

На правах рукописи



ЧАРТПУК ПРАКОРЪ

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРЕССОВАНИЯ СУХИХ
НАНО- И МИКРО-ДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ Al_2O_3
В КОЛЛЕКТОРНЫХ ПРЕСС-ФОРМАХ СПИРАЛЬНОГО ТИПА**

Специальность 05.17.11–Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Томск 2013

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Научный руководитель: Доктор технических наук, профессор
Хасанов Олег Леонидович

Официальные оппоненты:

Плетнев Петр Михайлович Доктор технических наук, профессор
ФГБОУ ВПО «Сибирский государственный университет путей сообщения», профессор
кафедры физики, г.Новосибирск

Хабас Тамара Андреевна Доктор технических наук, профессор
ФГБОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»,
профессор кафедры технологии силикатов и наноматериалов, г.Томск

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), г.Томск

Защита состоится «24» декабря 2013 г. в 16.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.08 при ФГБОУ ВПО НИ ТПУ по адресу: 634050 г. Томск, пр. Ленина, 30, корп. 2, ауд. 117

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ФГБОУ ВПО «Национального исследовательского Томского политехнического университета».

Автореферат разослан «24» ноября 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат технических наук, доцент

 Петровская Т.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Керамические материалы применяются практически во всех отраслях современной промышленности. В соответствии с постоянно возрастающими требованиями к материалам современной техники, существует перманентная проблема совершенствования технологий изготовления *материалов* из технической керамики, обладающих необходимым комплексом свойств и структурой. В рамках этой проблемы весьма актуальной является задача разработки технологий изготовления *изделий* из функциональной, конструкционной технической керамики, имеющих не только требуемые физико-химические свойства, но и заданные формы, размеры, допуски на типоразмеры. Важнейшим этапом керамической технологии является формование порошков в изделие требуемой формы. В связи с актуальностью создания наноструктурных керамик важной научно-технической проблемой является разработка методов компактирования нанопорошков (НП) с сохранением наноструктуры в объёмном материале.

Равномерность распределения плотности по объёму порошковой прессовки является определяющим фактором для предотвращения неравномерной усадки при спекании керамики, которая приводит к короблению, растрескиванию и прочим дефектам. Поэтому решение задачи равномерного распределения плотности порошка в объёме прессовки позволяет обеспечить спекание качественной керамики даже сложной формы, без макродефектов.

Компактирование плотных прессовок из нано- и ультрадисперсных порошков с равномерной плотностью по объёму является серьёзной проблемой, поскольку нанопорошки плохо прессуются и традиционные методы статического прессования не приводят к достаточно высокой плотности прессовок. Физической причиной плохой прессуемости нанопорошков являются межчастичные адгезионные силы, относительная величина которых резко возрастает с уменьшением размера частиц, а значит, и существенно возрастает компонента межчастичного трения в прессуемом порошковом теле. В то же время для пылевидных НП характерна низкая насыпная плотность вследствие большого объёма сорбированных газов. Поэтому традиционные методы статического прессования не позволяют достигнуть достаточно высокой плотности и приводят к локальным градиентам плотности в прессовках НП, высоким внутренним напряжениям, большому упругому последдействию, и в результате - к растрескиванию или разрушению прессовок в процессе спекания.

Основной причиной, влияющей на неравномерное распределение плотности по объёму порошковой прессовки, прессуемой в закрытой жёсткой пресс-форме, являются процессы трения. При компактировании НП, имеющих большую удельную поверхность, эффекты трения проявляются в значительно большей степени, чем для крупнодисперсных порошков. Равномерность распределения плотности вдоль оси прессования определяется в основном процессами пристенного трения, а способность порошка перемещаться зависит от пластичности частиц порошка и процессов межчастичного трения. Добиться удовлетворительной равномерности распределения плотности по объёму формуемого порошкового тела можно, если минимизировать влияние данных процессов.

Обычно эта задача решается путём прессования с пластификаторами и связками или в условиях пластического течения при повышенных температурах, но в этих случаях необходимы стадии удаления примесных

компонентов в процессе спекания и использование дополнительного оборудования и дорогих недолговечных пресс-форм для горячего прессования.

Для решения проблемы ранее были разработаны два метода компактирования сухих поли- и нанодисперсных порошков, позволяющих прессовать компакты сложной формы с равномерным распределением плотности по объёму: метод прессования под мощным ультразвуковым воздействием (УЗВ) и метод «коллекторного прессования» (КП).

Объект исследования – полидисперсный керамический порошок на основе Al_2O_3 ; закрытые жесткие пресс-формы для формования сухих порошков методами одноосного одностороннего прессования (ООП), КП, под УЗ-воздействием.

Предмет исследования – микроструктура и свойства спеченной алюмооксидной керамики в зависимости от условий прессования сухих порошков исследуемыми методами.

Цель работы - разработка и оптимизация пресс-форм нового типа для прессования сухих керамических порошков нано- и микронных фракций с увеличением равномерности распределения плотности по объёму прессовки, приводящим к повышению свойств спеченной алюмооксидной керамики.

Для достижения цели в работе решались следующие задачи:

– моделирование и оптимизация процессов уплотнения сухих порошков в коллекторной пресс-форме нового типа - со спиральными формующими элементами;

– разработка и конструирование пресс-форм с оптимальными схемами подведения УЗ-колебаний к области прессования порошков;

– изучение распределения плотности в прессовках Al_2O_3 и в керамике, спеченной после прессования исследуемыми методами: одноосным односторонним прессованием (ООП) прессованием под УЗВ, КП и коллекторным прессованием в пресс-форме спирального типа (КПСТ) путем моделирования методами конечных и дискретных элементов;

– верификация результатов моделирования с результатами экспериментов;

– сравнение микроструктуры и свойств алюмооксидной керамики, спеченной после компактирования исследуемыми методами ООП, УЗВ, КП, КПСТ.

Научная новизна

1. Впервые предложена коллекторная пресс-форма спирального типа и её конструкция для компактирования сухих порошков в закрытых жестких пресс-формах.

2. Приведено модельное описание схемы коллекторного прессования спирального типа с перемещением формообразующих элементов вдоль спиральной линии.

3. Проанализированы эффекты от изменения геометрических параметров ползунов коллекторной пресс-формы КПСТ, рассчитано и экспериментально подтверждено распределение плотности по объёму прессовки, скомпактированной способом КПСТ.

4. Разработана конструкция КПСТ для прессования под УЗ-воздействием с учетом условий подведения УЗ-колебаний и распределения сил трения вдоль боковой поверхности прессовки.

5. Установлено повышение равномерности распределения плотности в прессовках порошка Al_2O_3 , спрессованных методами КПСТ и КПСТ+УЗВ, по сравнению с методами ООП, КП.

6. Определены параметры оптимальной конструкции составных частей элементов пресс-формы спирального типа - ползунов: угол скручивания (θ); количество (N), угол раскрытия (β).

7. Установлено, что применение методов КПСТ, КПСТ+УЗВ в оптимальных режимах прессования приводит к повышению плотности, микротвёрдости, электрофизических свойств спеченной алюмооксидной керамики.

Практическая ценность работы. Разработаны и аналитически обоснованы конструкции коллекторных пресс-форм спирального типа для компактирования сухих порошков керамических составов в серийном прессовом оборудовании с выравниванием плотности и напряжений прессовки вдоль оси прессования разнонаправленными силами пристенного трения. Смоделированы, разработаны и сконструированы пресс-формы для изготовления керамических изделий способом КПСТ с УЗ-воздействием. Предложены типы изделий, производство которых эффективно и целесообразно с применением КПСТ: винты, крыльчатки насосов, шестерни косозубой передачи, стержни, линзы, пьезокерамические кольца и др.

Реализация результатов работы. Разработанные КПСТ применены в ООО «Научно-производственное предприятие «Нанокompact». Изготовлены опытные образцы диэлектрической керамики Al_2O_3 с высокой плотностью. Результаты работы применяются в учебном процессе.

Апробация работы. Материалы диссертации доложены и обсуждены на российских и международных научных конференциях: 10th International Symposium on Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications (Дрезден, 2012); "International Forum on Strategic Technology": 7th IFOST (Томск, 2012) и 8th IFOST (Улан-Батор, 2013); "German-Russian Forum on Nanotechnology" (Томск, 2013); III Международная научно-практическая конференция "Современные керамические материалы. Свойства. Технологии. Применение. КерамСиб-2011" (Новосибирск, 2011); IX Международная конференция студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (Томск, 2012); V и VI Всероссийские научно-практические конференции "Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов" (Томск, 2012 - диплом второй степени; Томск, 2013 - диплом победителя за актуальность и практическую значимость).

Публикации. Основные положения и результаты диссертации опубликованы в 13 работах включая 4 статьи в научных журналах, рекомендованных ВАК.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения с основными выводами по работе, списка использованной литературы из 147 наименований и приложения. Работа изложена на 190 страницах, содержит 12 таблиц, 116 рисунков.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении изложена актуальность выбранной темы, определены цель и задачи исследований, сформулированы научная новизна результатов и практическая ценность, структура диссертации.

Первая глава посвящена литературному обзору и анализу особенностей, проблем и недостатков современных методов компактирования керамических порошков, в том числе широко применяемого Al_2O_3 . Описаны основные методы формования в порошковой технологии, а также методы прессования сухих порошков под УЗ-воздействием, коллекторным способом. Проанализированы примеры эффективного применения прессования НП методами УЗВ и КП в технологии диэлектрической керамики Al_2O_3 , конструкционной ZrO_2 -5мас.% Y_2O_3 , оптической $Nd^{3+}Y_2O_3$, электрокерамики $BaTiO_3$ - $WTiO_3$. Приведено описание известных конструкций коллекторных пресс-форм и пресс-форм с подведением УЗ-колебаний. Обоснованы и сформулированы задачи, решаемые в диссертационной работе.

Во второй главе изложены характеристика исследуемых порошков Al_2O_3 , методы исследований и оборудование (СЭМ, энергодисперсионный анализ - JSM-7500FA JEOL; РФА - XRD-7000S Shimadzu; лазерная дифракция - SALD-7101 Shimadzu, ртутная порометрия - Poremaster 33 Quantachrome; микротвердометрия – наноиндентор DUN-211S Shimadzu; электрометрия - Solartron Analytical).

Описана методика подготовки образцов прессовок с маркированными слоями для исследований распределения плотности. Фиксированные по массе порции порошка Al_2O_3 (0,9 г) последовательно засыпались в полость пресс-формы диаметром 14 мм. После выравнивания каждого слоя (толщиной около 2 мм) на его поверхность с помощью пуансона переносили тонкий маркирующий слой мелкодисперсного углерода (сажи). Таким образом последовательно засыпались и маркировались 10 слоёв исследуемого порошка. Высота полученных многослойных прессовок составляла около 20 мм. Для каждого способа прессования указанным методом готовились образцы в количестве не менее 5 шт. Рисунок маркерных линий на поверхности вертикального среза цилиндрической прессовки сканировали для получения файла изображения, которое в дальнейшем анализировали с применением программы ImageJ для получения матрицы численных значений локальных деформаций слоёв порошкового тела (ПТ).

Представлена общая методология работы.

В третьей главе представлены результаты моделирования напряжённно-деформированного состояния ПТ методом конечных элементов, аналитического сопоставления схем прессования, результаты такого сопоставления на основе анализа влияния изменения геометрических параметров ползунов КП на прессуемое ПТ. Рассмотрены следующие схемы прессования сухих порошков:

1) Одноосное одностороннее прессование (ООП). Из теории прессования порошковых материалов в закрытых жёстких пресс-формах известно, что за счёт пристенного трения перепады плотности по высоте прессовки в её центральной части (рис.1а) вдоль оси $[EeE]$ всегда меньше, чем у стенок (вдоль линии $[BbB]$), а величина средней плотности вдоль любой её вертикали одинакова в любой момент прессования. На схеме ООП цилиндрического порошкового тела (рис.1а) видно, что в области ПТ, прилегающей к линии подвижного сочленения прессующего элемента (пуансона) и внутренней поверхности (матрицы) по контуру окружности $[AB'CD]$ величина перемещения порошка относительно пассивной формообразующей поверхности (ФОП), силы пристенного трения и степень уплотнения имеют наибольшие значения. Напротив, в местах неподвижного сочленения нижнего

пуансона и внутренней поверхности матрицы (по контуру окружности $[ABCD]$) перемещение и силы пристенного трения близки к нулю и, соответственно, степень уплотнения порошка минимальна.

На рис. 2 представлены модели пресс-формы ООП, деформированного в ней ПТ и изослоёв в результате деформации ПТ по высоте. При перемещении слоёв порошка при ООП плотность каждого слоя распределяется неравномерно с искривлением изоповерхностей в направлении движения пуансона. Основной причиной неравномерного характера распределения плотности являются силы пристенного трения. Для снижения воздействия этих сил используют различные смазки, пластификаторы. Однако при последующем спекании это может привести к нарушению химической чистоты или фазового состава керамики, к увеличению остаточной пористости.

2) Коллекторное прессование (КП). Для коллекторной схемы прессования (рис. 1б и 1г), уплотнение порошка и пристенное трение близки к нулю вдоль дуги $[BCD]$, а вдоль дуги $[DAB]$ они максимальны. Обратная картина наблюдается в окрестности точек B' и D' (рис.1б): величины уплотнения и пристенного трения достигают максимальных значений вдоль дуги $[B'C'D']$, и отсутствуют вдоль дуги $[D'A'B']$.

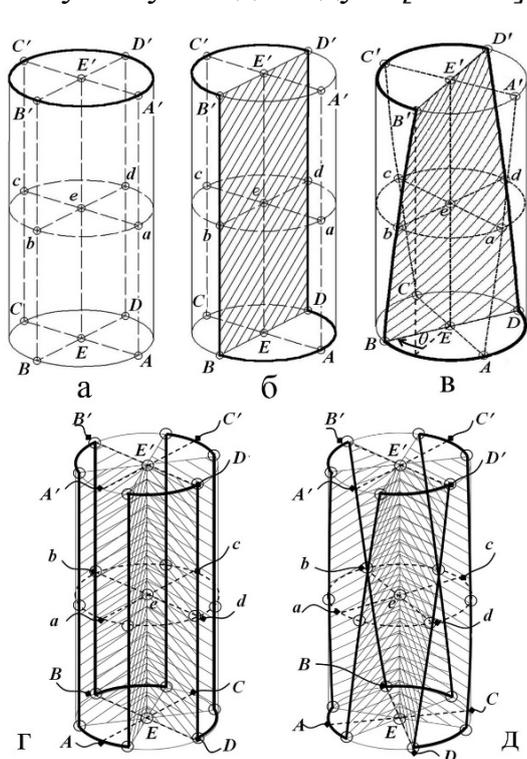


Рис. 1. Схемы уплотнения цилиндрического порошкового тела: а – статическое ООП; б, г – КП с 2 и 6 формирующими элементами соответственно; в, д – КПСТ с 2 и 6 составными частями элементов соответственно, под углом скручивания $\theta = 80^\circ$

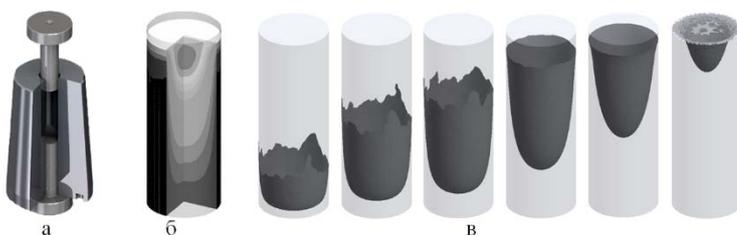


Рис. 2 Модель пресс-формы ООП (а), деформированного в ней ПТ (б) и изослоёв его деформации (в)

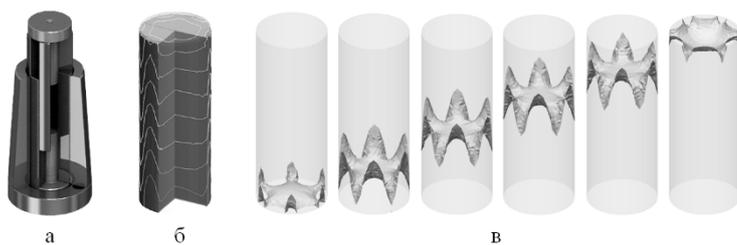


Рис. 3. Модель пресс-формы КП ($\beta=30^\circ$, ползунов=12) (а), деформированного в ней ПТ (б) и изослоёв его деформации (в) при КП

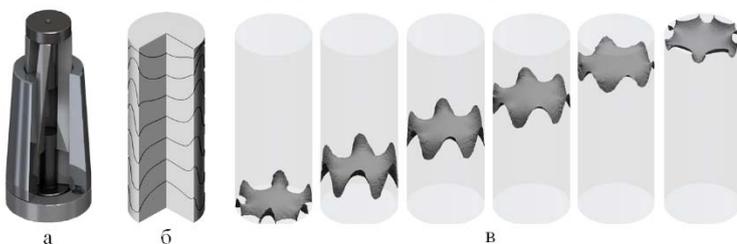


Рис. 4. Модель пресс-формы КПСТ ($\theta=36^\circ$, $\beta=30^\circ$ ползунов=12) (а), деформированного в ней ПТ (б) и изоповерхностей его деформации при КПСТ (в)

Таким образом, в любой точке порошкового тела, прилегающей к рассматриваемым линиям $[B'B]$ и $[D'D]$, величины смещения, сил пристенного трения (с учётом знака) и степени уплотнения будут равны среднему значению между соответствующими величинами по разные стороны от линий

сопряжения. Следовательно, степень уплотнения порошка в области, расположенной вдоль линии сопряжения частей пассивной ФОП $[B' B]$ и $[D' D]$ будет одинакова.

На рис. 3в видно, что искривление слоёв прессовки происходит в периферийной зоне боковой поверхности прессовки, однако в силу знакопеременного характера этого искривления, средняя плотность в горизонтальном сечении прессовки на любой её высоте остаётся постоянной. Кроме того, уже в поверхностных слоях прессовки и вдоль оси симметрии ПТ искривление слоёв практически исчезает. Для уменьшения градиентов плотности в поверхностных слоях прессовки следует увеличить количество чередующихся встречно движущихся пассивных формообразующих элементов (ФОЭ) коллекторной пресс-формы.

3) Коллекторное прессование спирального типа (КПСТ). Количество ФОЭ (ползунов) для способа КП ограничено технологией их изготовления. Поэтому увеличение площади $[B B' D' D]$ при неизменных высоте и диаметре ПТ возможно только путём придания ФОП некоторой кривизны. В работе предложено создать такую кривизну путём равномерного по высоте скручивания вокруг оси прессования рис. 1в и 1д). В таком спиральном варианте коллекторной схемы взаимное перемещение ФОП остаётся таким же, как при КП, однако линии подвижного сопряжения разнонаправленных частей пассивной ФОП $[B' b B]$ и $[D' d D]$ закручены по образующей поверхности цилиндра на некоторый угол θ . На рис.4в зигзагообразное искривление на периферии может быть дополнительно минимизировано увеличением угла скручивания пассивных ФОЭ коллекторной пресс-формы и увеличением количества встречно движущихся частей пассивной ФОП (например, до 6 – рис.1д). Для оптимизации этого параметра были проведены модельные эксперименты уплотнения по коллекторной схеме с различным значением угла скручивания ползунов.

Дисперсия локальных деформаций (ДЛД) ПТ при изменении геометрических параметров ползунов в объёме прессовки. ДЛД является косвенной характеристикой градиентов плотности в ПТ: чем меньше значение ДЛД, тем меньше разброс значений плотности в объёме ПТ.

Статистический разброс (дисперсия) значений локальных деформаций ПТ рассчитывалась по формуле (1):

$$\text{ДЛД} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \quad (1)$$

где \bar{x} – среднее арифметическое массива значений локальных деформаций на

На рис.5, 6 представлены результаты моделирования прессовок диаметром 14 мм, высотой 40 мм из порошка с фиксированными заданными реологическими свойствами. Моделировалось прессование способами ООП, КП и КПСТ с разным числом ползунов N . ДЛД прессовки в случае КП может быть снижена на два порядка по сравнению с ООП, а в случае КПСТ при изменении угла скручивания θ может быть достигнуто дополнительное восьмикратное снижение дисперсии. При этом изменение угла скручивания в диапазоне от $0-70^\circ$ приводит к монотонному трёхкратному снижению, а в диапазоне от $70-80^\circ$ к скачкообразному дополнительному трёхкратному снижению величины ДЛД. Таким образом, для значимого повышения качества

прессовок, изготавливаемых способом КПСТ, целесообразно использовать угол скручивания ползунов в диапазоне 80–90°.

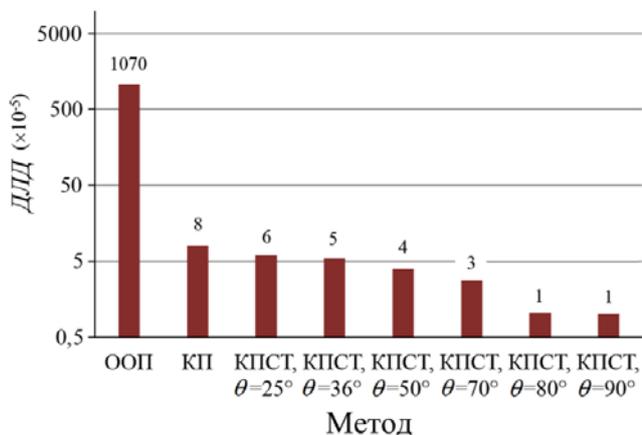


Рис. 5. Дисперсия локальных деформаций ПТ в зависимости от угла скручивания ползунов коллекторной пресс-формы спирального типа

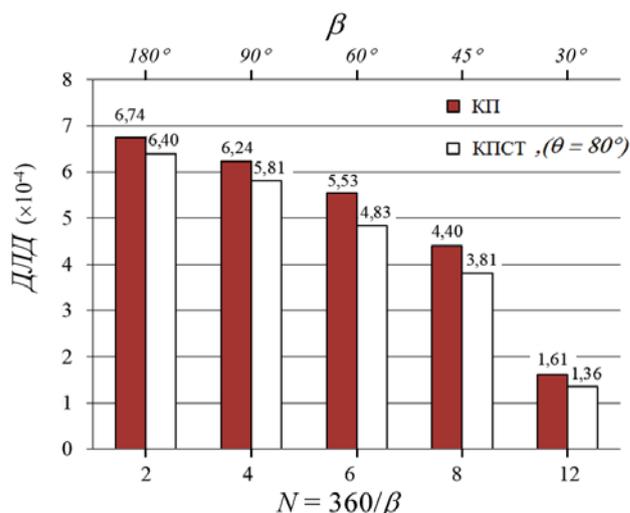


Рис. 6. Дисперсия локальных деформаций ПТ, уплотняемого способами КП и КПСТ

На рисунке 6 представлены результаты расчета ДЛД для различного числа ползунов N (и соответствующих углов их раскрытия $\beta = 360^\circ/N$), при постоянном угле скручивания КПСТ $\theta = 80^\circ$. В компактах, изготовленных методом КПСТ, ДЛД снижается до 48% по сравнению с ООП и на 5-15% по сравнению с КП. Установлено, что для максимально возможного уменьшения градиентов плотности в ПТ методом КПСТ целесообразно увеличить угол скручивания θ до 80° (соответственно, увеличивать количество ползунов N , уменьшать угол раскрытия β). Таким образом, метод КПСТ повышает равномерность распределения плотности в ПТ по сравнению с методом ООП и усиливает положительные эффекты метода КП.

В четвертой главе описано проектирование и оптимизация коллекторной пресс-формы нового типа – КПСТ с возможностью применения УЗВ.

Представлено описание изготовленной пресс-формы для прессования цилиндрической прессовки методом КПСТ с 6 чередующимися встречно движущимися ползунами, скрученных под оптимальным углом $\theta = 80^\circ$ (рис.7).

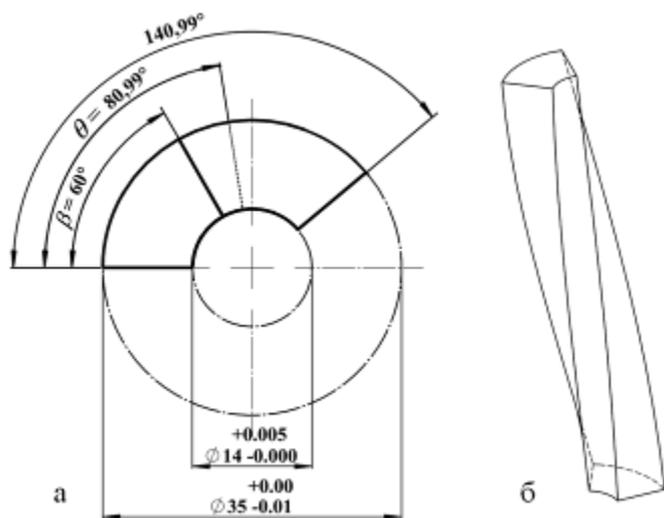


Рис. 7 Спиральный ползун для формования цилиндрической прессовки

Рассмотрены особенности деформации порошкового тела для КПСТ под воздействием УЗ-колебаний, позволяющих уменьшить силы пристенного трения. Схемы прессования цилиндрических образцов исследуемыми способами с УЗ-воздействием представлены на рис.8.

Разработанная и изготовленная пресс-форма применена для экспериментальных исследований, описанных в главе 5.

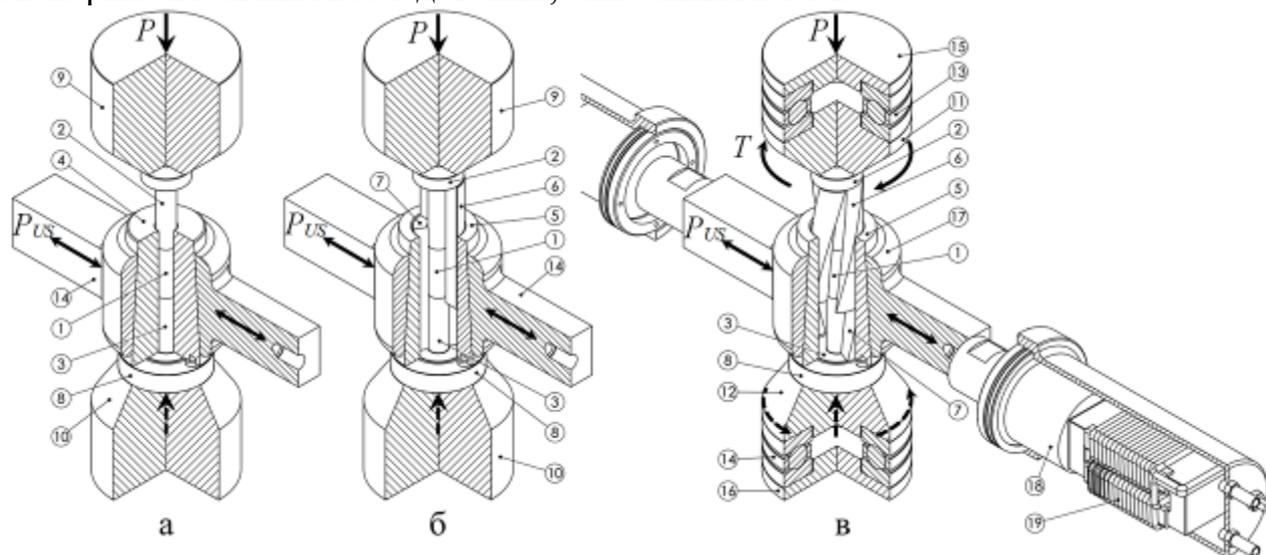


Рис. 8. Схемы прессования под УЗ-воздействием: традиционное ООП (а), способ КП (б); способ КПСТ (в): 1 – ПТ; 2, 3 – верхний и нижний пуансоны (плунжеры) соответственно; 4 – матрица традиционной пресс-формы; 5 – обойма коллекторной пресс-формы; 6 – составные части (ползуны) первого пассивного элемента, ($N_1=3$ шт.); 7 – составные части (ползуны) второго пассивного элемента, ($N_2=3$ шт.); 8 – центрирующая опора; 9 и 10 – верхний и нижний опорные элементы пресс-формы соответственно; 11, 12, 15, 16 – элементы сопряжения вращающихся опор; 13, 14 – подшипники верхней и нижней вращающейся опоры соответственно; 17 – волновод; 18 – магнитострикционные УЗ-преобразователи, подсоединяемые к УЗ-генератору; 19 – обмотка магнитостриктора; P_{US} – ультразвуковые колебания; P – направление усилия прессования; T – момент действующей силы.

В пятой главе приведены результаты экспериментальных исследований эффектов уплотнения статическими ООП, КП, КПСТ, этими способами с применением УЗ-воздействия. Представлены результаты сравнения электрофизических, упруго-пластических свойств, характеристик пористости керамических образцов, спеченных после прессования всеми исследуемыми способами.

Экспериментально получены и проанализированы диаграммы распределения плотности в цилиндрических прессовках гранулированного НП Al_2O_3 .

Прессование образцов проводили способами ООП, КП и КПСТ при давлении 800 МПа как без УЗ-воздействия (0-образцы), так и при подведении УЗ-колебаний мощностью 3 кВт (УЗ-образцы). Спрессованные и маркированные многослойные цилиндрические образцы разрезали алмазным диском вдоль оси симметрии по характерным для исследуемого способа прессования плоскостям сечений.

Деформация слоёв порошка в прессовке. На рис. 9 представлены схемы сечений ПТ. По характеру распределения локальных деформаций на этих сечениях проводили сопоставление результатов экспериментальных исследований уплотнения порошка различными способами. На рис.9а одно из сечений $[AC]$ проходит через области минимальной (заштрихованная область) и максимальной (не заштрихованная область) степени деформации у противоположных разнонаправленных ползунов, а второе $[BD]$ – через области подвижного сочленения ползунов вдоль поверхности их взаимного скольжения.

В случае КПСТ взаимное влияние соседних слоёв прессовки нивелирует перепад плотности вдоль этих слоёв. Степень такой компенсации определяется величиной угла скручивания. Ползуны КПСТ имеют форму спирали и в процессе уплотнения порошка скользят друг по другу вдоль геликоидной поверхности.

Для КПСТ (рис. 9д; табл.1) поверхность $[AA'CC']$ представляет собой геликоид, скрученный под углом θ и соответствующий линии сечения $A'C'$ на рис.9а. Соответственно, на рис. 9е поверхность $[BB'DD']$ – геликоид соответствующий линии сечения $B'D'$ на рис.9а. Для КП и КПСТ в любой точке на линии $[A'A]$ и $[C'C]$ деформация порошка, силы пристенного трения и степень уплотнения будут равны среднему значению на разных сторонах от линии сопряжения ползунов. Следовательно, степени уплотнения порошков вдоль линий сопряжения $[BB]$ и $[DD]$ пассивной ФОП будут одинаковы. Поверхность $[AA'CC']$ находится между ползунами, которые двигаются одновременно в противоположные стороны. Как для КП, так и для КПСТ каждый маркированный слой ПТ искривляется в направлении движения ползунов. Для поверхности $[BB'DD']$, линии DD' и BB' находятся на сопряжении линий ползунов (рис.9а и 9е). В результате встречного движения ползунов на линиях DD' и BB' силы трения компенсируются (результатирующая равна нулю), поэтому вдоль этих линий обеспечивается одинаковая степень уплотнения.

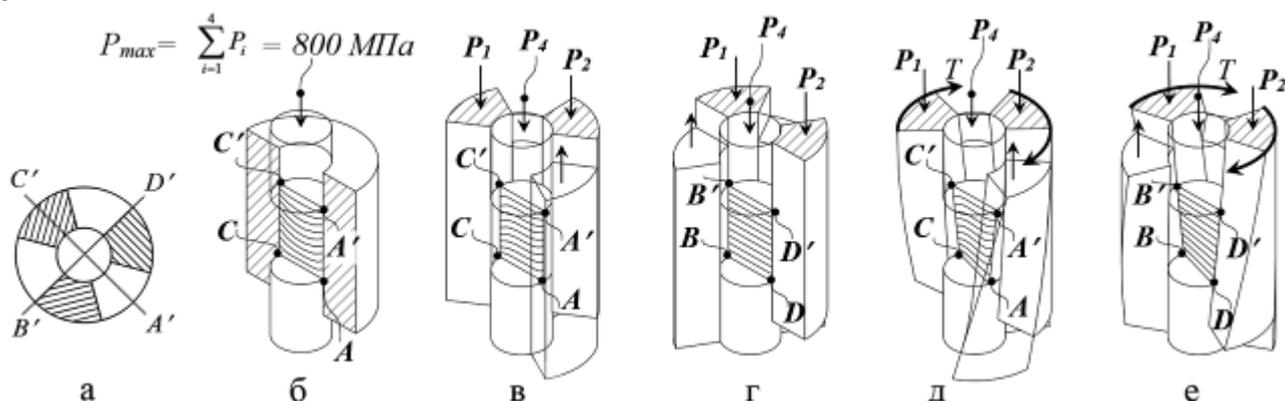


Рис. 9. Схемы характерных сечений ПТ в исследуемых пресс-формах: а – линии сечений прессовки и формообразующие элементы для КП и КПСТ, б – ООП, в и г – КП, д и е – КПСТ.

Результаты моделирования и экспериментальных исследований деформации слоёв порошка в прессовках, изготовленных исследуемыми способами, полностью совпадают (Таблица 1), что подтверждает достоверность как выбранной методики экспериментальной оценки характера деформации ПТ, так и метода конечных элементов для моделирования и количественного изучения этого процесса.

Усадка прессовки при спекании. Одним из преимуществ компактирования коллекторным способом является равномерность усадки в процессе спекания компакта, даже для изделий сложной формы. Это обусловлено прямой зависимостью величины усадки после спекания от плотности ПТ. В качестве дополнительного способа количественной оценки степени равномерности распределения плотности по объёму ПТ было выбрано прямое измерение усадки на различных участках высоты, а также диаметров и радиусов на разных высотах ПТ после спекания исследуемых образцов. На рисунке 10а

представлена схема измерения таких характерных геометрических размеров прессовки в форме половины цилиндра.

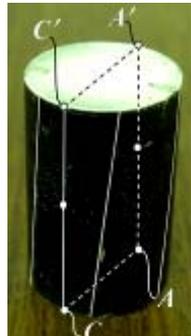
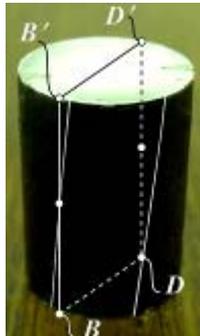
В качестве критерия оценки равномерности усадки при спекании по различным направлениям и областям прессовки использовалось среднеквадратичное отклонение (СКО) усадки по геометрическим размерам образца, которое находили для каждого набора измерений A_i , D_i и H_i :

$$\text{СКО} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (2)$$

где \bar{x} – среднее арифметическое значение усадок по набору измерений A_i , D_i и H_i , n – размер выборки значений усадок по размерам A_i , D_i и H_i .

Таблица 1

Пример модельного и экспериментального построения изолиний деформации слоёв прессовки при уплотнении способом КПСТ (без УЗВ)

КПСТ (моделирование)	Изоповерхности		Метод конечных элементов (МКЭ)		
	На $[AA'CC']$	На $[BB'DD']$	На $[AA'CC']$	На $[BB'DD']$	Вид модели
					
КПСТ (эксперимент)	Плоскость разреза		Эксперимент		
	На $[AA'CC']$	На $[BB'DD']$	На $[AA'CC']$	На $[BB'DD']$	Вид прессовки
					

Изменения усадки по диаметру (D) и толщине (A) после спекания при 1550°C образцов Al_2O_3 , спрессованных исследованными способами представлены на рис.10, в табл. 2. Из рисунка 10б видно, что СКО усадок по размерам для различных способов прессования могут отличаться на порядок.

Поскольку при прочих равных условиях имеется корреляция между величиной усадки при спекании и плотностью ПТ, то на основе анализа поведения СКО можно сделать выводы о характере распределения плотности в образцах, изготовленных исследуемыми способами прессования:

- Для всех способов прессования наблюдается общая тенденция: перепады плотности по диаметру и толщине одного изделия отличаются несущественно, однако значительно (в пределах порядка величины) превышают перепад плотности по его высоте.

- Степень влияния способов прессования на перепад плотности ПТ во всех направлениях имеет общий характер, что согласуется с представлением о влиянии способов прессования на распределение плотности не только по высоте, но и по всему объёму изделия.

- Перепад плотности по всем направлениям последовательно уменьшается в ряду способов прессования «ООП – КП – КПСТ».

- Перепад плотности по всем направлениям для всех исследованных способов прессования уменьшаются при их сочетании с УЗ-воздействием.

- Перепады плотности по всем направлениям для коллекторных методов КП и КПСТ на порядок величины отличаются от перепадов плотности для ООП, однако между собой отличаются не более чем в 2-4 раза; минимальный перепад плотности и наиболее значимое его уменьшение внутри группы коллекторных способов (в 4 раза) обнаружено при сочетании «КПСТ+УЗВ».

Следует, однако, учитывать, что СКО усадки по высоте отражает и перепад плотности по диаметру, а СКО усадок по диаметру и толщине в определенной степени отражает перепад плотности по высоте изделия.

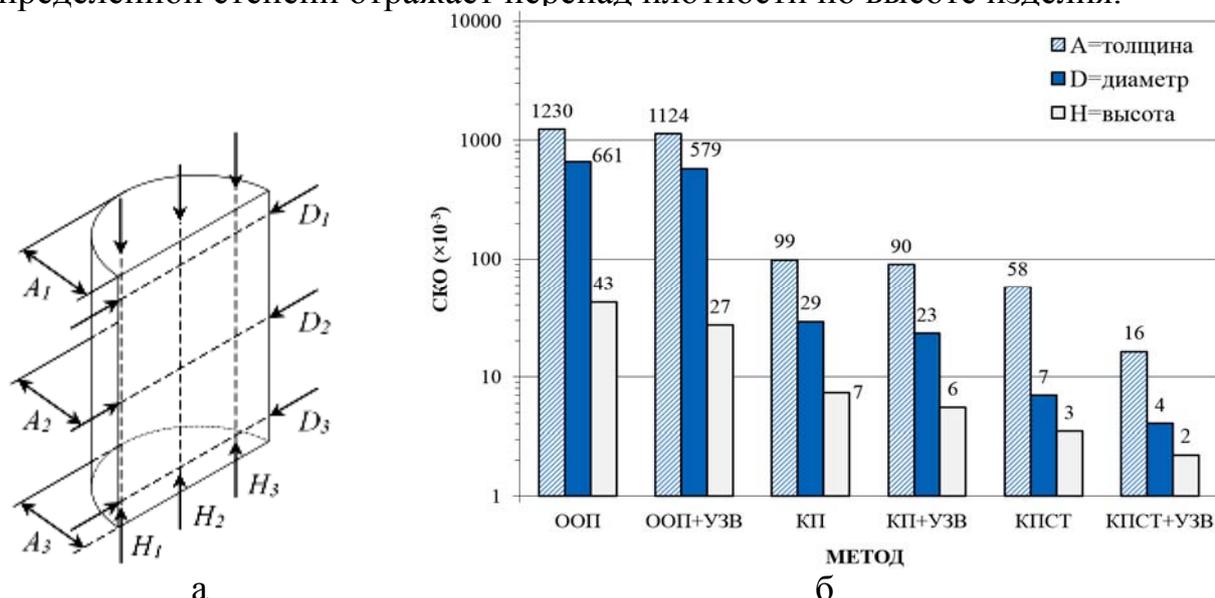


Рис.10. а – схема измерений геометрических размеров прессовки, б – параметры среднеквадратичного отклонения усадки в различных направлениях для исследуемых способов компактирования

Таблица 2

Изменение параметров усадки в различных направлениях после спекания образцов, изготовленных исследованными способами

№	Способ	ООП	ООП+УЗВ	КП	КП+УЗВ	КПСТ	КПСТ+УЗВ
	Параметр ПТ						
1	Усадка по A, (%)	12,33	11,23	12,34	12,23	11,86	11,45
2	СКО A	0,3607	0,3366	0,0676	0,0452	0,0331	0,0142*
3	Усадка по D, (%)	12,02	12,04	12,48	12,00	11,99	11,68
4	СКО D	0,4933	0,3048	0,0431	0,0370	0,0294	0,0073*
5	Усадка по H, (%)	10,07	9,81	10,60	10,27	10,30	10,13
6	СКО H	0,0495	0,0465	0,0094	0,0060	0,0039	0,0018*
7	Потери массы, (%)	4,14	4,13	4,14	4,23	4,20	4,23
8	Усадка по объёму, (%)	30,67	29,68	31,33	30,52	30,46	29,33
9	Прирост плотности, (%)	38,26	36,33	39,61	37,84	37,77	35,53

* заштрихованы ячейки с минимальными значениями СКО.

Полученные результаты показывают, что из всех исследованных способов применение сочетания «КПСТ+УЗВ» наиболее эффективно для достижения высокой равномерности распределения плотности по объёму ПТ и обеспечения равномерной усадки при спекании (СКО имеют минимальные значения по всем направлениям усадки).

Следует заметить, что СКО усадок по диаметру и толщине, отражая перепад плотности по высоте изделия, являются более чувствительными к способу прессования и УЗ-воздействию, а также к соотношению размеров изделия. Так, в случае УЗВ при уменьшении высоты изделия перепад плотности по высоте уменьшится пропорционально, а перепад в ортогональных направлениях изменится несущественно. Исходя из этого, а также с учётом форм-фактора (отношение высоты к диаметру) исследуемых образцов, можно сделать вывод о размерных критериях целесообразности применения УЗ-воздействия при КПСТ. Из анализа данных таблицы 2 следует, что применение УЗ-воздействия при КПСТ позволяет снизить перепад плотности по высоте в 4 раза, а в ортогональных направлениях – только в 2 раза. Таким образом, при уменьшении высоты изделия более чем в два раза (при величине отношения высоты к диаметру меньше 0,7) абсолютные значения перепада плотности по высоте и диаметру изделия станут одинаковыми. Можно заключить, что совместное применение КПСТ и УЗВ является наиболее эффективным при компактировании изделий с отношением высоты к поперечным размерам более 0,7.

Распределение плотности по высоте прессовки было также исследовано прямым измерением плотности путём последовательного стачивания её тонких слоёв и пересчёта из высоты и массы каждого сточенного слоя. Исследование было проведено для порошка Al_2O_3 , спрессованного всеми исследуемыми способами: ООП, КП и КПСТ, а также под УЗ-воздействием (ООП+УЗВ, КП+УЗВ и КПСТ+УЗВ).

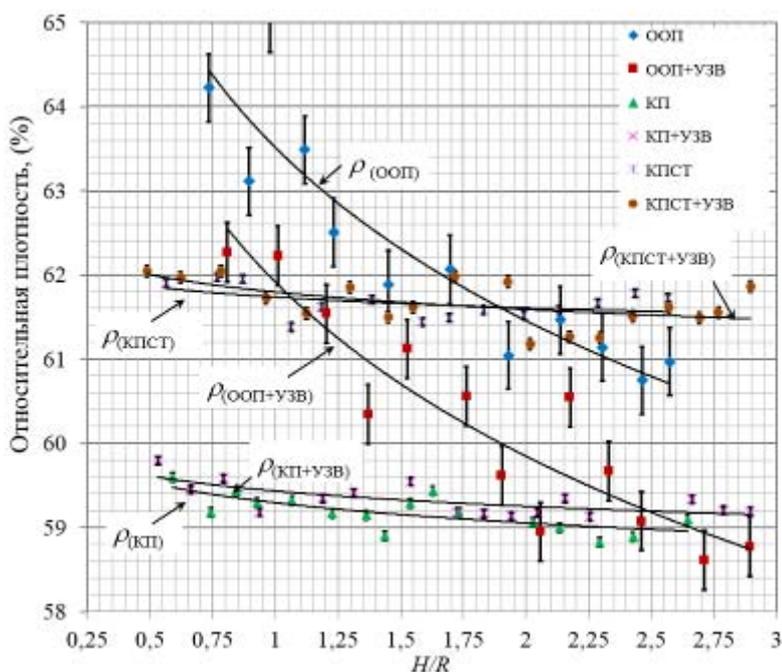


Рис. 11. Перепад плотности по высоте прессовки Al_2O_3 для исследованных способов прессования (R - радиус образца)

Из рисунка 11 видно, что распределение средней в сечении плотности по высоте достаточно равномерно в случаях КП, КПСТ, и их сочетании с УЗ-воздействием. Для ООП перепад плотности по высоте составляет около 5% тогда как для остальных способов он находится в пределах погрешности измерений. Однако величина средней по объёму плотности в случае использования КПСТ существенно выше таковой для КП.

Распределение плотности по объёму прессовки определяли на основе количественного анализа деформации их маркированных слоев. Значения локальных деформаций каждого слоя пересчитывались в значения локальной относительной плотности.

В таблице 3 представлены характеристики таких прессовок. Сравнивались результаты моделирования методом конечных элементов (МКЭ) с экспериментальными данными. Установлено хорошее совпадение найденных разными способами значений относительной плотности, перепада плотности, дисперсии локальных значений плотности в объёме прессовки.

Таблица 3

Сравнительные результаты экспериментов и моделирования МКЭ по распределению плотности в объёме длинномерных прессовок Al_2O_3

На поверхности [AA'CC']							
Способ		ООП	ООП+УЗВ	КП	КП+ УЗВ	КПСТ	КПСТ+УЗВ
Относительный перепад плотности по высоте, ($\Delta\rho/\Delta H$)	Эксперимент	$1,91 \times 10^{-5}$	$1,26 \times 10^{-5}$	$7,28 \times 10^{-6}$	$5,61 \times 10^{-6}$	$3,80 \times 10^{-6}$	$2,43 \times 10^{-6}$
	МКЭ	$9,26 \times 10^{-6}$	4×10^{-6}	$1,36 \times 10^{-6}$	$9,78 \times 10^{-7}$	$5,40 \times 10^{-7}$	$2,57 \times 10^{-7}$
Дисперсия плотности в объёме прессовки	Эксперимент	0,00421	0,00382	0,00279	0,00207	0,00187	0,00136
	МКЭ	0,00371	0,00344	0,00330	0,00311	0,00267	0,00232
Относительная плотность	Эксперимент	0,61	0,61	0,61	0,61	0,61	0,61
	МКЭ	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
На поверхности [BB'DD']							
Способ		ООП	ООП+УЗВ	КП	КП+ УЗВ	КПСТ	КПСТ+УЗВ
Относительный перепад плотности по высоте, ($\Delta\rho/\Delta H$)	Эксперимент	$2,08 \times 10^{-5}$	$1,42 \times 10^{-5}$	$6,80 \times 10^{-6}$	$4,01 \times 10^{-6}$	$2,58 \times 10^{-6}$	$1,77 \times 10^{-6}$
	МКЭ	$9,26 \times 10^{-6}$	4×10^{-6}	$1,57 \times 10^{-7}$	$9,82 \times 10^{-8}$	$8,78 \times 10^{-8}$	$5,64 \times 10^{-8}$
Дисперсия плотности в объёме прессовки	Эксперимент	0,00469	0,00320	0,00060	0,00055	0,00052	0,00042
	МКЭ	0,00371	0,00344	0,00027	0,00025	0,00024	0,00015
Относительная плотность	Эксперимент	0,61	0,61	0,61	0,61	0,61	0,61
	МКЭ	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65

Наглядное представление о характере распределения плотности по продольному сечению образцов дают изображения полей, окрашенных в градациях серого и разделённых изолиниями (таблицы 4, 5). Степень потемнения участков полей соответствует их плотности, значение которой нанесено на каждой изолинии. По вертикальной оси поля нанесено расстояние от прессующего пуансона по высоте образца; по горизонтальной оси – расстояние от оси прессования по диаметру образца. При ООП зоны максимальной плотности наблюдается в области гидравлического периметра прессующего пуансона и на максимальном расстоянии от него в центральной области поперечного сечения. По всему объёму наблюдаются градиенты плотности различной величины и направления, а связанные с этим механические напряжения распределены неравномерно.

Таблица 4

Сравнительные результаты экспериментов по исследованию распределения плотности в объёме прессовок Al_2O_3 на поверхности [АА'С'С']

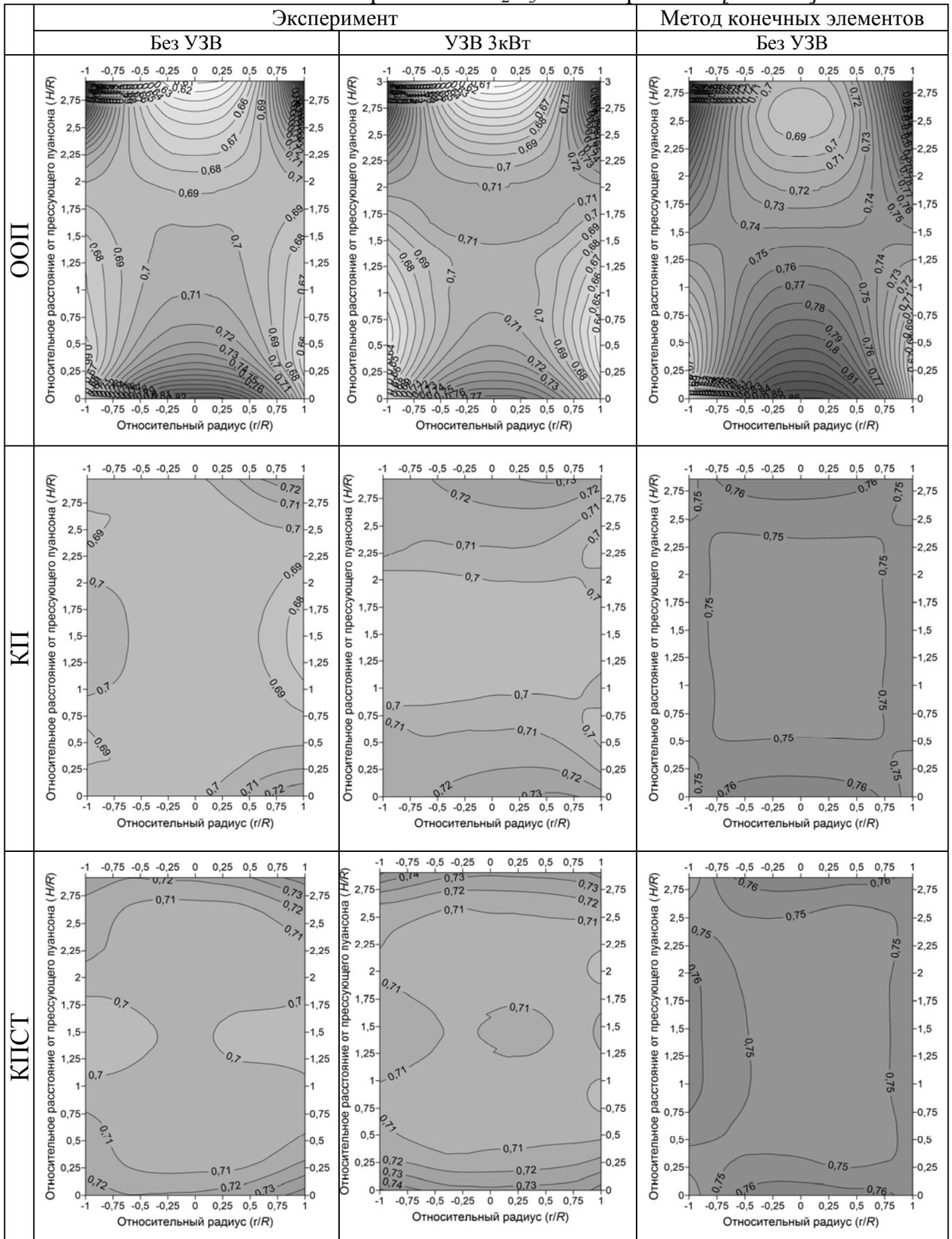
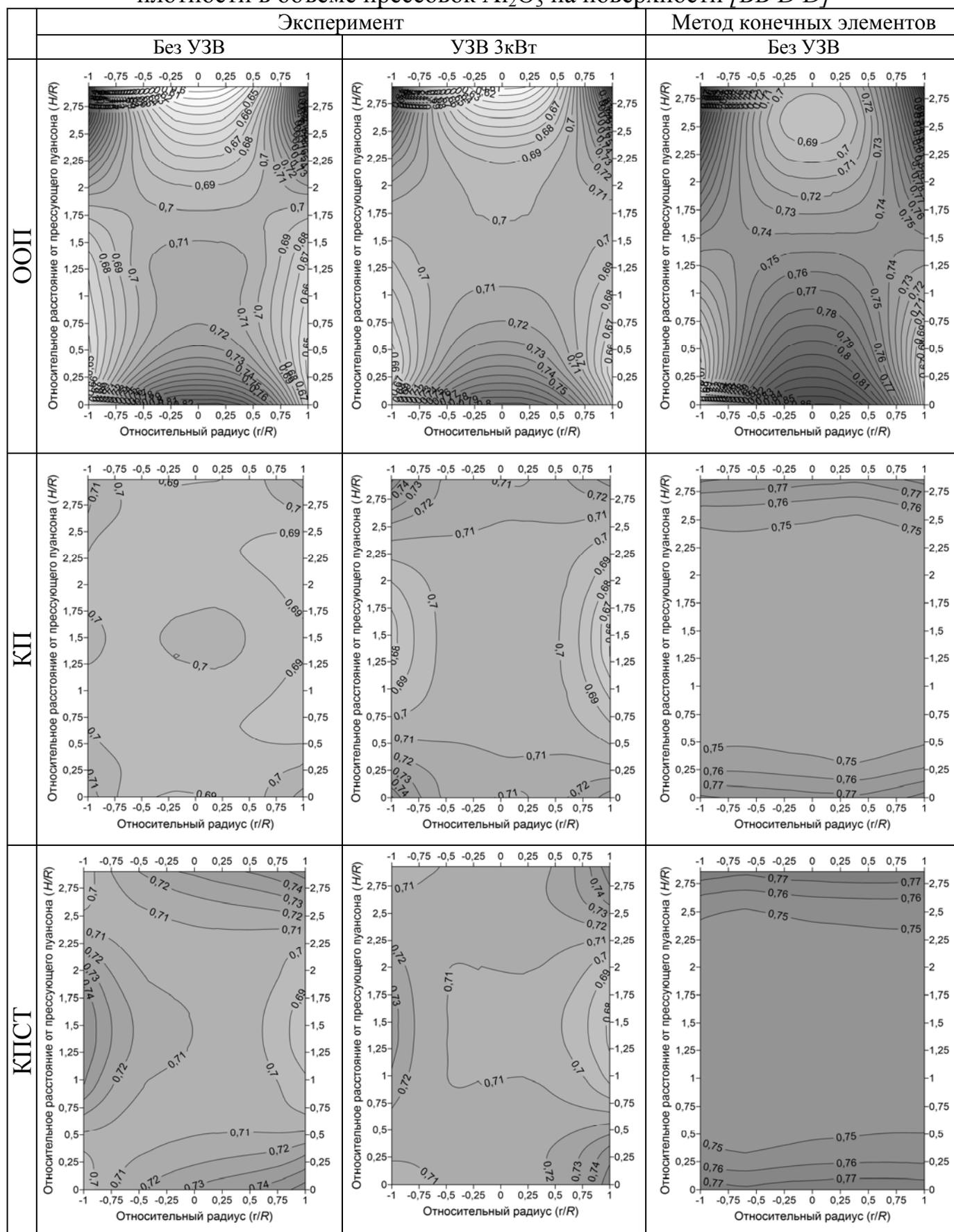


Таблица 5

Сравнительные результаты экспериментов по исследованию распределения плотности в объёме прессовок Al_2O_3 на поверхности $[BBDD]$



Способ КПСТ позволяет создать изделие с практически равномерным по объёму распределением плотности и напряжений с незначительным увеличением плотности по периметрам торцов прессовки. Некоторые отклонения картин распределения плотности в реальных образцах КП и КПСТ от осесимметричного характера обусловлены неизбежной погрешностью при выборе плоскости разреза и её не полным совпадением с плоскостями $[AA'CC']$ и $[BB'DD']$. Однако и при таких объективных факторах, вносящих возмущения в измеряемые величины, средняя дисперсия распределения локальных значений плотности снизилась на 72% и на 23%, а относительный перепад плотности по высоте изделия снизился в 6,5 раз и в 2 раза по сравнению с ООП и КП, соответственно. Для способа КПСТ+УЗВ, средняя дисперсия распределения плотности снизилась на 76 % и на 28 %, а относительный перепад плотности по высоте изделия снизился в 6,6 раз и в 2,3 раза по сравнению с ООП+УЗВ и КП+УЗВ, соответственно.

Таким образом, показано, что добавление вращательной составляющей в кинематической схеме перемещения пассивных формообразующих элементов существенно усиливает присущий коллекторной схеме эффект выравнивания плотности по объёму порошкового тела.

Способом КПСТ возможно изготавливать изделия с цилиндрической боковой поверхностью и изделия, на боковой поверхности которых имеется винтовой рельеф с постоянным углом скручивания, например, шестерни косозубой передачи, прессование которых из сухих порошков другими способами не представляется возможным.

Методами СЭМ анализировали пористость и зёрненную структуру на полированных поверхностях образцов керамики Al_2O_3 , спеченной после прессования исследованными способами. На каждом образце с применением программы ImageJ анализировались по три различных поля изображения с получением усреднённых значений характеристик морфологии пористой структуры. В результате обработки были получены значения среднего размера пор d_p , относительной площади пор (пористости) θ , относительного содержания пор на анализируемой поверхности C_p .

На рис. 12 представлены результаты измерения характеристик пористости образцов керамики, изготовленных различными способами прессования. Результаты проведённого статистического анализа показали, что способ прессования оказывает заметное влияние на величину среднего размера пор керамики, однако при использовании УЗ-колебаний в процессе прессования наблюдается стабилизация этого параметра.

На образцах КПСТ достигается существенное снижение пористости по сравнению с другими способами прессования. При этом разница между пористостью образцов ООП и КП не выходит за пределы доверительного интервала. УЗ-воздействие, напротив, не оказывает существенного влияния на пористость образцов КПСТ, однако позволяет значимо снизить пористость в образцах ООП и КП. Анализ зёрненной структуры показал, что коллекторные способы прессования, независимо от УЗ-воздействия, в сравнении с размером зёрен керамики ООП (8,3 мкм) обнаружили примерно одинаковое снижение средних размеров зерна до значений в пределах от 3,7 до 4,8 мкм.

Оценка упругопластических характеристик и величины микротвёрдости исследуемых образцов керамики проводили методом динамического индентирования при нагрузке 2000 мН. Анализировали усреднённые по 12 испытаниям результаты исследования величин модуля упругости E при вдавливании наноиндентора, коэффициента текучести (ползучести) C_{it} ,

относительной доли работы упругой деформации при вдавливании n_{it} , а также микротвёрдости в единицах Нv. На величину микротвёрдости заметное влияние оказывают, как способ компактирования порошков, так и дополнительное УЗ-воздействие в процессе прессования различными способами (рис. 13).

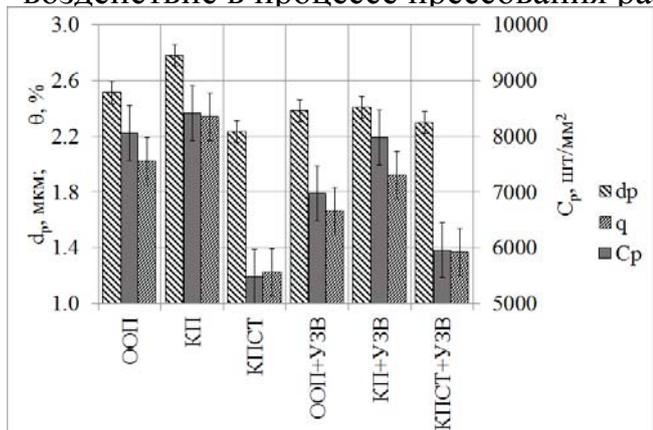


Рис. 12 – Результаты измерения пористости, среднего размера и относительного содержания пор в образцах, полученных различными способами прессования

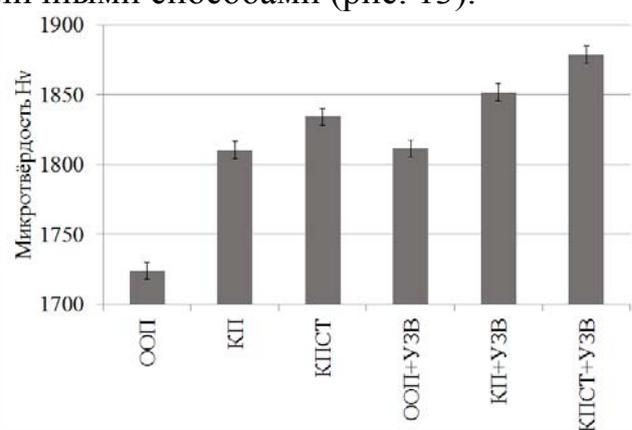


Рис. 13 - Микротвёрдость керамических образцов, изготовленных разными способами прессования

Превышение микротвёрдости образцов КП и КПСТ над значениями для ООП составляет величину от 80 до 100 ед.Нv. Для УЗ-образцов этот прирост составляет от 40 до 70 ед.Нv. Общий прирост микротвёрдости для способа КПСТ+УЗВ над значением для образцов ООП составил более 150 ед.Нv.

В таблице 6 представлены результаты измерений упруго пластических свойств исследуемых керамических образцов.

Таблица 6

Упругопластические свойств образцов керамики Al_2O_3 ,

Способ прессования	E, ГПа	C_{it} , %	n_{it} %	H_v
ООП	171,4	2,3	46,0	1723,9
КП	175,6	2,1	46,7	1810,5
КПСТ	186,0	2,1	44,5	1834,1
ООП+УЗВ	149,3	2,1	47,6	1811,4
КП+УЗВ	153,4	2,5	47,3	1851,6
КПСТ+УЗВ	140,5	3,2	44,3	1878,5

Измерения относительной диэлектрической проницаемости ϵ и тангенса угла диэлектрических потерь $tg \delta$ проводили на трёх представителях образцов, изготовленных различными способами. Анализ графических зависимостей ϵ от частоты (рис. 14 а, б) показал, что способы КП и КПСТ не оказывают значительного влияния на этот параметр, как при УЗ-воздействии, так и без него. Во всём диапазоне частот для способа ООП наблюдается существенное снижение относительной диэлектрической проницаемости для образцов, изготовленных с применением УЗ-воздействия.

Без применения УЗ-воздействия минимальные диэлектрические потери, а также минимальную зависимость этих потерь от частоты демонстрируют образцы КПСТ (рис. 14 в). Для коллекторных способов (КП и КПСТ) наблюдается сдвиг положения максимума диэлектрических потерь

относительно способа ООП в сторону увеличения частоты на 230 Гц, что можно связать с выявленным уменьшением размеров структурных элементов (пор и зёрен) этих образцов керамики. Это предположение косвенно подтверждается зависимостями диэлектрических потерь от частоты для образцов, изготовленных различными способами под УЗ-воздействием. Для них частотный сдвиг максимума диэлектрических потерь выражен в меньшей степени, как и разница в размерах пор и зёрен.

При общей тенденции к снижению диэлектрических потерь во всём исследованном диапазоне частот наибольший эффект достигается при использовании способов ООП+УЗВ и КП+УЗВ (Рис. 14 *з*). Снижение диэлектрических потерь для этих вариантов способов прессования составляет от 35 % до 15 %, соответственно.

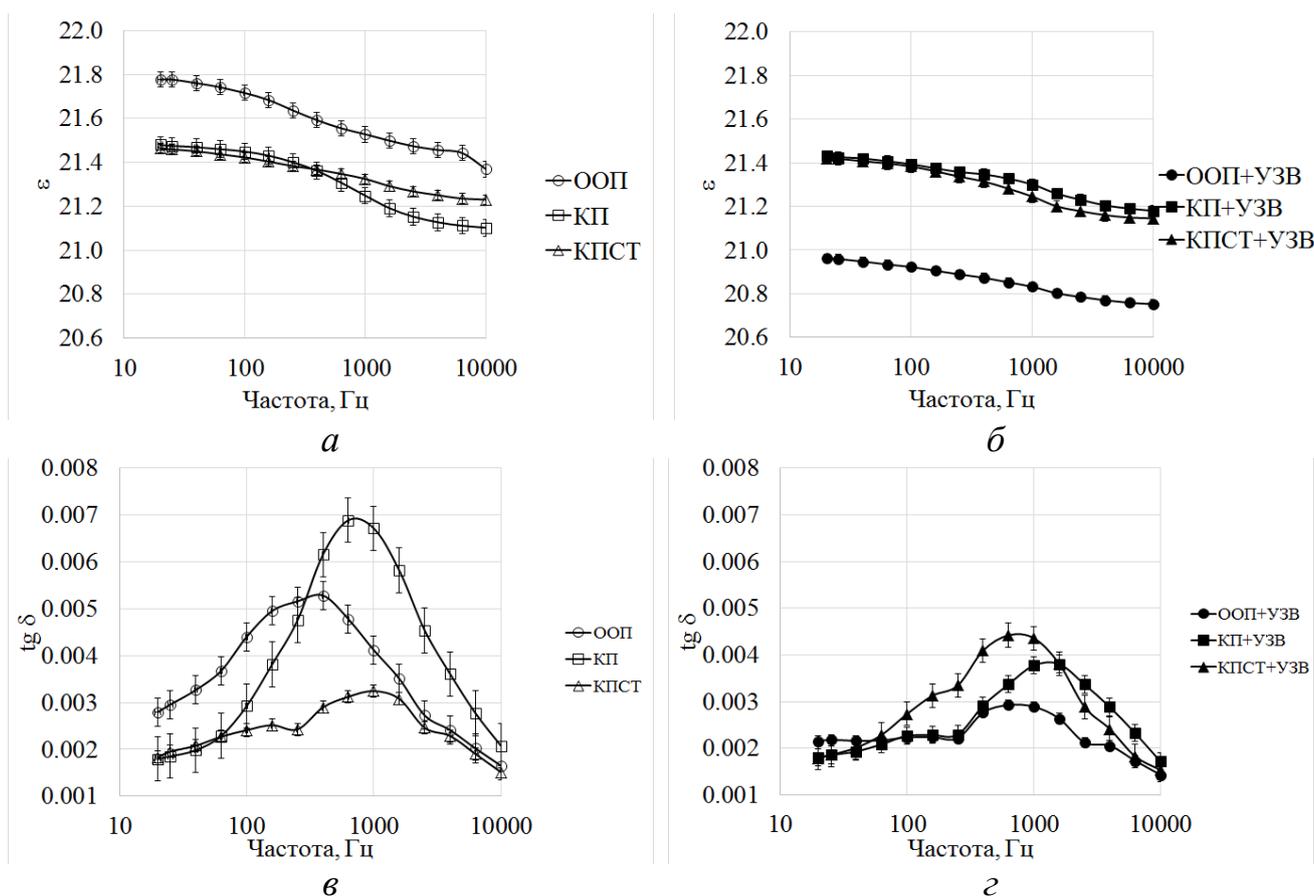


Рис. 14 – зависимость диэлектрической проницаемости (*а*, *б*) и тангенса угла диэлектрических потерь (*в*, *г*) от частоты для образцов керамики, изготовленной различными способами (*а*, *в*), а также этими способами под УЗ-воздействием (*б*, *г*)

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. В результате моделирования и экспериментальных исследований нового способа прессования КПСТ установлено, что добавление вращательной составляющей в кинематической схеме перемещения пассивных формообразующих элементов коллекторной пресс-формы повышает выравнивание плотности по объёму порошкового тела:

- дисперсия локальных деформаций в объёме прессовки при использовании способа КП может быть снижена на два порядка по сравнению с ООП, а при использовании КПСТ может быть достигнуто дополнительное восьмикратное снижение дисперсии;

- перепад плотности по высоте прессовки, дисперсия плотности в объёме цилиндрических прессовок имеют минимальные значения для способов КПСТ и КПСТ+УЗВ в сравнении со способами ООП, КП, ООП+УЗВ, КП+УЗВ;
- наиболее равномерная усадка в различных направлениях обеспечивается при спекании керамики, спрессованной способами КПСТ и КПСТ+УЗВ.

2. Показано, что для формования цилиндрической прессовки способом КПСТ оптимальной конструкцией является пресс-форма с шестью чередующимися встречно-движущимися ползунами, скрученными под углом 80 градусов.

3. Новый метод прессования КПСТ и КПСТ+УЗВ является эффективным для спекания при пониженной температуре 1550°C диэлектрической керамики Al_2O_3 с плотностью более 98%. При этом КПСТ по сравнению с ООП позволяет повысить относительную плотность керамики на 0,8 %, снизить средний размер пор на 11 %, а их относительное содержание - до 32 %.

4. Показано, что применение КП и КПСТ в сравнении с ООП:

- снижает средние размеры зерна в керамике на 42 %, а КПСТ+УЗВ - на 55 %;
- увеличивает микротвёрдость на 5-6 %, а КПСТ+УЗВ - на 9 %.

5. Установлено, что образцы КПСТ имеют минимальные диэлектрические потери, а также минимальную зависимость этих потерь от частоты. Снижение диэлектрических потерь для КП+УЗВ по сравнению с ООП составляет 15%. УЗВ оказывает существенное влияние на диэлектрическую проницаемость образцов керамики ООП.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:

Статьи в журналах, рекомендованных ВАК

1. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, В.М. Соколов, П. Чартпук. Модельная оптимизация процессов уплотнения порошковых материалов в коллекторной пресс-форме спирального типа // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 5/2. – С. 263-269.

2. Э.С. Двилис, П. Чартпук, О.Л. Хасанов, В.М. Соколов. Оптимизация геометрических параметров коллекторной пресс-формы спирального типа // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – Т.56. – № 7/2. – С.232-240.

3. Э.С. Двилис, П. Чартпук, О.Л. Хасанов, В.М. Соколов. Модельные исследования характера деформации порошкового тела при различных способах прессования // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – Т. 56. – № 7/2. – С.227-231.

4. Э.С. Двилис, П. Чартпук, О.Л. Хасанов, В.М. Соколов, Б.А. Ешетов. Аналитическая и модельная оптимизация кинематических схем равномерноплотного прессования порошковых материалов // Известия Томского политехнического университета. – 2013. – Т. 323. – № 2. – С.49-55.

Статьи в сборниках научных трудов, другие публикации

5. O.L. Khasanov, E.S. Dvilis, V.M. Sokolov and P. Chartpuk. The Comparison of Model Compaction Method to Make Uniformly Dense Ceramic Bodies // Proceedings of the 7th International Forum on Strategic Technology (IFOST2012), – National Research Tomsk Polytechnic University, – Tomsk, Russia. – 2012. – V.1. – P.489-493. IEEE catalog number CFP12786-PRT.

6. Dvilis E.S., Khasanov O.L., Chartpuk P. and Sokolov V.M. Optimal design of the spiral type of collector die for dry powder compaction. // Proceedings of

the 8th International Forum on Strategic Technology (IFOST2013), – Mongolian University of Science and Technology (MUST), – Ulaanbaatar, Mongolia. – 2013. – V.1. – P. 25-28. IEEE catalog number CFP13786-PRT.

7. **П. Чартпук**, Э.С. Двилис и О.Л. Хасанов. Анализ и моделирование процессов уплотнения порошковых материалов в коллекторной пресс-форме спирального типа // Современные керамические материалы. Свойства. Технологии. Применение. КерамСиб–2011: Труды III Международной научно-практической конференции.–Новосибирск: Изд. «Нонпарель».–2011–С.111-112.

8. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис и **П. Чартпук**. Сравнение и оптимизация эффективности процессов уплотнения порошковых материалов в коллекторной пресс-форме спирального типа. // IX Международная конференция студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» Россия. – Томск. – 2012. – С. 272-274.

9. О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, **П. Чартпук**. Равномерность распределения деформации порошковых материалов в коллекторной пресс-форме спирального типа. // V Всероссийская научно-практическая конференция «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов». Институт международного образования и языковой коммуникации Томского политехнического университета. – Томск. – 2012. – Т. 2. – С. 205-209.

10. E.S. Dvilis, O.L. Khasanov and **P. Chartpuk**. Design of ultrasonic and collector molds for industrial technology of the uniaxial dry pressing of ceramic powders. // 10th International Symposium on Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications. Fraunhofer Institute for Ceramic Technologies and Systems IKTS, Germany. – 2012. – P. 80-81.

11. Khasanov O.L., Dvilis E.S., Sokolov V.M. and **Chartpuk P.** Deformation distribution of the powder green compacts due to changing the number of slider parts in collector die of spiral type // Abstracts of German-Russian Forum on Nanotechnology, Tomsk, Russia. – 2013. – P.65.

12. Khasanov O.L., Dvilis E.S., Sokolov V.M and **Chartpuk P.** Investigation of the characteristics of displacement isolines in the cylindrical green compact // Abstracts of German-Russian Forum on Nanotechnology, Tomsk.–2013.–P.64.

13. Dvilis E.S., Sokolov V.M. and **Chartpuk P.** (Scientific supervisor: Khasanov O.L.) Development of collector ultrasonic mold for industrial technology of the uniaxial dry pressing of ceramic powders. // VI Всероссийская научно-практическая конференция «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов». Институт международного образования и языковой коммуникации Томского политехнического университета. – Томск. – 2013. – Т. 1. – С. 486-492.