

*The possibility of correction of the powder SiC hot pressing regimes taking into account the degree of its amortization at explosive activation is based. The parameters and kinetics of re-crystallization of amorphous SiC at hot deformation are determined. The regularities of consolidation of the activated by explosion powders SiC are investigated, the structures and characteristics of pressings are studied.*

Г. Г. ГОРАНСКИЙ, УП «Технопарк БНТУ «Метолит»

УДК 621.762

## О ТЕРМОСИЛОВЫХ ПАРАМЕТРАХ УПЛОТНЕНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕМ ПРЕССОВАНИИ АКТИВИРОВАННЫХ ВЗРЫВОМ ПОРОШКОВ SiC

**Введение.** Уровень механических свойств (прочность, вязкость разрушения, твердость) конструкционной керамики в значительной мере обусловлен размерами ее зерен и может быть существенно повышен путем снижения термосиловых параметров (температура, время, давление) процессов формообразования ее макрообъемов (спекание, горячее прессование) [1]. Достижение указанного эффекта реализуется путем предварительной активации компактируемого керамического порошка. Известные методы активации предполагают диспергирование керамики для получения субмикронных частиц с большой удельной поверхностью и высокой степенью дефектности структуры [2], введение в шихту различных типов активирующих добавок (в том числе и наноразмерных) [3].

Наряду с использованием для целей активации традиционных типов механореакторов (шаровые, вибро- и планетарные мельницы, аттриторы и т.д.) [1–3] чрезвычайно эффективной представляется активация керамического порошка импульсным нагружением с использованием энергии взрыва [1, 4].

В [4, 5] показано, что данный метод позволяет, в частности для  $\alpha$ -SiC, существенно снизить средний размер частиц шихты вплоть до 0,01–0,5 мкм при удельной поверхности порошка до 14 м<sup>2</sup>/г практически без изменения фазового состава керамики при заметном повышении степени дефектности ее кристаллической структуры. Столь мелкодисперсный порошок при высокой степени активации обладает низкими технологическими свойствами (насыпная плотность ~1,2 г/см<sup>3</sup>, крайне малая текучесть, склонность к агломерации), что затрудняет реализацию операций его последующего формообразования. Авторами [4, 5] подчеркнута целесообразность применения активированной взрывом керамики в качестве добав-

ки для интенсификации последующей консолидации шихты.

Формирующиеся при компактировании керамики зерна имеют, как правило, размер 3–5 мкм и лишь их небольшая доля (10–15%) не превышает 1–2 мкм [6]. Дальнейшее же снижение размера зерна вплоть до получения в макрообъеме материала субмикронных включений в настоящий момент затруднено в связи с отсутствием обоснованных технологий, но очень перспективно, именно в этом случае можно будет заметно поднять уровень механических свойств конструкционной керамики.

**Цель работы.** Показать, что образование субмикронной структуры в макрообъеме керамики может быть достигнуто при контролируемой перекристаллизации материала из аморфной фазы. Исследовать возможность аморфизации порошка  $\alpha$ -SiC при взрывном нагружении, оценить кинетику перекристаллизации аморфного SiC при его нагреве, закономерности уплотнения при горячем прессовании, определить уровень механических свойств полученных компактных материалов.

**Методы исследований.** Так как традиционная ампульная схема взрывной активации порошка в рациональном диапазоне режимов нагружения (скорость детонации и соответственно давление продуктов взрыва) не обеспечивает заметной аморфизации керамики [1, 4, 5], использовали вариант, когда цилиндрический контейнер с порошком и наружным коаксиальным зарядом взрывчатого вещества (ВВ) располагался с зазором относительно внутренней центрирующей оправки [7]. Контейнер и оправка центрировались крышками. В качестве ВВ использовали аммонит 6ЖВ, высота заряда варьировалась от 20 до 60 мм, слой обрабатываемого порошка в контейнере составлял 8–15 мм, толщина стенок контейнера – 2–4 мм, зазор до оправки – 4–8 мм. Степень силового

воздействия взрыва на порошок оценивали по величине деформации  $\epsilon$  – относительному изменению толщины его слоя между наружной и внутренней оболочками контейнера после метания последнего на оправку.

В качестве исследуемого материала был выбран порошок марки 63С ЗАЗ, имеющий фазовый состав 99%  $\alpha$ -SiC при среднем размере частиц 2,6–4,2 мкм и удельной поверхности 2,6–3,0 м<sup>2</sup>/г.

Оценку гранулометрического состава порошков осуществляли путем обработки на ПК результатов измерения с помощью сканирующего электронного микроскопа «Нанолаб» наименьшей хорды частиц. Удельную поверхность измеряли методом БЭТ на приборе «Акусорб-210».

Степень микроискажений кристаллической решетки материалов оценивали по уширению дифракционных максимумов на установке ДРОН-3 в Си  $K_{\alpha}$ -излучении в дискретном режиме с шагом сканирования 0,1° и постоянной величиной времени набора импульсов в точке. Исследования осуществляли в диапазоне углов  $\Theta=16-65^{\circ}$ . Уширения дифракционных максимумов определяли для обладающих наибольшей интенсивностью линий (101), (004), (102), (110), (106), (114), (206), (422) методом аппроксимации. В качестве эталона использовали порошок SiC, отожженный в аргоне при 2000 °С в течение 6 ч. Если по мере роста дефектности кристаллической структуры уширение  $\beta$  растет монотонно, то в момент появления аморфных включений дифракционный максимум размывается, растягиваясь в сплошной непрерывный спектр, сливающийся со следующей линией. В этом случае расчет  $\beta$  для соответ-

ствующего максимума теряет физический смысл и практически невозможен.

Степень аморфизации материала оценивали как отношение площади между размытой линией и линией фона к суммарной площади всех без исключения интерференционных линий в используемом диапазоне углов. Указанный метод с высокой степенью воспроизводимости (3–5%) позволял оценивать степень аморфизации керамики после импульсного нагружения и различного термомеханического воздействия (отжиг, горячее прессование).

В ряде случаев степень аморфизации материала была измерена методом вытравливания аморфной составляющей. Навеску измельченного SiC помещали в модифицированный раствор Мураками (60 г NaOH, 60 г  $K_3Fe(CN)_6$ , 120 мл дистиллированной  $H_2O$ ) и выдерживали в нем при температуре кипения в течение 0,5 ч. Раствор тщательно фильтровали через беззольный фильтр. Фильтр с осадком сушили, сжигали, взвешивали осадок. Разность между весами исходной навески и фильтрованного осадка рассматривали как аморфную составляющую в составе исследуемого образца SiC. По данной методике получены результаты о наличии аморфной фазы с точностью до 12%, совпадающие с данными рентгеноструктурного исследования.

**Результаты и их обсуждение.** Импульсное нагружение порошка SiC привело к дроблению его частиц, которое сопровождается на определенной стадии частичной их агломерацией, росту дефектов его структуры, последовательно приводящих к аморфизации материала. Результаты экспериментов приведены в табл. 1.

Таблица 1. Структурные параметры порошка SiC после импульсного нагружения

| Степень деформации $\epsilon$ , % | Размер частиц $d$ , мкм | Удельная поверхность $S$ , м <sup>2</sup> /г | Уширение $\beta_{004}$ , 10 <sup>-3</sup> рад | Степень аморфизации $C$ , % |
|-----------------------------------|-------------------------|--|---|-----------------------------|
| 12                                | 0,8–1,1                 | 5,3  | 2,4   | 14                          |
| 26                                | 0,4–0,9                 | 6,9  | 2,6   | 23                          |
| 34                                | 0,2–0,5                 | 7,6  | 2,8   | 29                          |
| 42                                | 0,1–0,3                 | 5,8  | –   | 46                          |
| 57                                | 0,1–0,2                 | 5,2  | –   | 64                          |

В дальнейшем были проведены исследования процессов перекристаллизации аморфной составляющей SiC и аннигиляции дефектов его структуры при отжиге при температурах, соответствующих реальным условиям формообразования. Были подготовлены две партии активированного взрывом порошка SiC, имеющие близкие значения дисперсности (0,1–0,3 мкм) и удельной поверхности (5,4–5,8 м<sup>2</sup>/г), но разные степени аморфизации (0,64 и 0,46 объема материала). Навески порошков были предварительно скомпактированы в образцы плотностью  $0,37\rho_{\text{теор}}$  и отожжены в атмосфере аргона при температурах 1800, 1950, 2000 °С. Отжиг осуществляли в течение времени до 15 мин с момента набора образцом требуемой температуры. Температуру отжига контролировали

бесконтактным методом с помощью ИК-пирометра «Thermophil-4476» (ФРГ) с точностью 2° при диаметре поля 5 мм и времени определения 2 с. В ряде случаев был осуществлен контроль измеряемой температуры с использованием платина–платинородиевой термопары. Совпадение измерений составляло 4%.

После отжига образцы керамики извлекали из печи и осуществляли оценку степени их аморфизации рентгеноструктурным методом. Полученные результаты приведены на рис. 1, а. Очевидно, что при частичной перекристаллизации аморфного SiC и беспорядочном распределении кристаллической фазы в соответствии с уравнением Джонсона–Мела–Аврами (Д-М-А) [8] ее объемная доля составляет

$$\chi(t) = 1 - C_0 \exp[-br^\alpha], \quad (1)$$

$$b = b_0 \exp(-E_a/kT),$$

где  $\chi(t)$  – доля закристаллизовавшегося объема за время  $t$ ;  $C_0$  – исходная доля аморфного материала;  $b_0$  – константа скорости;  $E_a$  – энергия активации процесса;  $k$  – константа Больцмана ( $1,38 \cdot 10^{-23}$  Дж/К);  $T$  – температура перекристаллизации;  $\alpha$  – показатель Д-М-А.

Кинетика изменения объема аморфной фазы в сплавах может быть представлена в координатах  $\ln[-\ln(C(t)/C_0)] - \ln(t)$  (рис. 1, б) в виде прямых линий. Их наклон к оси  $\ln(t)$  равен показателю  $\alpha$  в уравнении Д-М-А, а пересечение с осью  $\ln(t)$  идет в точках, координаты которых соответствуют  $\ln(b_0) - E_a/kT$ . Обработка зависимости на рис. 1, б методом наименьших квадратов позволила оценить численное значение коэффициента  $b_0 = 0,57$  и энергии активации процесса кристаллизации аморфного порошка SiC  $E_a = 2,27 \cdot 10^{-19}$  Дж при его отжиге. Полученные значения параметров перекристаллизации позволяют в дальнейшем определять содержание аморфной фазы в дисперсном SiC и на стадии его горячего прессования расчетным путем. Кристаллизация аморфной составляющей в порошке SiC при его высокотемпературном отжиге в течение 10–15 мин наглядно свидетельствует о том, что аморфная фаза в процессе горячего прессования материала действительно может существенно снизить необходимую степень термосилового воздействия, так как выделяющаяся при кристаллизации энергия будет интенсифицировать схватывание частиц порошка и облегчать его прессуемость. О значимости указанного фактора можно составить окончательное мнение после анализа результатов исследований по горячему компактированию SiC с разной степенью аморфизации.

Оценка потенциальной возможности вклада в предварительную активацию порошка SiC дефектов его кристаллической структуры была осуществлена в серии экспериментов на образцах SiC без аморфизации, когда степень дефектности структуры материала была близка к предельной ( $\beta_{004} = (2,6-2,7) \cdot 10^{-3}$  рад). В указанных экспериментах время отжига достигало 2 ч, так как температурная стабильность дефектов кристаллической структуры была значительно выше, чем у аморфной фазы (рис. 2). В диапазоне до 10–15 мин, когда происходит основное компактирование порошка (его усадка), степень несовершенств кристаллической структуры материала изменялась незначительно. Это, на наш взгляд, не позволяет рассматривать аннигиляцию дефектов структуры как определяющий фактор в процессе активации горячего прессования порошкового SiC.

Компактирование порошка SiC (навеска 5 г) проводили первоначально в холодном состоянии до относительной плотности 0,37 ( $H_0 = 23,7$  мм,

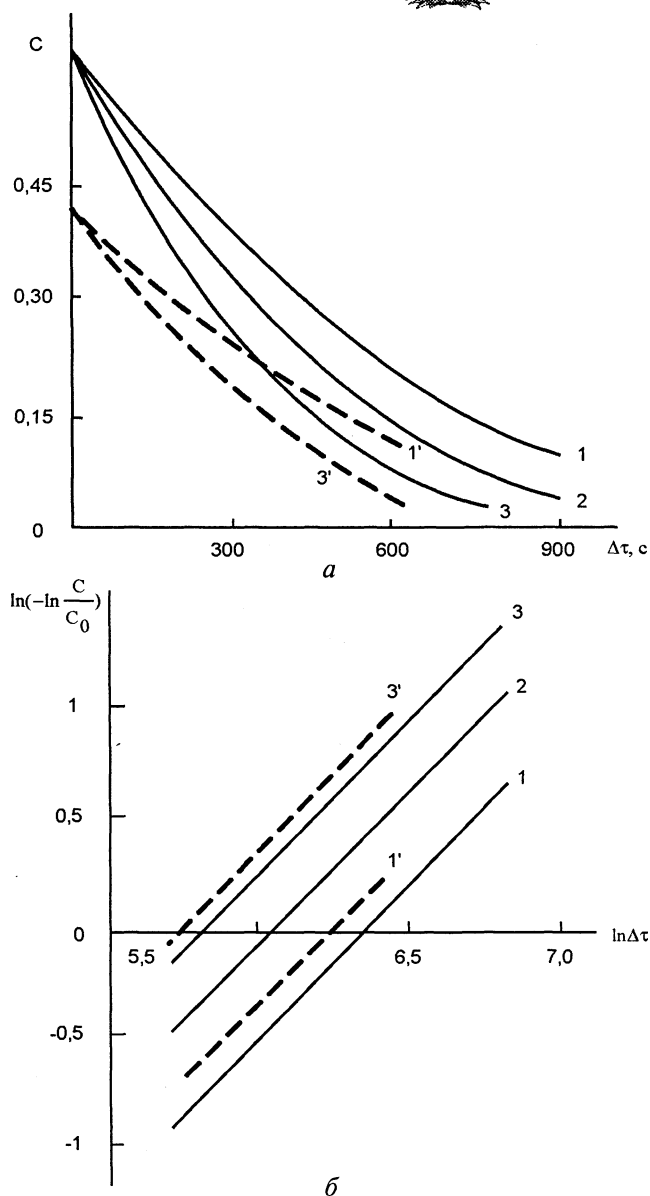


Рис. 1. Кинетика изменения содержания аморфной фазы ( $C$ ) при отжиге порошка SiC с различной (— — —  $C=0,64$ ; - - -  $C=0,46$ ) начальной степенью аморфизации: 1, 1' – 1800°C; 2 – 1950; 3, 3' – 2000°C

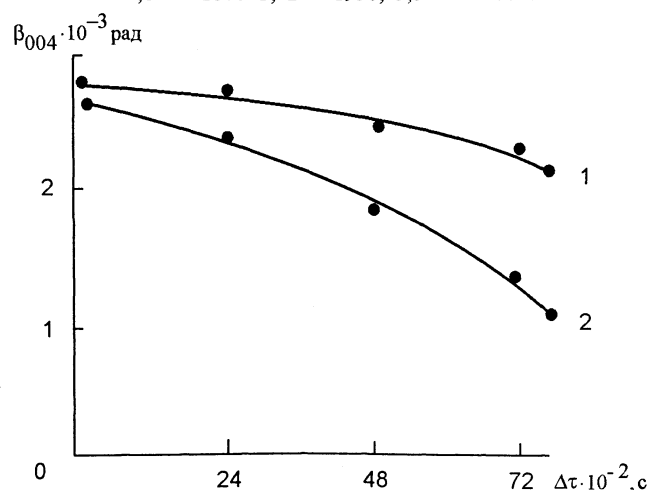


Рис. 2. Кинетика изменения уширения  $\beta_{(004)}$  порошка SiC при его прессовании ( $P=20$  МПа) с нагревом: 1 – 1800°C; 2 – 2000°C

$d=15$  мм) и лишь впоследствии осуществлялось горячее прессование в вакууме в температурном диапазоне 1500–2100 °С при давлениях пресса 5–30 МПа в течение времени до 1200 с, что позволяло получать образцы в широком диапазоне значений окончательной плотности. Компактирование проводили при постоянном давлении и температуре на специальном лабораторном прессе КСЕ (ФРГ). Прессование вели в графитовой пресс-форме с защитным покрытием из нитрида бора. Температуру контролировали, как и ранее, с помощью пирометра и термопары с точностью до 2°С, давление – с точностью 980 кПа, перемещение (усадка) – с точностью до 1 мкм. Плотность прессовок определяли пикнометрическим методом с точностью до 2%. Типовая экспериментальная диаграмма нагружения порошкового SiC при горячем прессовании с постоянным давлением и температурой показана на рис. 3.

Влияние импульсной активации порошка на интенсивность его последующего уплотнения можно оценить по изменению энергии активации процесса при фиксируемых термосиловых параметрах. Для этого необходимо определить значения эмпирических коэффициентов в уравнениях, описывающих модель горячего прессования активированного дисперсного материала. В ее основе лежит вариант феноменологической теории ползучести, обогащенный учетом влияния на процесс консолидации порошка пористости материала как меняющегося параметра его состояния [6]. В [6] показано, что при формовании порошковой заготовки при постоянном давлении в закрытой пресс-форме при отсутствии внешнего трения плотность материала  $\rho$  может быть определена как:

$$-2\ln(1-\rho/1-\rho_0) = A_0' p^n t^{\kappa+1} / (\kappa + 1), \quad (2)$$

где  $A_0'$ ,  $\kappa$ ,  $n$  – эмпирически определяемые коэффициенты;  $p$  – давление;  $t$  – время прессования.

Зависимость относительной плотности прессовки из кристаллического SiC от времени компактирования при различной температуре и давлении показана на рис. 4.

Дважды логарифмируя формулу (2), получаем в координатах  $\ln[-2\ln(1-\rho/1-\rho_0)]$ ,  $\ln \Delta t$  семейство прямых, каждая из которых отвечает своему значению давления. Для данных на рис. 4,  $a$  тангенс угла наклона прямых одинаков и равен 0,82, т.е. параметр  $\kappa$  равен -0,18.

Дважды логарифмируя формулу (2) в координатах  $\ln[-2\ln(1-\rho/1-\rho_0)]$ ,  $\ln p$ , получаем семейство изохронных прямых, каждая из которых соответствует своему значению времени прессования. Тангенс их наклона равен 1,26, что дает численное значение параметра  $n=1,26$ . По отрез-



Рис. 3. Диаграмма горячего прессования SiC при постоянном давлении: 1 – температура по термопаре; 2 – температура по пирометру; 3 – уплотнение; 4 – нагрузка

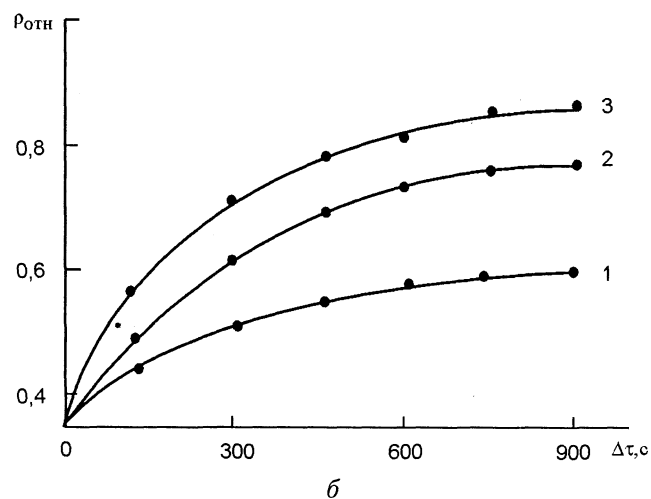
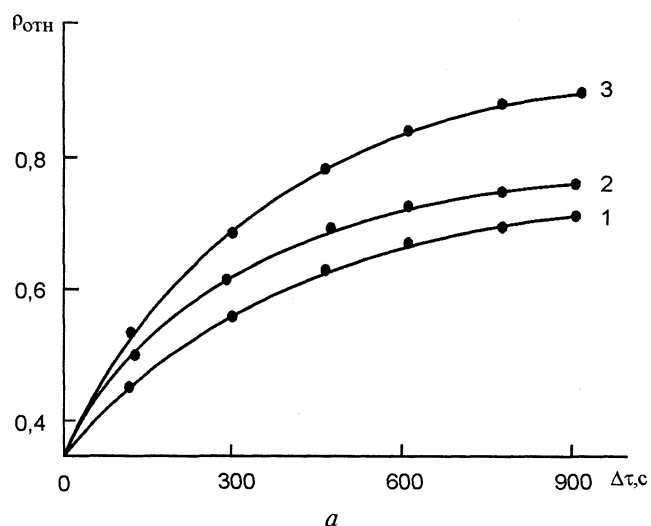


Рис. 4. Уплотнение кристаллического ( $C=0$ ) порошка SiC с удельной поверхностью 6,5 м<sup>2</sup>/г при горячем прессовании:  $a$  –  $t=1950$  °С; 1 –  $P=15$  МПа; 2 – 20; 3 – 30 МПа;  $b$  –  $P=20$  МПа; 1 – 1800 °С; 2 – 1950; 3 – 2100 °С

кам, отсекаемым прямыми на оси  $U$ , рассчитывается параметр  $A_0'$  в уравнении (2). В нашем случае  $A_0' = 1,61 \cdot 10^{-4}$ .

Численные значения параметров горячего прессования для однофазного материала (уравнение (2)) получены для фиксированной температуры 1950 °С (рис. 4, а).

Учет же температурного фактора, осуществленный в соответствии с принципом температурно-временной аналогии [6], приводит к соотношению

$$-2\ln(1-\rho/1-\rho_0) = A_0' p^n t^{\kappa+1} / (\kappa+1) \times \exp[Q(T_0^{-1}-T^{-1})/K], \quad (3)$$

где  $A_0'$ ,  $n$ ,  $\kappa$  – известные значения при температуре отнесения  $T_0$  ( $T_0=1950+273=2223$  К);  $K$  – постоянная Больцмана;  $Q$  – энергия активации процесса горячего прессования порошка SiC.

Логарифмируя уравнение (3) по экспериментальным данным рис. 4, а в координатах  $Y$ ,  $K^{-1}(T_0^{-1}-T^{-1})$ , получаем семейство параллельных прямых, тангенс угла наклона которых численно равен  $Q$ . Для кристаллического порошка SiC энергия активации горячего прессования  $Q=2,59 \cdot 10^{-19}$  Дж.

Выражение (3) по найденным значениям  $\kappa$ ,  $n$ ,  $A_0'$ ,  $Q$  и заданной окончательной плотности прессовки из кристаллического порошка SiC позволяет рассчитать необходимые фиксированные параметры термосилового воздействия (давление  $P$  и температуру  $T$ ), а также время их приложения.

Реально компактирование порошка осуществляется с постоянной скоростью перемещения пуансона. В [6] показано, что для однофазного материала максимальное давление пресса  $P$ , необходимое для уплотнения порошка до требуемой плотности  $\rho$  при заданной температуре, определяется как:

$$P = [2\rho^2\nu/A_0'(1-\rho)h_0\rho_0]^{1/n} [\rho\nu/(\rho-\rho_0)h_0]^{\kappa/n}, \quad (4)$$

где  $\nu$  – скорость перемещения пуансона;  $h_0$  – начальная высота засыпки порошка.

Результаты расчета по уравнению (4) для разных скоростей нагружения и температуре 1950 °С приведены на рис. 5. Точки на графике соответствуют значениям, полученным при изготовлении образцов SiC для оценки их механических свойств. Имеет место высокая степень совпадения результатов (относительная точность 5–6%).

Аналогичные эксперименты были осуществлены и в другом варианте однофазной модели с полностью аморфизированным порошком SiC. Кинетика изменения относительной плотности прессовки при различных давлениях и температурах представлена на рис. 6.

Очевидно достижение значительно больших значений плотности прессовок для аморфизированного материала по сравнению с кристаллическим при тех же термосиловых параметрах процесса и времени компактирования (рис. 4 и б).

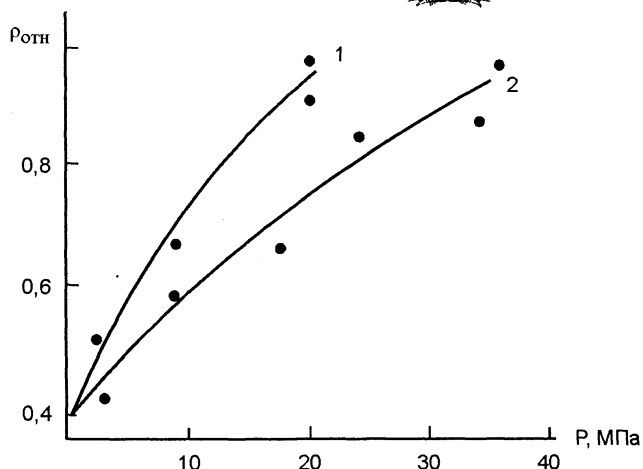


Рис. 5. Влияние на плотность кристаллического SiC давления горячего ( $t=1950$  °С) прессования при различной скорости движения пуансона  $\nu$ : 1 –  $\nu=8,3 \cdot 10^{-6}$  м/с, 2 –  $\nu=2,5 \cdot 10^{-5}$  м/с; кривые – расчет по формуле (4); точки – эксперимент

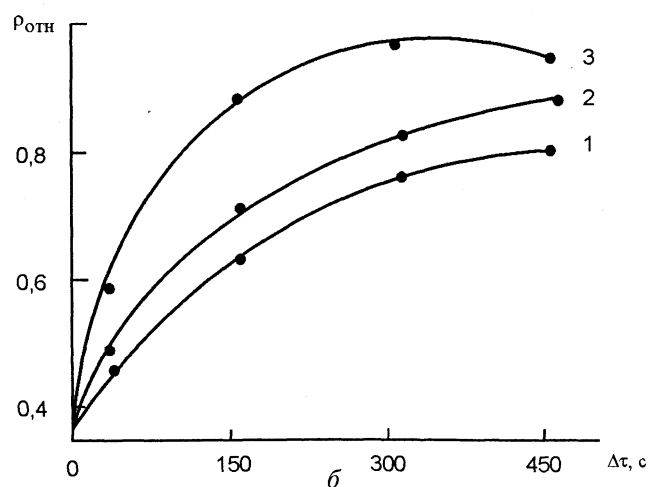
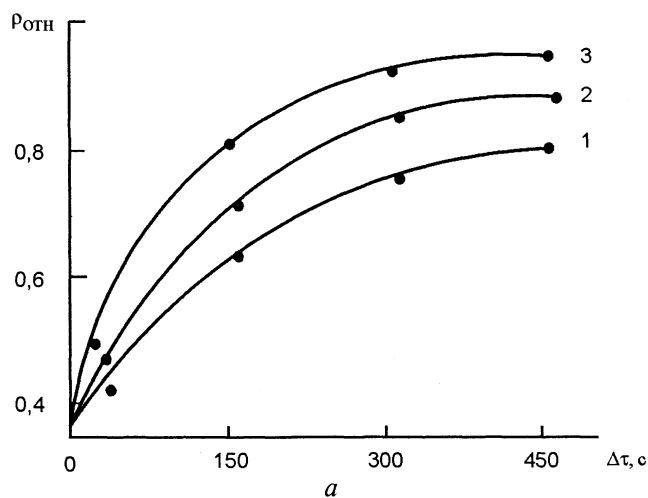


Рис. 6. Кинетика уплотнения аморфного ( $C_0=1$ ) порошка SiC с  $S_{\text{вн}}=6,5$  м<sup>2</sup>/г при горячем прессовании: а –  $t=1950$  °С; 1 –  $P=15$  МПа; 2 – 20; 3 – 30 МПа; б –  $P=20$  МПа; 1 –  $t=1800$  °С; 2 – 1950; 3 – 2100 °С

Обработка полученных результатов по аналогии с приведенной выше методикой позволяет, последовательно спрямляя логарифмированием графики на рис. 6, получить значения коэффициентов

в уравнении (2), а также энергии активации в уравнении (3) для случая горячего прессования полностью аморфного SiC. В этом случае  $\kappa = -0,24$ ;  $n = 1,19$ ;  $A_0 = 7,8 \cdot 10^{-4}$ ;  $Q = 2,8 \cdot 10^{-19}$  Дж.

Значение энергии активации горячего прессования для аморфного SiC выше, чем для кристаллического. Это свидетельствует о более выраженной зависимости от температуры плотности прессовки, получаемой из аморфного порошка (уравнение (3)).

Указанное обстоятельство имеет глубокий физический смысл: для кристаллического SiC вся энергия активации ( $2,59 \cdot 10^{-19}$  Дж) горячего прессования обеспечивается за счет фактора внешнего термосилового воздействия, а для аморфного материала она может быть снижена на величину

энергии, выделяющейся при его перекристаллизации ( $2,27 \cdot 10^{-19}$  Дж). Энергия активации горячего прессования аморфного SiC составляет  $2,8 \cdot 10^{-19}$  Дж и с учетом экзотермического эффекта необходимый вклад в активацию внешнего термосилового воздействия окажется существенно ниже ( $0,53 \cdot 10^{-19}$  Дж). Это обуславливает возможность компактирования аморфного порошка при менее «жестких» параметрах процесса. Выполненный по формуле (3) расчет плотности прессовок из аморфного ( $C_0 = 1$ ) и кристаллического ( $C_0 = 0$ ) порошка SiC показывает (табл. 2), что при равных параметрах термосилового воздействия (давление, температура, время) значения плотности прессовки для аморфного материала существенно выше.

Таблица 2. Параметры горячего прессования SiC и плотность прессовок

| $C_0$ | $P, \text{МПа}$ | $t, \text{°C}$ | $\Delta t, \text{с}$ | $\rho_{\text{отн}}^{\text{теор}}$ | $\rho_{\text{отн}}^{\text{эксп}}$ |
|-------|-----------------|----------------|----------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 1     | 20              | 1750           | 120                  | 0,95                              | 0,98                              |
| 0     | 20              | 2000           | 240                  | 0,88                              | 0,87                              |
| 1     | 20              | 1600           | 120                  | 0,91                              | 0,93                              |
| 0     | 20              | 1850           | 240                  | 0,82                              | 0,84                              |

Экспериментальные результаты (табл. 2), полностью подтверждая сделанный расчет, свидетельствуют о возможности использования методики феноменологической модели [6] для оценки параметров горячего прессования аморфного керамического материала.

Получение однофазного (кристаллического или аморфного) материала затруднительно, так как порошки SiC после импульсного нагружения имеют частичную аморфизацию, причем содержание аморфной фазы уменьшается в соответствии с уравнением (1) в процессе компактирования. Модель горячего прессования [6] предлагает выражение для расчета кинетики уплотнения частично аморфизированного порошка при горячем прессовании в замкнутой пресс-форме в условиях постоянного давления, когда доля аморфной фазы уменьшается с течением времени:

$$\begin{aligned}
 -2\ln(1-\rho/1-\rho_0) = & A_0' p^{n_1} t^{\kappa_1+1} / (\kappa_1+1) [1 - \\
 & - C_0 M\{(\kappa_1+1)/\alpha, 1+(\kappa_1+1)/\alpha, -bt^{\alpha}\}] \times \\
 \times \exp[Q_1(T_0^{-1} - T^{-1})/K] + & A_0' p^{n_2} t^{\kappa_2+1} / (\kappa_2+1) \times \\
 \times C_0 M\{(\kappa_2+1)/\alpha, 1+(\kappa_2+1)/\alpha, -bt^{\alpha}\} \times & \\
 \times \exp[Q_2(T_0^{-1} - T^{-1})/K], &
 \end{aligned} \quad (5)$$

где  $M(a, b, z) = \sum_{n=1}^{\infty} a_n z^n / b_n n!$  – вырожденная гипер-

геометрическая функция Куммера; индексы 1, 2 относятся к значениям ранее определенных коэффициентов  $n, \kappa, A, Q$  для кристаллической и аморфной составляющих порошков SiC;  $C_0$  – содержание аморфной фазы в материале после импульсного нагружения; коэффициенты  $\alpha$  и  $b$  из уравнения (1) характеризуют скорость кристал-

лизации;  $p, T, t$  – параметры процесса компактирования (давление, температура, время).

Расчеты по формуле (5) относительной плотности, выполненные на ПК и с помощью таблиц значений функции  $M(a, b, x)$  для порошка SiC с различной степенью аморфизации ( $C_0 = 0,46$  и  $0,64$ ), приведены на рис. 7, 8 в виде точек, обозначенных  $x$ . Кривые же построены на основании экспериментальных данных. Точность совпадения – в пределах 6%.

На рис. 9 в качестве иллюстрации сказанному выше даны структуры горячепрессованных при одних и тех же режимах порошков SiC с различной исходной степенью аморфизации. Полученные экспериментально значения плотностей близки к рассчитанным по формуле (5).

Горячее прессование образцов для оценки механических свойств материала осуществляли на промышленных прессах холодного прессования, оснащенных установкой нагрева токами высокой частоты. Схема установки горячего прессования показана на рис. 10. Графитовые элементы 2, 3, 4, 7, 8 упрочнены покрытием из нитрида бора. Заготовка изделия 1 установлена между верхним 2 и нижним 3 фигурными пуансонами, выполненными из графита марки МПГ7. Нижний пуансон 2 расположен на пакете из трех цилиндрических пуансонов 4, позволяющих установить заготовку 1 в центре индуктора 5. Пуансоны 4 находятся внутри трубчатых колец 6, ограничивающих распространение защитной среды за пределы установки горячего прессования. Пуансоны 4 и кольца 6 выполнены из графита марки МРГ-7. Верхняя часть пресса защищена от воздействия высоких температур с помощью крышек-пуансонов 7, 8, выполненных из графита МГП-7.

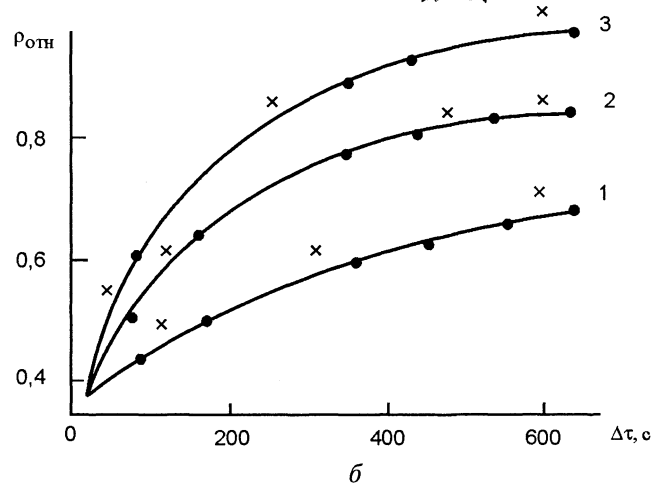
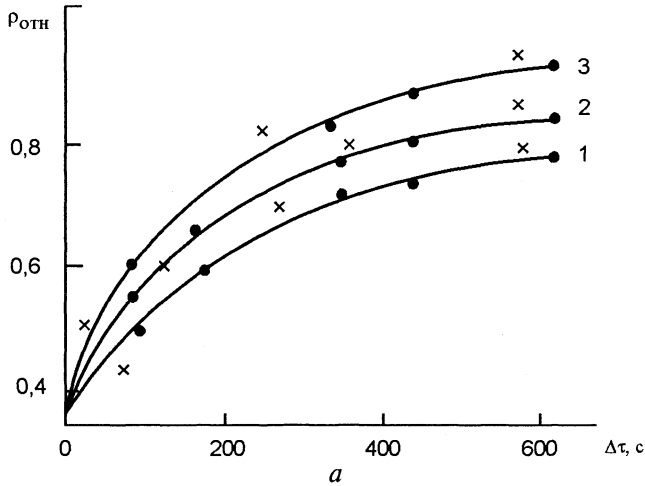


Рис. 7. Кинетика уплотнения при горячем прессовании порошка SiC ( $S_{уд}=6,5 \text{ м}^2/\text{г}$ ) с начальной аморфизацией  $C_0=0,46$ : а -  $t=1950 \text{ °C}$ ; 1 -  $P=15 \text{ МПа}$ ; 2 - 20; 3 - 30 МПа; б -  $P=20 \text{ МПа}$ ; 1 -  $t=1800 \text{ °C}$ ; 2 - 1950; 3 - 2100 °C

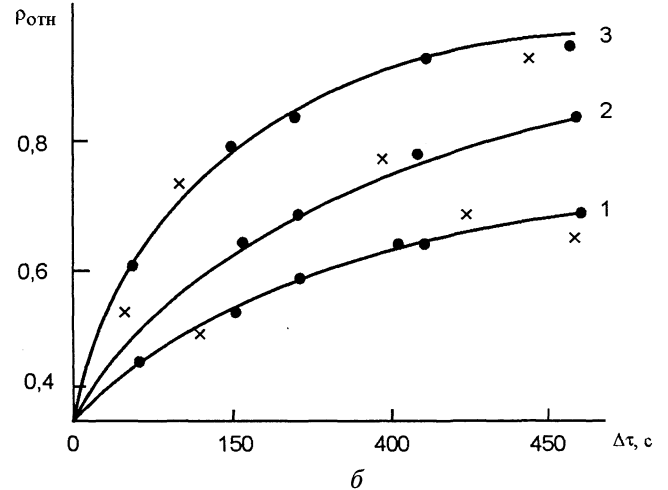
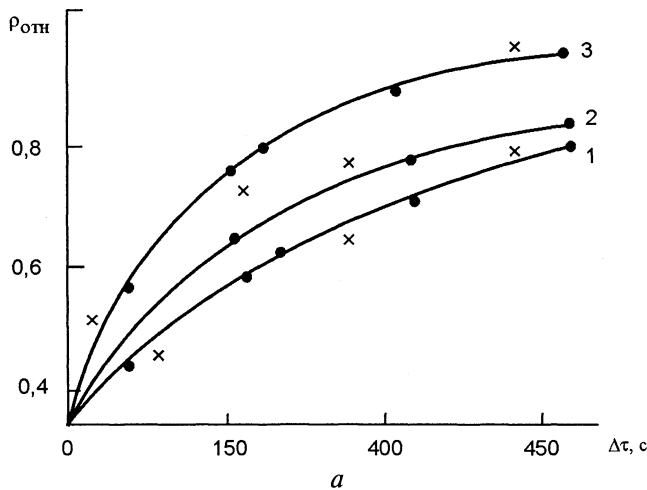


Рис. 8. Кинетика уплотнения при горячем прессовании порошка SiC ( $S_{уд}=6,5 \text{ м}^2/\text{г}$ ) с начальной аморфизацией  $C_0=0,64$ : а -  $t=1950 \text{ °C}$ ; 1 -  $P=15 \text{ МПа}$ ; 2 - 20; 3 - 30 МПа; б -  $P=20 \text{ МПа}$ ; 1 -  $t=1800 \text{ °C}$ ; 2 - 1950; 3 - 2100 °C

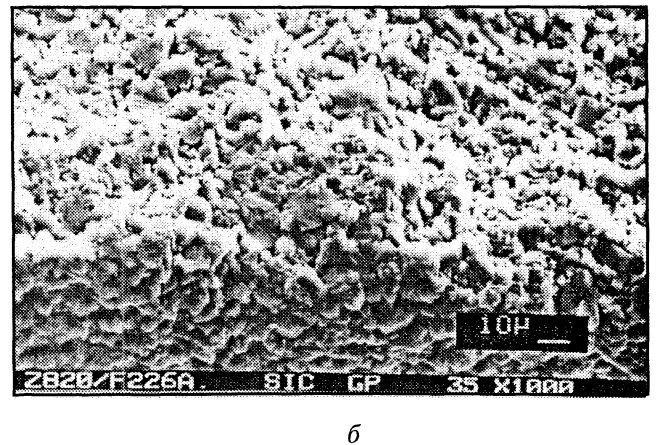
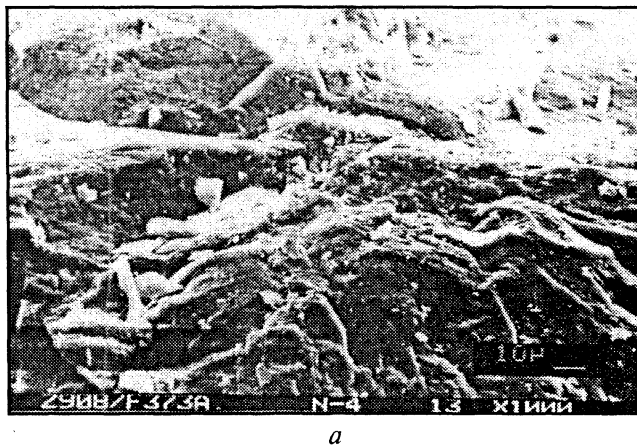


Рис. 9. Структура SiC после горячего прессования ( $P=20 \text{ МПа}$ ,  $t=1750 \text{ °C}$ ,  $\Delta\tau=240 \text{ с}$ ): а -  $C_0=0,64$ ;  $\rho_{отн}=0,92$ ; б -  $C_0=0,21$ ;  $\rho_{отн}=0,82$ .  $\times 1000$

Конические кольца 9 и 10 облегчают разборку и извлечение готового изделия из очага горячего прессования. Нагрев изделия осуществляется с помощью индуктора 5, разогревающего заготовку токами высокой частоты. Внутри индуктора установлен длинный цилиндрический стакан 11, ак-

кумулирующий тепло и ограничивающий время нагрева заготовки. Стакан 11 выполнен из графита марки ГМЗ. После приложения к заготовке давления включают нагрев. Конструкция установки ТВЧ на теристорных преобразователях позволяет создавать температуру до 2100 °C. Специаль-

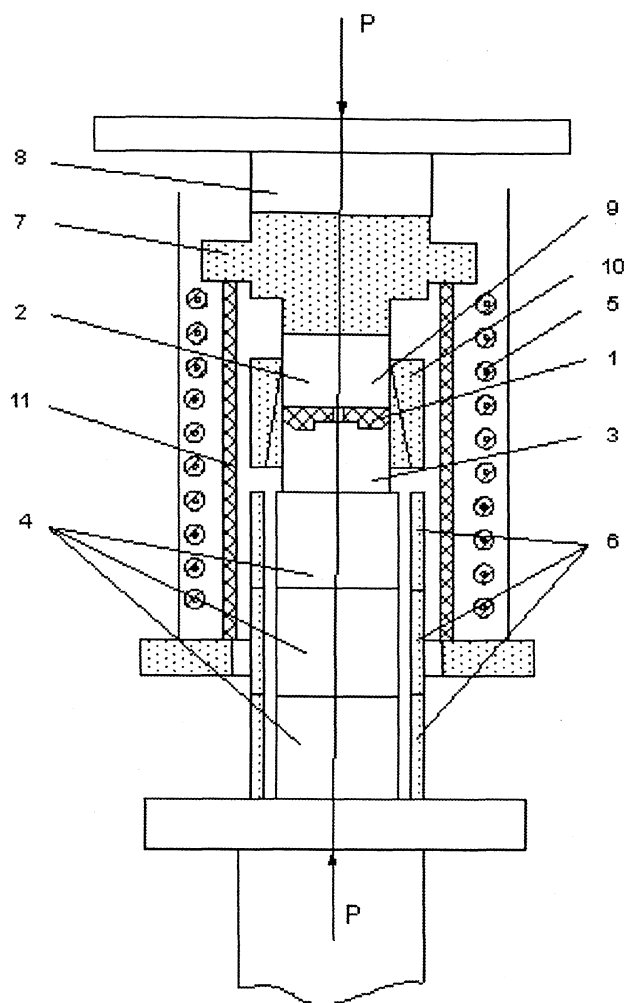


Рис. 10. Схема горячего прессования при постоянной скорости движения пуансона

ная защитная атмосфера требуется не всегда, так как кислород воздуха, взаимодействуя с материалом графитовой оснастки, образует защитный оксид углерода. Контроль температуры осуществляется с помощью пирометра, направленного через отверстие в индукторе на стакан 11. При подъеме температуры усадка практически незаметна – пуансоны, сжимающие заготовку, остаются неподвижными. При достижении температуры компактирования наступает быстрое уплотнение. Сближение пуансонов сигнализирует о начале процесса. Их перемещение контролируется индикатором. После 3–5 мин выдержки нагрев отключают и после охлаждения образец извлекают из индуктора.

Общим недостатком процессов горячего прессования является наличие в спеченном изделии напряжений термического происхождения. Однако в нашем случае благодаря применению ТВЧ распределение температуры оказывается равномерным. Термические напряжения не возникают и в процессе охлаждения, так как последнее реализуется непосредственно в индукторе.

Измерение прочности на трехточечный изгиб осуществлялось на установке «Инстрон» (Англия)

на образцах размером 5,0x5,0x50,0 мм при скорости нагружения 0,5 мм/мин. Результаты экспериментов по определению кинетики изменения  $\sigma_{изг}$  и  $\rho_{отп}$  при горячем прессовании в зависимости от исходной степени аморфизации порошка SiC показаны на рис. 11.

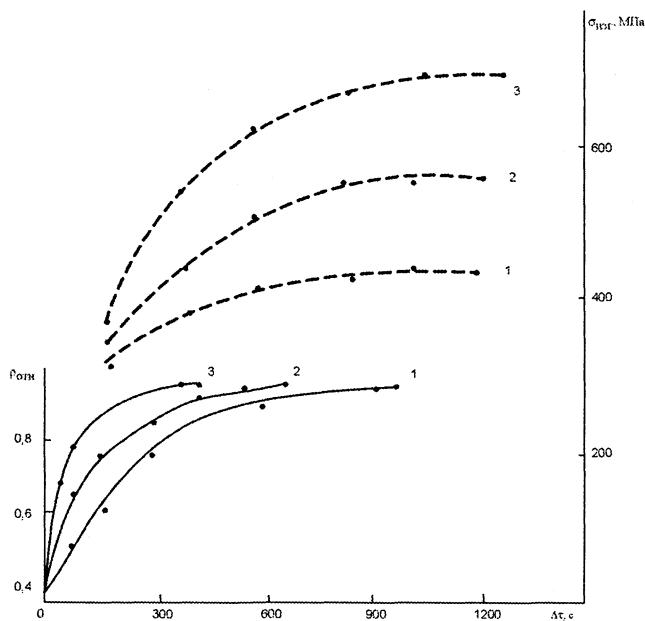


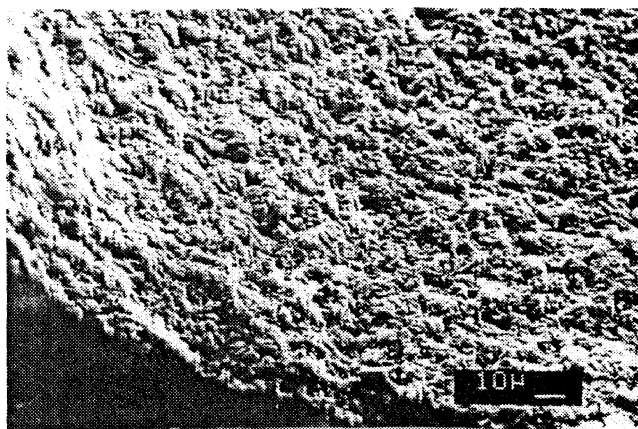
Рис. 11. Кинетика изменения плотности и прочности горячепрессованного SiC: исходная аморфизация: 1 –  $C_0=0$ ; 2 – 0,46; 3 – 0,64;  $S_{уд}=6,5$  м<sup>2</sup>/г;  $P=20$  МПа;  $t=1650$  °С

На стадии уплотнения керамики имеет место выраженная функциональная связь величины прочности и плотности прессовок, причем для аморфизированного материала при тех же значениях плотности, что и для кристаллического, прочность выше и зависит от степени исходной аморфизации порошка. Для кристаллического SiC с достижением плотностью определенных значений прочность также стабилизируется, а для частично аморфизированного материала она продолжает возрастать в течение всего времени существования в порошке аморфной фазы. Так, для SiC с исходными  $C_0=0,46$  и  $0,64$  при приведенном режиме горячего прессования предельная плотность  $0,96\rho_{теор}$  достигается через 560 и 420 с, когда остаточная степень аморфизации соответственно 0,08 и 0,22. Прочность же прессовок при последующей выдержке растет до момента полного исчезновения аморфной фазы (700 и 900 с соответственно), достигая значений 580 и 715 МПа. Сказанное наглядно иллюстрирует рис. 12, где представлены фрактограммы разрушения образцов горячепрессованного SiC.

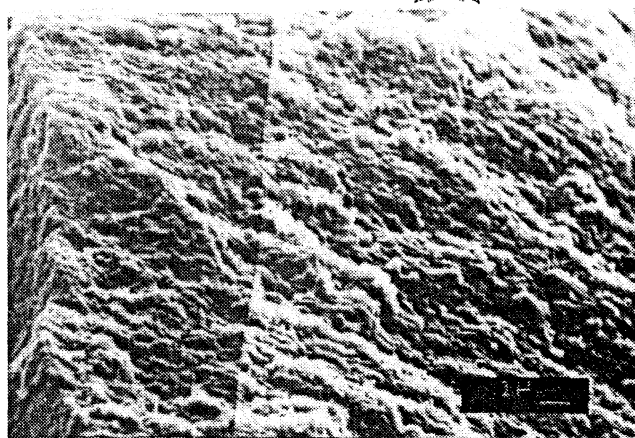
Разрушение носит характер транскристаллитного излома, отдельные поры распределены равномерно и не влияют на характер разрушения. Средний размер зерен керамики 0,4–0,6 мкм.

Для ряда образцов при испытаниях на трехточечный изгиб было осуществлено определение





а



б

Рис. 12. Фрактограммы разрушения при изгибе горячепрессованного SiC:  $C_0=0,64$ ;  $P=20$  МПа;  $t=1650$  °С;  $\Delta t=900$  с;  $\rho_{отн}=0,97$ ;  $\sigma_{изг}=710$  МПа. а –  $\times 1000$ ; б –  $\times 10\ 000$

коэффициента вязкости разрушения  $K_{IC}$ . Установлена корреляция его значений и значений проч-

ности на изгиб с величиной микротвердости материала и размером зерен керамики (табл. 3).

Таблица 3. Свойства горячепрессованного SiC

| $d_{зерна}$ , МКМ | $\sigma_{изг}$ , МПа | $H_{\mu}$ , ГПа | $K_{IC}$ , МН/м <sup>1,5</sup> |
|-------------------|----------------------|-----------------|--------------------------------|
| 4–6               | 510                  | 24,2            | 3,3                            |
| 2–4               | 580                  | 25,8            | 4,1                            |
| 0,8–2             | 635                  | 26,4            | 4,6                            |
| 0,5–0,8           | 652                  | 27,0            | 5,1                            |
| 0,3–0,5           | 715                  | 27,6            | 5,9                            |

Полученные результаты свидетельствуют о том, что взрывная активация порошка SiC, приводя к частичной аморфизации материала, определяет параметры его горячего прессования и уровень механических свойств. Для подобранной схемы и режимов импульсного нагружения показана возможность при последующем горячем прессовании SiC снижать температуру нагрева до 1650 °С при давлении 20–25 МПа и времени нагружения 600–900 с. Полученные прессовки в виде дисков, брусков, втулок, цилиндров с относительной плотностью до 96–98% и средним размером зерен 0,4–0,6 мкм имеют уровень свойств: предел прочности на изгиб 680–720 МПа, микротвердость  $H_{\mu}=26,8$ –27,6 ГПа, коэффициент вязкости разрушения  $K_{IC}=4,9$ –5,9 МН/м<sup>1,5</sup>, износ – 6,6 мкм/км,  $K_{трения}=0,64$  (сухой износ для одноименных пар трения по схеме втулка–колотка при скорости 0,8 м/с и нагрузке 2,5 МПа на установке 2070 СМТ-1).

**Выводы.** Представленные результаты позволяют рассматривать аморфизацию керамических порошков, достигнутую при их взрывной обработке (а также и при традиционном диспергировании) в качестве управляемого технологического фактора, определяющего термосиловые параметры компактирования, структуру и свойства материалов.

### Литература

- Горанский Г.Г., Судник Л.В., Шелегов В.И. Термобарические методы получения тугоплавкой керамики. Мн.: БелНИИТИ, 1991.
- Горанский Г.Г., Судник Л.В. Влияние технологии активации на процессы спекания жаропрочных материалов // Материалы IX Междунар. сов. по порошковой металлургии. Дрезден. 1989. Т. 3. С. 267–279.
- Шевченко А.А., Виолентий Д.Р., Ломоносов В.А. Влияние ультрадисперсных порошков на формирование структуры и свойств керамики на основе Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // Материалы XLIII Междунар. конф. «Актуальные проблемы прочности». Витебск. 2004. Т.2. С. 253–258.
- Ковалевский В.Н., Ковалевская А.В., Парфененко И.А. Разработка технологии получения керамических материалов с использованием импульсных методов нагружения // Металлургия. 2001. № 25. С.92–98.
- Ковалевский В.Н., Зеленов Б.А., Гордеев С.К., Смирнов В.В. Некоторые особенности формирования структуры и свойств наноструктурных материалов // Материалы семинара «Наноструктурные материалы – 2000: Беларусь–Россия». Мн., 2000. С. 50–54.
- Горанский Г.Г., Гафо Ю.Н. Разработка теории структурообразования трудноформируемых порошковых материалов при термомеханической активации (на англ. яз.) // Материалы II Междунар. науч.-техн. конф. «Материалы и технологии их производства». Клю-Напока, Румыния., 1998. С. 262–267.
- Способ измельчения керамического порошка взрывом: А.с. СССР 1593012.
- Greer A.L. Kinetics of Metallic Glasses Crystallization, Proceedings of the V International Conference on Rapidly Quenched Metals, Elsevier Science Publishers B.V. 1985.