

$F_{тр}$ – сила пристенного трения;

F_0 – усилие прессования.

Полученное выражение позволяет однозначно интерпретировать физический смысл коэффициента b , предложенной формы уравнения прессования. Эта величина показывает какой перепад относительной плотности возникнет в прессовке по её высоте в момент, когда усилие прессования полностью расходуется на преодоление силы пристенного трения. Таким образом, коэффициент b – это максимально возможный для данного порошкового тела при данных условиях компактирования перепад относительной плотности в долях единицы, возникающий на расстоянии действия усилия прессования.

Разработанная методика построения кривых уплотнения и предложенная форма уравнения прессования позволяют провести анализ напряжённо – деформированного состояния порошкового тела и выявить зависимость основных технологических параметров прессовки от её реологических свойств. В частности, предложены аналитические выражения для нахождения следующих величин.

Величина упругого последствия по высоте прессовки как отношение обратимой (упругой – ρ_{el}) к необратимой (пластической – ρ_{pl}) составляющей процесса уплотнения:

$$\delta_h = \frac{\rho_{el}}{\rho_{pl}}. \quad (3)$$

Модуль продольной упругости, как произведение величин модуля продольной упругости для беспористого материала E_0 , относительной плотности порошкового тела и относительного давления прессования:

$$E_{пт} = E_0 \cdot \rho \cdot P. \quad (4)$$

При помощи предложенных выражений, с привлечением известных соотношений могут быть найдены другие характеристики порошкового тела: коэффициент Пуассона, упругие модули, скорость звука, коэффициенты бокового давления, внутреннего и пристенного трения, коэффициент связности.

Проведённый анализ параметров межчастичных связей (координационного числа N_c , относительного размера межчастичного контакта g , пористости частиц порошка $\Delta\theta$, отношения объёма V_q реальной частицы к объёму $V_{сф}$ идеальной сферической частицы эквивалентного размера, параметра полидисперсности n_q) в зависимости от плотности порошкового тела и давления прессования позволил получить выражение, моделирующее процесс упаковки частиц порошка под действием внешней нагрузки:

$$\rho_{пт} = \left[\frac{4}{\frac{12}{\pi} \cdot \frac{\sqrt{24}}{\sqrt{N_c}} - 2 \cdot N_c + N_c \cdot \sqrt{1 - g^2} \cdot (2 + g^2)} - \Delta\theta \right] \cdot \frac{V_{сф}}{V_q} \cdot \frac{n_q + 1}{n_q}. \quad (5)$$

Найдены аналитические условия эффективности применения УЗ-колебаний и схем их подведения в процессе компактирования в виде зависимости пороговых значений амплитуды A и частоты ζ от параметров состояния порошкового тела высотой h , давления прессования P_0 и свойств материала ультразвуковой пресс-формы (скорости звука $C_{ст}$ и модуля Юнга $E_{ст}$):

$$A \cdot \zeta > \frac{1}{2} \cdot C_{ст} \cdot \frac{P_0}{E_{ст}} \cdot \left(\xi_{уз} - \xi \cdot \frac{h}{h_{уз}} \cdot \frac{b}{b_{уз}} \cdot \frac{\rho_{уз}}{\rho} \right); \quad (6)$$

индекс “уз” относится к параметрам прессовки, полученной с использованием УЗВ.

В четвёртой главе проанализированы основные проблемы способа сухого одноосного компактирования порошковых материалов в закрытых пресс-формах. Показано, что основной причиной, ограничивающей применение способа, является пристенное трение. Предложены варианты решения проблемы с использованием полученных в третьей главе аналитических результатов. Теоретически обоснована технология компактирования порошков в конической полости, которая позволяет расширить диапазон давления прессования, снизить количество брака за счёт снижения разрушающего действия сил пристенного трения. Представлены схемы реализации предложенных решений с аналитическим обоснованием способов получения прессовок с заданным распределением свойств и с заданной формой после спекания.

Предложен принципиально новый способ прессования порошковых материалов в закрытых пресс-формах с автовыравниванием плотности вдоль оси прессования разнонаправленными силами пристенного трения (коллекторное прессование). Способ предназначен для производства бездефектных равноплотных порошковых изделий всех групп сложности (Рисунок 1.), в том числе в форме призм, цилиндров, конусов, спиралей, сегментов сфер, колец и комбинаций таких форм, изделий с развитой поверхностью, а также для многоместного прессования. Конструктивно разработаны варианты коллекторных пресс-форм для одно- и многоместного прессования равноплотных изделий любой группы сложности, в том числе вдоль криволинейной оси, в широком диапазоне давлений прессования, выходящим за пределы допустимого уровня механических напряжений элементов пресс-формы.

Сущность способа заключается в следующем. Прессование в объёме, ограниченном активными и пассивными формообразующими поверхностями сплошных или составных элементов пресс-формы осуществляют путём их взаимного перемещения вдоль оси прессования. Единую замкнутую, параллельную оси прессования поверхность изделия формируют принадлежащими различным формообразующим элементам частями пассивной формообразующей поверхности, разделённой вдоль оси прессования. Взаимное перемещение элементов организуют так, что силы пристенного трения, действующие вдоль этих частей, принадлежащих различным формообразующим элементам, направлены противоположно. Такой режим перемещения формообразующих элементов позволяет повысить равноплотность прессовки, исключить перепады плотности по её объёму, производить формование по криволинейной оси вдоль дуги окружности или спирали.

Перепад плотности прессовки, изготовленной этим способом, зависит от её геометрических параметров, коэффициента бокового давления и от соотношения сил трения, развитых на разнонаправленных частях пассивной формообразующей поверхности.

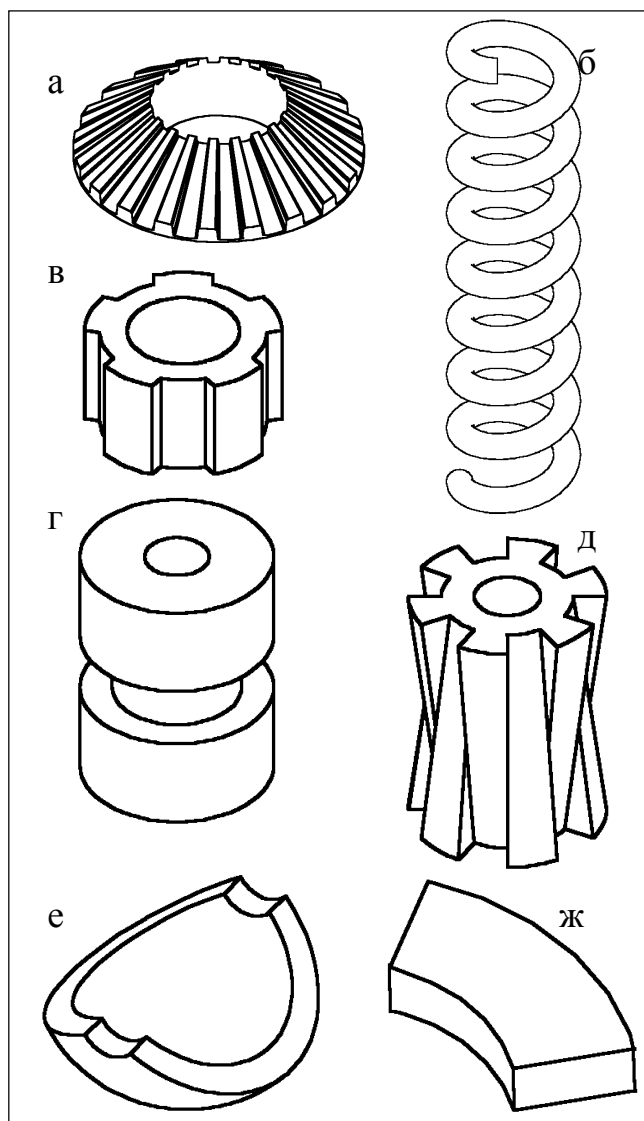


Рисунок 1. Порошковые изделия, для изготовления которых разработаны коллекторные пресс-формы.

$$\Delta\rho = b \cdot (\Pi' \cdot f' - \Pi'' \cdot f'') \cdot \xi \cdot \frac{h}{S_0}. \quad (7)$$

Указанный перепад отсутствует при равенстве встречно движущихся частей об-

щего гидравлического периметра ($P' = P''$) и при одинаковых условиях пристенного трения ($f' = f''$). При компактировании изделий сложной формы, для которых соблюдение условия равенства встречно движущихся частей периметра невозможно, к элементу пресс-формы, несущему на себе большую часть пассивной формообразующей поверхности можно подвести УЗ-колебания, снизив тем самым коэффициент трения, развитого на этой поверхности. Подбором параметров УЗ-колебаний можно добиться соблюдения условия равноплотности прессовки.

На основе результатов и выводов предыдущих глав выработаны и аналитически обоснованы рекомендации к использованию предложенных схем компактирования, в том числе с применением УЗВ в оптимальных режимах.

Разработаны конструкции пресс-форм, реализующих способ для одно- и многоместного прессования изделий простых форм и форм с развитой поверхностью. Коллекторным способом из необработанного плазмохимического порошка $3Y-ZrO_2$ без УЗВ и пластификаторов было изготовлено изделие VII группы сложности (крыльчатка бензонасоса, Рисунок 1.в) с перепадом плотности менее 0,5% (4% - перепад плотности для этого изделия, изготовленного обычным способом сухого одноосного одностороннего прессования).

В пятой главе изложены экспериментальные результаты исследований эффектов УЗ-компактирования различных керамических порошков. Изучены стандартные и выбранные в третьей главе комплексные параметры прессовок. Оценивались свойства спечённой керамики в зависимости от условий УЗ-компактирования: плотность, пористость, зернистость, микроструктура, параметры кристаллической решётки, механические и некоторые электрофизические свойства. В частности рассмотрены следующие физические эффекты, связанные с УЗ-компактированием.

Эффективность способов ориентации колебательного смещения относительно оси прессования оценивалась по данным измерения относительной плотности прессовок (Рисунок 2. а) из плазмохимического УДП $3Y-ZrO_2$, полученных в оснастке различных типов: с подведением колебаний в радиальном направлении (+) и с преобразованием колебательного смещения в параллельное оси прессования направление ($\square$).

Влияние УЗВ на качество прессовок различных керамических порошков оценивалось по величине их относительного упругого последействия (Рисунок 2. а, б, в) и по приросту их плотности относительно соответствующих значений, полученных без применения УЗВ (Рисунок 2 г, д, е). Для оценки механизмов влияния УЗВ исследования проводились на прессовках с различным отношением высоты к поперечным размерам (различным фактором формы).

Влияние УЗВ на параметры уплотнения плазмохимического УДП $3Y-ZrO_2$ оценивалось по изменению (с повышением мощности УЗВ) величин постоянных коэффициентов предложенной формы уравнения прессования, найденных аналитически и через процедуру аппроксимации экспериментальных данных кривых уплотнения, построенных по предложенной методике (Рисунок 3. а). Для этих же образцов с помощью предложенных выражений были найдены зависимости от уровня УЗВ других технологических характеристик: коэффициентов связности, бокового давления, внутреннего и пристенного трения, Пуассона, величины перепада плотности и параметра качества (отношение плотности к величине её перепада по высоте прессовки) прессовок с различным фактором формы.

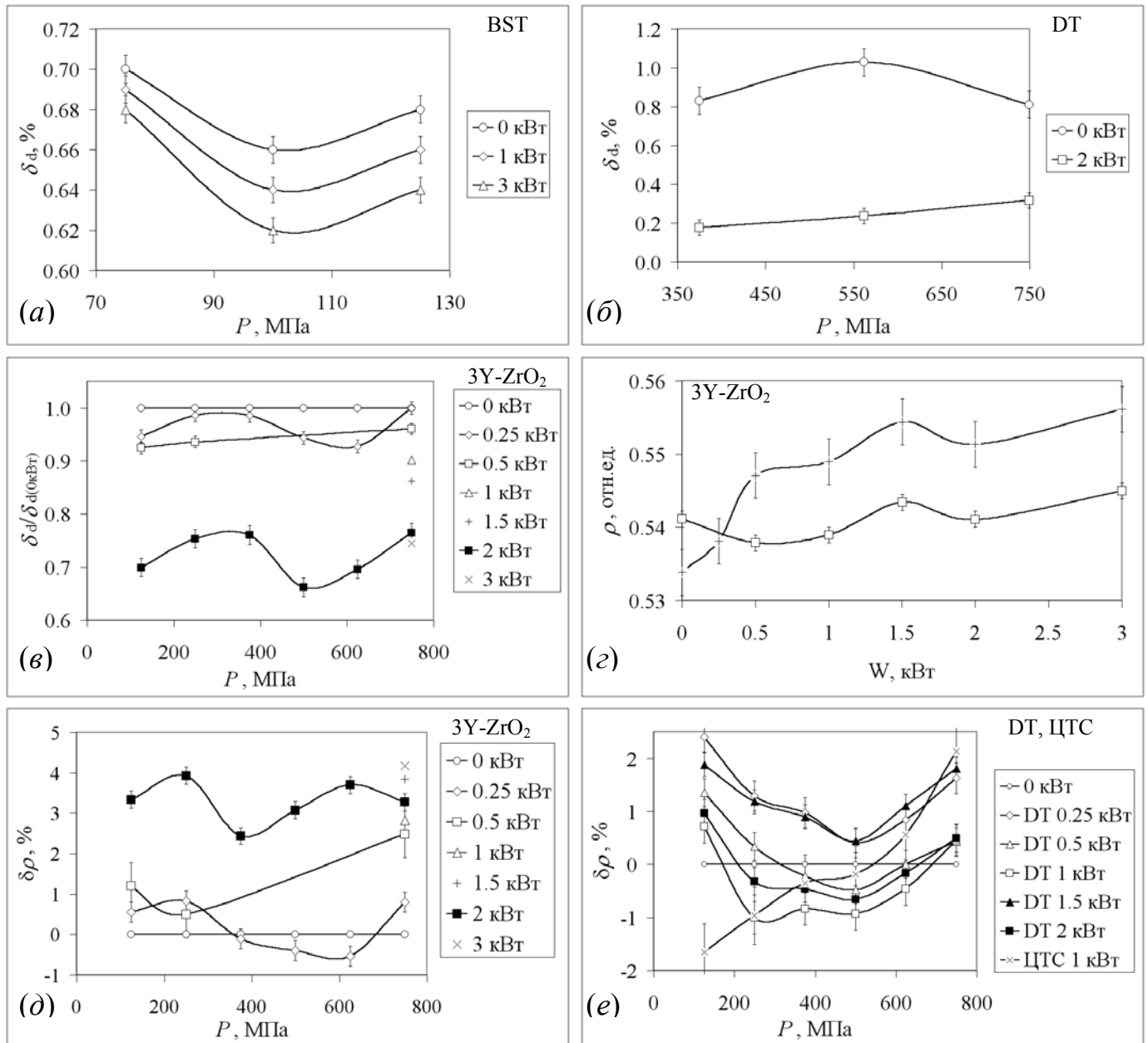


Рисунок 2. Зависимости относительной плотности, упругого последействия и прироста этих величин для прессовок порошков различных керамических составов и назначения от режимов и условий УЗ-компактирования.

Исследовалось влияние УЗВ на плотность и усадку керамики различных составов, спечённой на воздухе и в вакууме из образцов с различным фактором формы, спрессованных при различных уровнях УЗВ и способах ориентации колебательного смещения. Анизотропия распределения внутренних напряжений, накопленных в прессовке на стадии компактирования, оценивалась по величине отношения процентной усадки в осевом и поперечном направлениях. Эта же величина служила мерой релаксационной составляющей УЗВ. Мерой активационной составляющей служила величина прироста относительной усадки в различных направлениях.

Влияние УЗВ на структурные и физико-механические характеристики керамики, спечённой при различных режимах из образцов с различным фактором формы, оценивалось исследованием парораспределения и зернистости, параметров кристаллической структуры и прочностных свойств конструкционной керамики, микрострук-

турных и электромеханических параметров пьезокерамики. Была рассчитана поверхностная плотность образцов и проведено её сравнение с данными прямого измерения величины средней объёмной плотности. Степень релаксационного влияния УЗВ оценивалась по величине математической дисперсии размеров зёрен спечённой керамики.

Исследовалось влияние УЗВ на кристаллическую структуру УДП $3Y-ZrO_2$ в состоянии насыпной плотности и спечённой из него керамики. В процессе анализа экспериментальных данных для всех образцов обнаружена обратная корреляция размеров ОКР ($d_{ОКР}$) с величиной относительных микронапряжений кристаллитов (σ/E) (Рисунок 3. б). Указанная зависимость аппроксимировалась уравнением вида

$$\frac{\sigma}{E} = k \frac{1}{d_{ОКР}} \quad (8)$$

По физическому смыслу коэффициент пропорциональности k равен величине фактического изменения размеров ОКР $\Delta d_{ОКР}$. Величина отклонения произведения размеров ОКР на величину относительных микронапряжений от коэффициента пропорциональности k минимальна для образцов, спечённых в оптимальных режимах, и коррелирует с прочностными характеристиками конструкционной керамики (Рисунок 3. в, г). Поэтому величина отклонения $|k - \Delta d_{ОКР}|$ использовалась для оценки стабильности структурного состояния керамики, степени реализации потенциала усадочных процессов при спекании, эффективности УЗВ и его релаксационной составляющей.

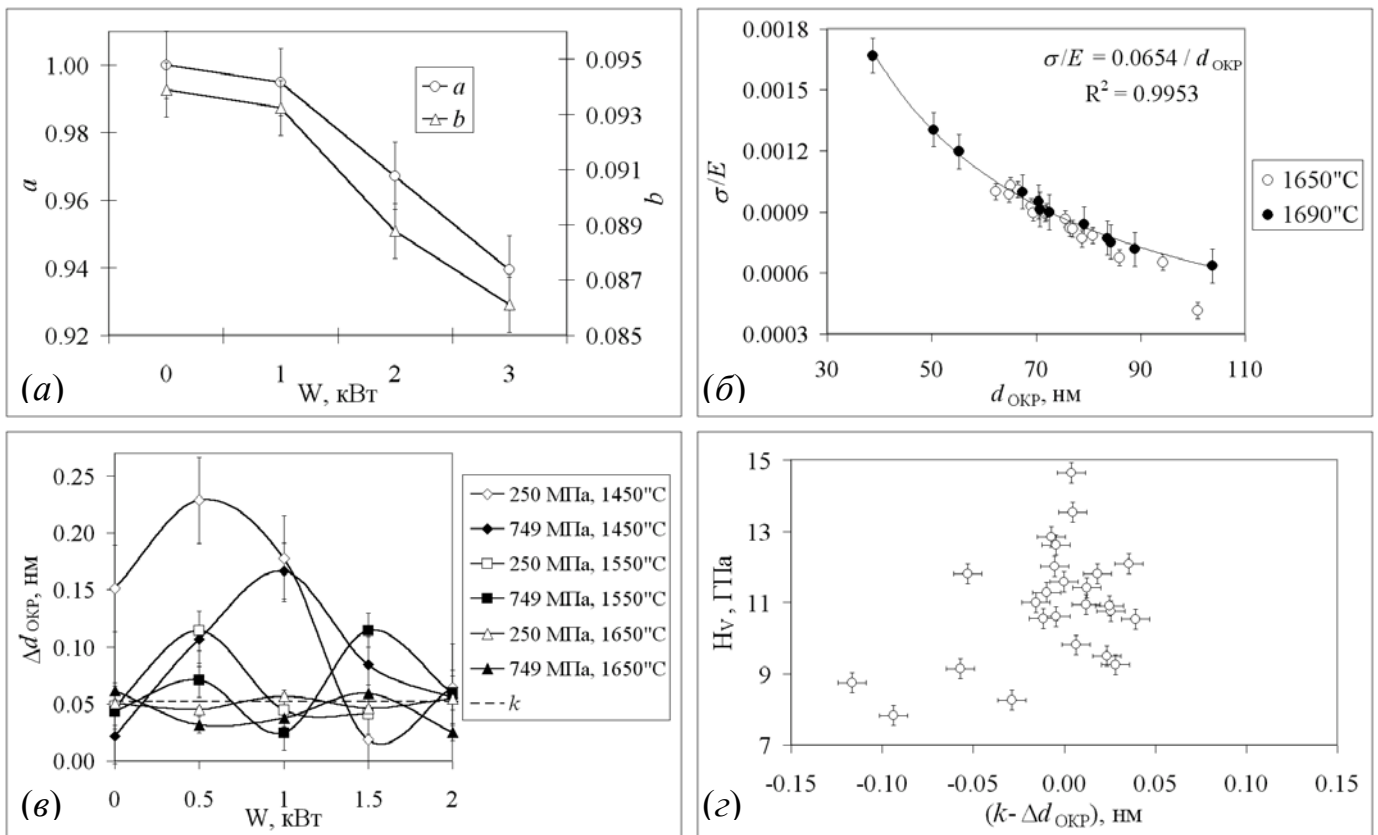


Рисунок 3. Зависимости параметров уплотнения прессовок УДП $3Y-ZrO_2$ (а), параметров микроискажений кристаллитов (б, в) и величины микротвёрдости керамики (г) от режимов УЗ-компактирования и спекания.

Совместное рассмотрение экспериментальных результатов позволило провести классификацию по типу и характеру эффектов УЗВ на различных этапах УЗ-компактирования (Таблица 2.). Воздействие при УЗ-компактировании можно разделить на два типа: механистическое и энергетическое, а сам процесс компактирования на два этапа: активный (при низких давлениях прессования) и пассивный (при высоких давлениях прессования). Совместные действия активационных и релаксационных эффектов УЗВ приводят к ограничению роста зёрен керамики и к повышению равномерности распределения свойств по объёму изделия. Проведённая классификация позволяет для достижения требуемых результатов выбрать оптимальный диапазон режимов УЗ-компактирования.

Таблица 2.

Тип и характер эффектов УЗВ на различных этапах УЗ-компактирования

Этап УЗК		Активный этап		Пассивный этап	
Состояние прессовки		Высокая пористость	Средняя пористость	Низкая пористость	
Механистическое влияние	Тип воздействия	Поверхностное (граничное)			
	Эффекты воздействия	Снижение сил пристенного трения			
		Забивание зазора порошком		Абразивный износ, усталость прессовой оснастки	
	Результаты воздействия	Равномерное распределение свойств по объёму прессовки			
		Увеличение потерь давления на трение		Снижение срока службы оснастки	
	Тип воздействия	Объёмное (внутреннее)			
	Эффекты воздействия	Акустические течения и массоперенос		Снижение сил межчастичного трения	
		Разрушение агломератов		Повышение пластичности и разрушение частиц порошка	
	Результаты воздействия	Перераспределение и повышение равномерности укладки частиц порошка		Увеличение прочности прессовки и снижение упругого последействия	
		Дополнительное диспергирование, улучшение формуемости, повышение равномерности распределения свойств по объёму			
Энергетическое влияние	Тип воздействия	Активационное		Релаксационное	
	Эффекты воздействия	Повышение поверхностной активности частиц за счёт их взаимного трения и ударного воздействия		Релаксация внутренних и контактных напряжений	
		Десорбция примесей с поверхности частиц		Улучшение состояния межчастичных контактов	
	Результаты воздействия	Интенсификация поверхностной диффузии и увеличение скорости усадки при спекании		Стабилизация усадки и предотвращение объёмной диффузии. Ограничение роста зёрен.	
		Сохранение нужной стехиометрии, удаление посторонних примесей		Повышение равномерности свойств спечённой керамики	

Способом УЗ-компактирования не обработанного плазмохимического УДП $3Y-ZrO_2$ (который без предварительной подготовки традиционно считается непригодным для производства конструкционной керамики) были получены качественные образцы керамики ЦТП (Таблица 3.) с прочностными свойствами, которые не уступают свойствам аналогичных изделий, изготовленных из порошков с более пригодной для компактирования и спекания морфологией или полученных высокоэнергетическими способами, или с использованием предварительной подготовки исходного сырья.

Способом УЗ-компактирования была получена бездефектная пьезокерамика состава ЦТС-19 (Таблица 3.). При этом её эксплуатационные характеристики не уступают (или превосходят) соответствующие параметры промышленной керамики ЦТС-19, изготовленной статическим прессованием с большим (до 5 масс.%) содержанием пластификатора.

Таблица 3.

Свойства циркониевой керамики и пьезокерамики ЦТС-19, полученных УЗ-компактированием (УЗК) в сравнении с методом холодного прессования (ХП)

Конструкционная керамика $3Y-ZrO_2$ (Y-ЦТП)									
Метод	$P_{пр}$, МПа	Среда спекания	$T_{сп}$, °C	$\tau_{сп}$ час	Плотность, отн.ед.	$\sigma_{изг}$ МПа	H_v ГПа	K_{Ic} МПа м ^{0.5}	$d_{зер.}$ мкм
ХП	100-200	воздух	1650	1	0.84	367	7	5.6	0.4
УЗК	100-200	воздух	1650	1	0.88	422	9.1	7.6	0.3
ХП	50-150	воздух	1690	1	0.90	371	8.7	5.6	0.6
УЗК	50-150	воздух	1690	1	0.93	494	9.4	6.8	0.4
ХП	749	воздух	1650	1	0.91	-	10.5	6.1	1.2
УЗК	749	воздух	1650	1	0.93	-	14.6	7.5	1.0
ХП	640	вакуум	1700	2	0.92	-	15.1	5.8	1.3
УЗК	640	вакуум	1700	2	0.96	-	17.1	8.0	0.6
Пьезокерамика ЦТС-19									
Метод	$T_{сп}$, °C	$d_{зер.}$ мкм	Тангенс угла диэл. потерь $tg\delta$	Коэфф. эл./мех. связи K_{33}	Относит. диэл. Проницаемость ϵ_{33}	Механическая добротность Q_m			
ХП	1100	2.18	0.015	0.48	7517	85			
	1150	2.49	0.015	0.49	5274	13			
	1200	3.56	0.012	0.26	2392	123			
	1250	4.03	0.011	0.33	3015	94			
УЗК	1100	1.51	0.016	0.50	8068	78			
	1150	1.96	0.015	0.52	8120	79			
	1200	2.92	0.012	0.24	2064	123			
	1250	4.28	0.012	0.21	2751	143			

В заключении сделаны выводы о перспективности методов сухого холодного прессования порошковых материалов, систематизированы и обобщены полученные в ходе работы аналитические и экспериментальные результаты исследования влияния УЗВ в процессе компактирования керамических порошков, сформулированы основные результаты и выводы диссертационной работы.

В ходе исследований были получены следующие результаты.

1. Для описания необратимой составляющей процесса уплотнения порошкового тела впервые было использовано логарифмическое уравнение прессования в безразмерной однопараметрической форме (1). Найден однозначный физический смысл коэффициентов предложенной формы уравнения прессования. Коэффициенты отражают реологические свойства уплотняемого порошка, характер и степень влияния того или иного технологического фактора на процесс компактирования. Обнаружено, что УЗВ способствует снижению величины этих коэффициентов, что в соответствии найденному физическому смыслу указывает на увеличение способности порошкового тела при УЗ-компактировании передавать усилие прессования удалённым слоям прессовки (Рисунок 3. а).

2. Впервые предложен способ выделения в общем процессе уплотнения вкладов пластической (необратимой) и упругой (обратимой) составляющих, и метод определения параметров напряжённо-деформированного состояния порошкового тела. Предложенный способ и уравнение прессования позволяют найти основные технологические характеристики порошкового тела на различных этапах его компактирования: перепад плотности по высоте прессовки (2), коэффициенты пристенного и внутреннего трения, бокового давления, величину упругого последействия в различных направлениях (3), скорость звука, модуль продольной упругости (4) и коэффициент Пуассона. Среди параметров порошкового тела выделены такие, изменение которых характеризует степень и эффективность влияния технологических факторов и внешнего воздействия при компактировании. На основе анализа межчастичных взаимодействий выведено выражение (5) для моделирования процесса укладки частиц порошка полидисперсного состава (находящихся под давлением), учитывающее их жёсткость, пористость и несферичность.

3. Получено выражение (6), которое определяет режимы оптимального УЗВ в процессе сухого холодного компактирования порошков в зависимости от направления распространения колебаний, давления прессования и текущих параметров порошкового тела.

4. На основе комплексных исследований, систематизации основных недостатков способа одноосного прессования и проведённого анализа напряжённо-деформированного состояния порошкового тела разработана новая система рекомендаций для прессования в конической полости качественных порошковых компактов с требуемым распределением плотности.

Предложен принципиально новый способ компактирования порошков, который позволяет: получать качественные прессовки любой группы сложности (Рисунок 1.) с равномерным распределением свойств по объёму; изготавливать порошковые изделия нетрадиционной формы; расширить диапазон давлений прессования за допустимые пределы прочности элементов пресс-формы; обеспечить щадящий режим извлечения изделия из пресс-формы; повысить экономичность и качество производства пресс-форм. Предложенный способ сочетается с другими способами компактирования, с любым типом прессового оборудования и допускает использование внешнего воздействия (термическое, вибрационное, ультразвуковое, импульсное, динамическое и т.п.), а также не исключает использование пластификаторов. Выведено выражение (7), которое определяет условия равноплотности изделия, изготовленного предложенным способом, и связывает геометрические параметры изделия и усло-

вия кинематической схемы перемещения элементов пресс-формы с величиной перепада плотности прессовки. Разработаны конструкции пресс-форм, реализующих способ для одно- и многоместного прессования изделий простых и сложных форм с развитой поверхностью. Разработана схема сочетания способа с УЗВ. Предложено уравнение для определения требуемых режимов эффективного УЗВ (частота, амплитуда) в зависимости от давления прессования, параметров прессовки и вариантов подведения колебаний к коллекторной пресс-форме.

5. Проведена классификация по типу и характеру эффектов УЗВ, действующих на различных этапах УЗ-компактирования керамических порошков (Таблица 2). На основе анализа результатов экспериментов выявлено, что воздействие при УЗ-компактировании можно разделить на два типа: механистическое и энергетическое, а сам процесс компактирования на два этапа: активный (при низких давлениях прессования) и пассивный (при высоких давлениях прессования). Механистическое воздействие сводится к эффектам снижения сил пристенного трения (на всех этапах) и межчастичного трения (в ходе пассивного этапа). На протяжении всего процесса компактирования происходит разрушение частиц порошка и их агломератов. Указанные процессы способствуют повышению равномерности свойств прессовок, улучшению формуемости, снижению упругого последействия.

Энергетическое воздействие носит активационный (на протяжении активного этапа) и релаксационный (на протяжении пассивного этапа) характер. Активационные эффекты сводятся к десорбции адсорбатов и повышению поверхностной активности частиц порошка за счёт их взаимного трения и ударного воздействия. Это приводит к интенсификации процессов поверхностной диффузии и повышению скорости усадки при низких температурах, сохранению требуемой стехиометрии спечённой керамики. Релаксационные эффекты сводятся к релаксации объёмных и контактных напряжений в прессовке и к улучшению совершенства межчастичных контактов; проявляются на этапах спекания в виде замедления объёмной диффузии и стабилизации усадочных процессов при высоких температурах. Совместные действия активационных и релаксационных эффектов УЗВ приводят к ограничению роста зёрен керамики и к повышению равномерности распределения свойств по объёму изделия. Значимость релаксационных эффектов УЗВ возрастает с увеличением его длительности, повышением величины фактора формы и уменьшением габаритов прессовки.

6. При анализе результатов УЗ-компактирования керамических порошков различных составов был выявлен ряд закономерностей. Большинство дефектов прессовок связаны с их упругим последействием. Упругое последействие по диаметру цилиндрической прессовки немонотонно зависит от давления прессования. Наличие максимума или минимума определяется упругими свойствами и сцепляемостью частиц порошка: для относительно пластичных порошков или порошков с развитой поверхностью частиц зависимость упругого последействия имеет минимум (Рисунок 2. а); для жёстких трудноуплотняемых порошков на указанной зависимости присутствует максимум (Рисунок 2. б). Давление прессования, при котором наблюдается экстремальная точка, характеризует границу, по разные стороны которой преобладает либо рост упругой составляющей процесса уплотнения, либо повышение прочности межчастичных контактов и сцепляемости частиц взаимным заклиниванием. При УЗ-компактировании во всём диапазоне давлений прессования величина упру-

гого последствия снижается пропорционально мощности озвучивания.

Степень анизотропии свойств прессовок в различных направлениях можно оценить при спекании цилиндрического компакта по отношению процентной усадки по высоте к процентной усадке по диаметру. Чем ближе эта величина к единице, тем равномернее усадка, более изотропно распределение напряжений и плотности в прессовке. Указанную величину можно регулировать режимами прессования и УЗВ.

При анализе зависимостей параметров прессовок и керамики были выявлены периодически повторяющиеся или совпадающие экстремумы (Рисунок 2. в, г, д, е), связанные с квазирезонансными эффектами совпадения (или кратности) амплитуды колебаний или длины волны в прессовке с одним из её характерных размеров (размер частицы, агломерата или самой прессовки).

7. Предложен подход для оценки отклонения структуры порошка и спечённой керамики от термодинамически равновесного состояния. Для оценки эффектов УЗВ на кристаллическую структуру и эксплуатационные характеристики спечённой керамики впервые предложено использовать величину отклонения экспериментально найденного абсолютного изменения размеров ОКР ($\Delta d_{\text{ОКР}}$) от коэффициента k обратно пропорциональной зависимости (8) величины микронапряжений кристаллитов от размеров ОКР (Рисунок 3. б) для материала, находящегося в термодинамически равновесном состоянии. Показано, что модуль указанного отклонения минимален для образцов, спечённых при оптимальной температуре (Рисунок 3. в) и для образцов с максимальными показателями прочностных свойств (Рисунок 3. г).

8. Впервые оценена эффективность процессов УЗ-компактирования в зависимости от направления распространения колебаний относительно оси прессования. Обнаружено, что характер эффектов снижения пристенного трения при УЗ-компактировании порошков одинаков при любой ориентации колебательного смещения (Рисунок 2. г). Однако, в силу ряда физических особенностей схему УЗ-компактирования с продольной ориентацией колебательного смещения следует рекомендовать для снижения сил пристенного трения при компактировании материалов, в которых изменение структурных характеристик за счёт объёмных энергетических эффектов УЗВ нежелательно, или для повышения равномерности прессовок из грубодисперсных порошков с размером частиц, превышающим величину зазоров в пресс-форме.

Основные положения диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С., Слосман А.И., Матренин С.В. Ультразвуковое компактирование циркониевой керамики из ультрадисперсных порошков // Стекло и керамика. – 1995. – №7. – С.15-18.

2. Двилис Э.С. Исследование и оптимизация процессов ультразвукового компактирования УДП керамических составов // Областная научно-практической конф. молодежи и студентов по техническим наукам и высоким технологиям: Тез. докл. – Томск, ТПУ, 1995. – С.69-70.

3. Дедов Н.В., Дорда Ф.А., Голощапов Р.Г., Скотнова В.Н., Коробцев В.П., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С. Тонкодисперсные порошки стабилизированного диоксида циркония с чешуйчатой формой частиц // Стекло и керамика. – 1995. – № 12. – С. 12-14.

4. Pokholkov Yu.P., Khasanov O.L., Sokolov V.M., Dvilis E.S. Development of the ultradispersive technology for oxide ceramic production. - Abstracts of the Scientific Conference on Use of Research Conversion Results in the Siberian Institutions of Higher Education for International Cooperation (SIBCONVERS'95), TSACSR, Tomsk, 4-6 October, 1995, P.56.

5. Goloschapov R.G., Dedov N.V., Dorda F.A., Korobtsev V.P., Scotnova V.N., Khasanov O.L., Sokolov V.M., Dvilis E.S. Production and characteristics of fine-dispersed powders of stabilized zirconia containing particles of scaly shape. – Ibid., P.58.

6. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С. Методы ультразвуковой обработки в технологии изготовления керамик из УДП // Химия твердого тела и новые материалы: Сб. докладов Всерос. конф. 14-18 октября 1996 г. – Екатеринбург, ИХТТ УрО РАН. – 1996. – Т.2 – С. 238.

7. Похолков Ю.П., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Иванов Г.Ф. Особенности ультрадисперсной технологии изготовления высокотемпературной сверхпроводящей керамики // Электротехника. – 1996. – № 11. – С. 21-25.

8. Ультразвуковая пресс-форма: Свид-во Роспатента на полезную модель N 4248 от 16.06.97 (Бюлл. «Полезные модели. Промышленные образцы», 1997, №6, С. 17). МПК⁶ B22/F3/03. Соколов В.М., Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Похолков Ю.П.

9. Двилис Э., Хасанов О., Соколов В., Похолков Ю. Исследование особенностей при ультразвуковом компактировании ультрадисперсных порошков на основе диоксида циркония // YSTM'96: "Молодежь и наука - третье тысячелетие". Труды межд. конгресса. Москва, 28 января - 2 февраля 1996 - М., НТА "Актуальные проблемы фундаментальных наук", 1997, Т. 2 – С. 51.

10. Khasanov O.L., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M., Dvilis E.S., Bikbaeva Z.G., Polisadova V.V. Particularities of Powerful Ultrasound Action on Nanostructured Powders. - In: Nanostructured Powders and Their Industrial Applications. - Materials Research Society Symposium Proceedings, V.520, PA, 1998, p.77 - 82.

11. Khasanov O.L., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M., Dvilis E.S. The Critical Regimes of the Nanopowder Ultrasonic Compacting. – Proceedings of KORUS'98. The Second Russian-Korean Int. Symp. on Science and Technology. August 30 – September 5, 1998 at TPU, Tomsk, Russia. p. 297 - 300.

12. Khasanov O.L., Lee J.S., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M., Dvilis E.S., Kim M.S., An B.G. The Use of the Ultrasonic Compaction Method for the PZT Piezoelectric

Ceramics Fabrication. – Proceedings. The Third Russian-Korean Int. Symp. on Science and Technology KORUS'99. June 22-25, 1999 at NSTU, Novosibirsk, Russia. V.2., p. 557 – 560.

13. Khasanov O.L., Lee J.S., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M., Dvilis E.S., Bikbaeva Z.G., Polisadova V.V., Strutz V.K., Kim M.S., An B.G.. Influence of Applied Oscillation Mode at Nanopowder Ultrasonic Compaction on Y-TZP Nanoceramics Properties. – Ibid., p. 561 – 564.

14. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Похолков Ю.П., Соколов В.М. Механизмы ультразвукового прессования керамических нанопорошков // Перспективные материалы. – 1999. – № 3. – С. 88 - 94.

15. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С., Бикбаева З.Г., Полисадова В.В. Свойства циркониевой нанокерамики на основе УДП, скомпактированного двумя способами ультразвукового воздействия // Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы: Тр. II межрег. конф. с межд. участием. 5-7 октября 1999 г. – Красноярск, КГТУ, 1999. – С. 206-208.

16. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Двилис Э.С., Соколов В.М., Дедов Н.В., Иванов Ю.Ф., Бикбаева З.Г., Полисадова В.В., Любимова Л.Л., Макеев А.А Структура и свойства циркониевой нанокерамики, изготовленной с применением ультразвукового прессования // Научн.-техн. конф. СХК (Секция 1): Сб. докл. – Северск, 20-22 октября 1998 г. – НИКИ СХК, 1999. – С. 37-44.

17. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С., Любимова Л.Л., Макеев А.А., Струц В.К., Иванов Ю.Ф., Дедов Н.В. Влияние ультразвуковой обработки УДП на структуру циркониевой нанокерамики // Физикохимия ультрадисперсных систем: Сб. науч. трудов IV Всероссийской конф. – М., МИФИ, 1999. – С. 303 - 307.

18. Петрунин В.Ф., Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С., Посельский В.Б., Суховский Е.В. Ультразвуковое прессование ультрадисперсных порошков ($Dy_2O_3+TiO_2$) // Там же. – С. 313 - 316.

19. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С., Бикбаева З.Г., Полисадова В.В., Струц В.К. Ультразвуковая обработка наноструктурных порошков для изготовления циркониевой технической керамики // Перспективные материалы. – 2000. – № 1. – С.50 – 55.

20. Khasanov O.L., Dvilis E.S., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M. Determination of Dry Compaction Parameters of Ceramic Nanopowder and Influence of Ultrasound Action on Them. – Proceedings. The 4th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology KORUS'2000. June 27 – July 1, 2000 at the University of Ulsan, Republic of Korea. Part 3. Machine Parts and Materials Processing, 2000, p. 257 – 262.

21. Khasanov O.L., Lee J.-S., Pokholkov Yu.P., Dvilis E.S., Sokolov V.M., An B.-G. Influence of the Shape Factor on Efficiency of the Green Compact Ultrasonic Compacting and Properties of Sintered Zirconia Ceramics. – Ibid., p.321 – 324.

22. Khasanov O.L., Dvilis E.S., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M. Principles of Dry Uniaxial Compaction of Ceramic Nanopowder Using Ultrasonic Action. – Abstracts of the 5th Int. Conf. on Nanostructured Materials, August 20-25, 2000, Sendai, Japan, p.248.

23. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Соколов В.М. Влияние ультразвукового воздействия на параметры сухого прессования керамических нанопорошков // Физикохимия ультрадисперсных систем: Материалы V Всероссийской конф. 9-13 октября 2000 г.

– Екатеринбург, М.: МИФИ, 2000. – С. 174.

24. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Двилис Э.С., Соколов В.М., Хан С.-Р., Хэн М.С. Микроструктура керамики $(\text{Ba,Sr})\text{TiO}_3$, изготовленной с применением сухого УЗ-прессования золь-гель порошков // Там же. – С. 175.

25. Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Бикбаева З.Г., Полисадова В.В. Субмикроструктура и свойства конструкционной, пьезо- и сегнетокерамики, изготовленной методом сухого ультразвукового компактирования нанопорошков // Керамические материалы: производство и применение: Тез. докл. науч.-практ. конф. 14-15 дек. 2000 г. – Москва, М. ВИМИ. – С. 17-19.

26. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С. Исследование закономерностей ультразвукового прессования ультрадисперсных порошков керамических составов // Фундаментальные проблемы металлургии: Сб. тез. докл. – Екатеринбург, УГТУ-УПИ, 2000. – С. 106-108.

27. Хасанов О.Л., Иванов Ю.Ф., Двилис Э.С., Юрьев Г.С. Структура наночастиц стабилизированного диоксида циркония, активированного мощным ультразвуком. – Материалы 6-й Науч.-техн. конф. Сибирского химического комбината. 17 – 20 октября 2000 г. Ч.1. Северск, 2001, с. 135 – 137.

28. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Соколов В.М. Построение кривых уплотнения керамических порошков на основе однопараметрического уравнения прессования // Огнеупоры и техническая керамика. – 2001. – № 1. – С. 40 – 44.

29. Khasanov O.L., Hahn S.R., Dvilis E.S., Han M.S., Lim S.S., Sokolov V.M., Milovanova T.V. Influence of Ultrasonic Compaction Conditions of the $(\text{Ba,Sr})\text{TiO}_3$ Nanopowder on the Pore Distribution in Sintered Ceramics. – Proc. of 5th Korea-Russia Int. Symposium on Science and Technology KORUS'2001. Tomsk, June 26 – July 3, 2001, Tomsk Polytechnic University, V.2, p. 251 – 254.

30. Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Похолков Ю.П. Ультразвуковая технология изготовления конструкционной и функциональной нанокерамики. – Перспективные материалы, 2002, №1, с. 76 – 83.