

# Технологии получения и обработки перспективных электротехнических материалов

Никитин Дмитрий Сергеевич

доцент ОЭЭ ИШЭ

email: [NikitinDmSr@yandex.ru](mailto:NikitinDmSr@yandex.ru)

# Формование и спекание

**Цель** – получение механически прочного изделия заданных геометрических размеров за счет предварительного механического компактирования (формования, прессования, шликерного литья) полидисперсного порошка и придания ему определенной формы, а также последующей (высокотемпературной) обработки сформированной заготовки путем спекания, реакционного спекания, микроволновой обработки, кристаллизации из расплава и пр.

# Формование и спекание

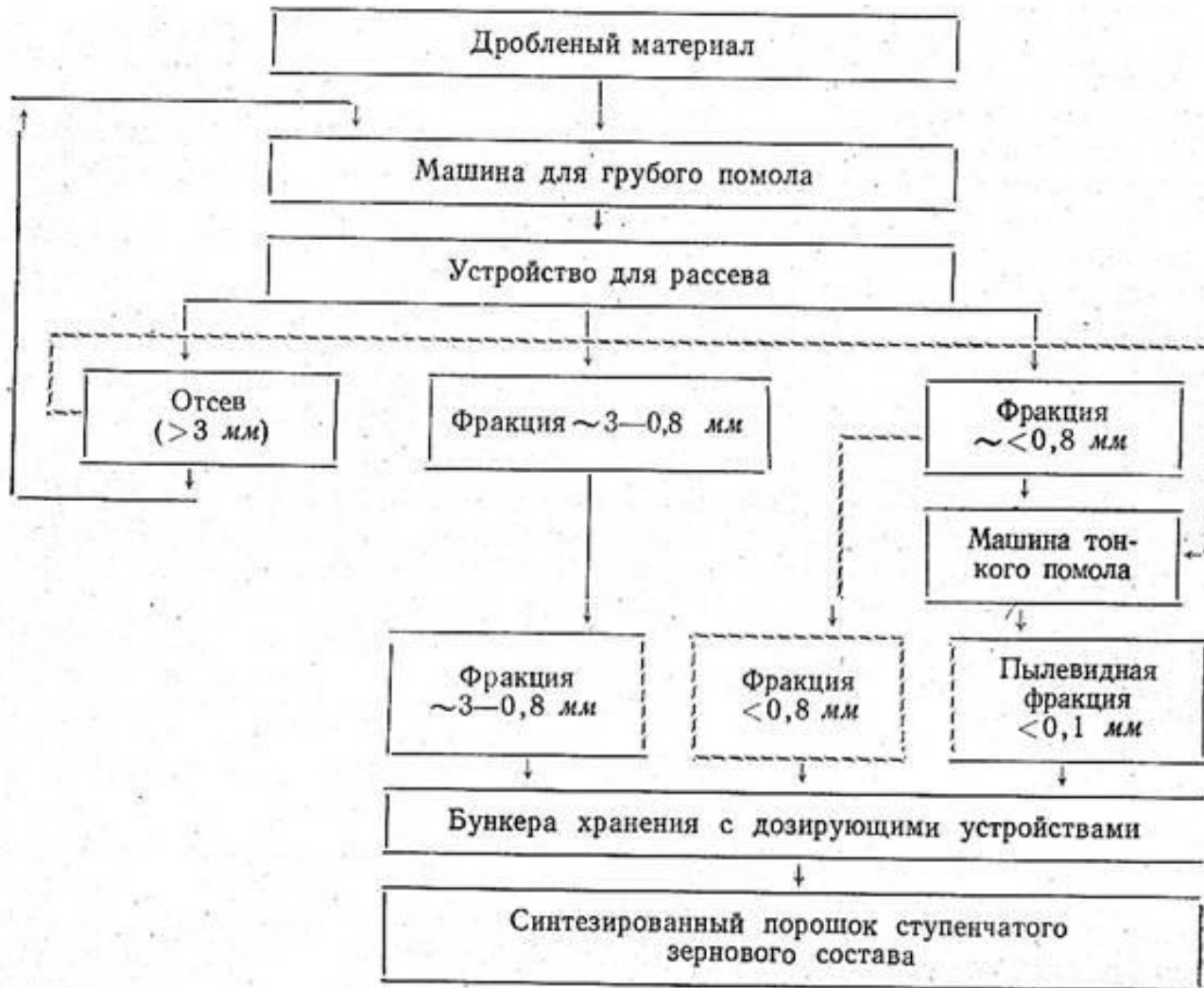
Подготовка порошков – подвод механической энергии, создание ансамбля кристаллитов заданного гранулометрического состава

Формование – подвод механической энергии, придание формы, формирование пространственного ансамбля кристаллитов для спекания

(промежуточные стадии – сушка, отжиг органических связующих)

Спекание – подвод тепловой энергии, «фиксация» формы, образование перешейков между кристаллитами, рост кристаллитов, уменьшение пористости

# Формование и спекание



## Промышленность:

- турбомельницы
- шаровые мельницы
- вибромельницы
- струйные мельницы

## Лаборатории:

- мельницы планетарного типа
- дезинтеграторы
- криодиспергирование

# Измельчение материалов

Содержание в порошке различных фракций (крупных, средних и мелких) называют зерновым, или гранулометрическим составом.

Фракцией называют диапазон размеров частиц между заданными минимальным и максимальным значениями. Порошки, содержащие частицы одного размера, называют монофракционными, или монодисперсными. По дисперсности используемых частиц различают два вида масс: тонко- и грубозернистые.

# Измельчение материалов

Зерновой (гранулометрический) состав описывают следующими характеристиками:

- распределением частиц по размерам,
- средним размером частиц,
- фракционным составом,
- значением удельной поверхности (отношением межфазной поверхности порошка к его объему или массе).

# Измельчение материалов

Сырье для керамического производства поступает на заводы в виде кусков различной формы и размеров. Измельчение крупных и средних кусков называется дроблением, а мелких — помолом. Суть процесса измельчения (дробления и помола) состоит как в разрыве поверхностного слоя материала, для которого сила связи частиц определяется поверхностной энергией, так и в разъединении внутренних частиц материала, которые связаны между собой объемными силами сцепления.

# Измельчение материалов

Результат измельчения характеризуется степенью измельчения **n** — отношением поперечного размера наиболее крупных кусков до измельчения **D** к поперечному размеру наиболее крупных кусков после измельчения **d**:

$$n = D/d.$$



# Кинетика помола

Процесс мокрого тонкого помола в шаровой мельнице имеет затухающий характер. Кинетику помола в шаровой мельнице периодического действия описывают уравнением Колмогорова:

$$R_{\tau} = R_0 e^{-k\tau}$$

где  $R_{\tau}$  — содержание крупной фракции через время  $\tau$  от начала измельчения, %;  $R_0$  — содержание крупной фракции в исходном материале, %;  $k$  — константа скорости измельчения (характеризует относительную скорость измельчения) — отношение количества частиц крупной фракции, измельчаемых за единицу времени, к суммарному количеству частиц этой фракции, находящихся в мельнице в данный момент времени.

# Кинетика помола

В качестве технической характеристики степени измельчения используют коэффициент размолоспособности:

$$M = g_m / g_э$$

где  $g_m$  — производительность мельницы по данному материалу;  $g_э$  — производительность мельницы по эталонному образцу.

# Кинетика помола

По способу помола мельницы классифицируют на мельницы сухого и мокрого помола.

По характеру работы различают два метода измельчения: по открытому циклу и замкнутому.

При помоле по открытому циклу материал не выгружают из мельницы до тех пор, пока его гранулометрический состав не будет соответствовать заданному.

При помоле по замкнутому циклу продукт, выходящий из мельницы, разделяют на две части. Одну часть, состоящую из частиц крупнее заданного размера, возвращают в мельницу для повторного измельчения, другую часть, соответствующую заданной тонине помола, выводят из цикла измельчения.

# Кинетика помола

Порошок в процессе помола всегда нагревается. Для предупреждения чрезмерного разогрева самих мельниц их охлаждают (аспирируют или в конструкции мельницы предусматривают водное охлаждение кожуха мельницы). Тонкий помол мелкозернистых масс и порошков осуществляют в настоящее время главным образом в шаровых и вибрационных мельницах. Основное достоинство вибрационных мельниц — значительное сокращение времени измельчения порошков для достижения равной дисперсности и возможность получения более тонких порошков по сравнению с помолом в шаровых мельницах.

# Мокрый помол

При сухом помоле отмечается сильный разогрев измельчаемого материала (до 200 °С и выше), а также десорбция молекул воды с поверхности зерен и аморфизация приповерхностных слоев зерен на глубину до 15–16 нм.

При помоле применяют жидкую среду — воду и добавки — поверхностно-активные вещества, играющие роль понизителей твердости. При этом происходят одновременно два процесса:

- понизители твердости, сорбируясь на твердых частицах, вызывают понижение их пределов упругости, текучести и прочности и тем самым облегчают помол;
- жидкость, проникая в микротрещины зоны предразрушения, оказывает расклинивающее давление на стенки трещин

# Мокрый помол

Молекулы воды, проникая в микротрещины, препятствуют обратному замыканию (когезии) связей между узлами решетки при временном снятии нагрузки, тем самым снижая вероятность самозалечивания трещин и затраты энергии на эту непроизводительную стадию.

ПАВ (поверхностно-активные вещества)— вещества органической природы, способные избирательно адсорбироваться на поверхности зерен твердого тела с вытеснением предварительно связанной с ней адгезионной пленки воды. Такими ПАВ являются жирные кислоты с достаточно большими углеводородными радикалами, соли жирных кислот (мыла), сульфокислоты и их соли, спирты, амины и т. д. Молекулы ПАВ обладают большим дипольным моментом, чем молекулы воды, и, следовательно, большим сродством к поверхности твердого тела. При адсорбции этих молекул поверхностная энергия частиц твердого тела понижается больше, чем при адсорбции молекул воды. Опытным путем установлено, что для каждого ускорителя помола существует оптимальная концентрация, обычно в пределах 0,02–0,2% по массе.

# Разделение по крупности порошков

Рассев материалов в керамическом производстве проводят с целью разделения продукта помола на несколько фракций или выделения из измельченного продукта частиц, размеры которых не соответствуют заданным. Рассев порошков производят на механических ситах (грохотах) и воздушных сепараторах.

Сито представляет собой решето с отверстиями определенных размеров или сетку. Материал, подлежащий севу, перемещается по поверхности сита за счет вибрации или качения. Частицы материала, имеющие размеры меньше его отверстий, проходят через них. Эта часть материала называется нижним продуктом. Более крупные частицы, не прошедшие через сито, называются верхним продуктом. Совершенной предполагается такая сортировка, при которой просеиваются через сито все частицы, имеющие размер меньше, чем его отверстия. В действительности некоторые частицы, которые должны были попасть в нижний продукт, всегда задерживаются на сите и остаются среди верхнего продукта. Оценка КПД грохотов в пределах 60–70%, в вибрационных грохотах он достигает несколько больших значений.

# Принцип плотнейшей упаковки

Для определения фракционного состава порошка, который обеспечивает максимальное содержание твердой фазы в системе, пользуются моделью, описывающей укладку монофракционных сферических тел. Плотность упаковки такого порошка зависит от числа контактов между частицами, то есть координационного числа частицы, и не зависит от их размера. Однако наибольшую (70–72 %) плотность упаковки порошка получают при отношении размеров 1:2, например для фракции 100–200 мкм. При использовании частиц с более широким интервалом размеров плотность упаковки снижается до 50%. Повышение плотности прессовки достигается заполнением промежутков между крупными зернами частицами меньшего размера, если контакты между ними сохраняются. Максимальная плотность упаковки двухфракционных составов не превышает 86%, а трехфракционных составляет около 94%.



# Смешивание компонентов

Смесь сухих порошков называется шихтой, а увлажненная шихта, подготовленная к прессованию, называется массой. Смешение порошков производят с целью получения такой шихты или массы, в которых все свойства равнозначны во всех отдельных частях объема, необходимо чтобы полученная равномерность сохранялась некоторое время при последующей переработке.

Эффективность смешения может быть оценена величиной индекса смешения. Для такой оценки из разных мест объема смеси отбирают пробы и определяют содержание в них смешиваемых компонентов. Таким способом можно получить представление об эффективности смешения во всем объеме.

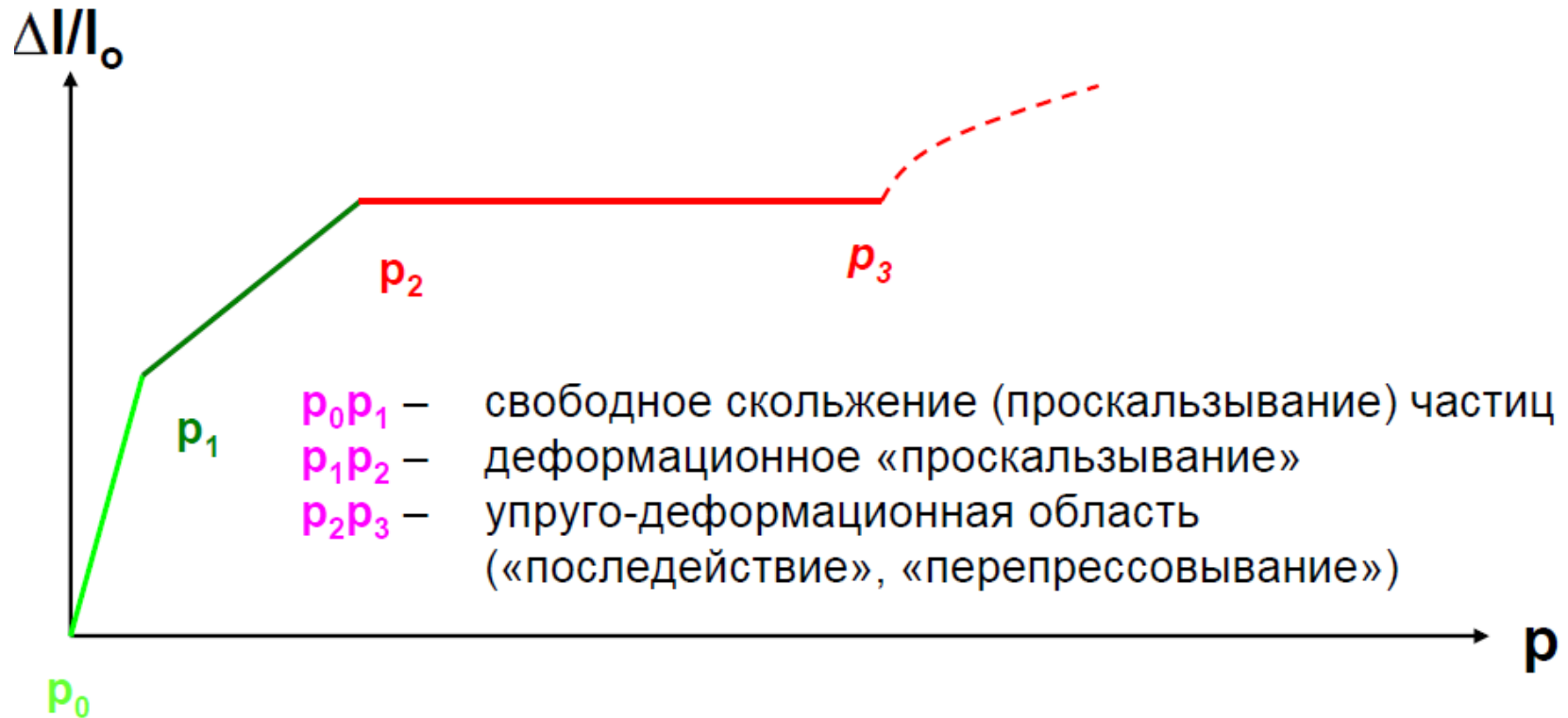
Продолжительность смешения подбирают экспериментально. Влияние продолжительности смешения на равномерность смеси зависит от различных факторов: типа и режима работы смешивающего аппарата, количества компонентов в шихте, физических свойств, дисперсности и от соотношения компонентов.

# Приготовление керамических масс

Выбор технологической схемы зависит от свойств исходного сырья и требований к свойствам конечной продукции. При любом способе подготовки керамической массы имеют значение следующие процессы: измельчение, просеивание и смешивание материалов.

В технологии наиболее часто применяется приготовление масс смешиванием компонентов шихты в виде тонкодисперсных порошков при совместном сухом или мокром помоле. Компоненты могут также быть представлены в виде отдельно приготовленных суспензий, которые после смешивания обезвоживают в башенных сушилах или на фильтр-прессах с последующей досушкой. Таким способом готовят массы с большим количеством пластичных компонентов, применяемые для изготовления фарфоровых, стеатитовых и других видов изделий.

# Кривая формования



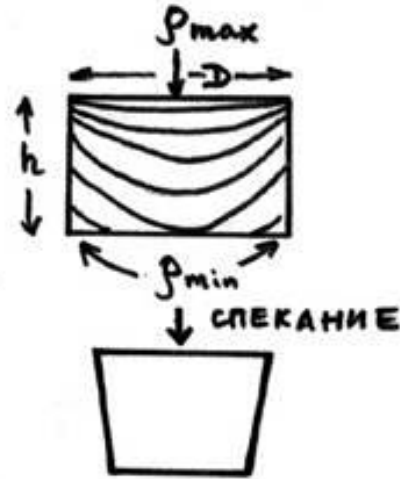
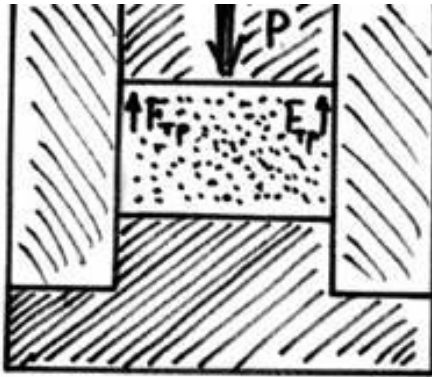
**Формование** – подвод механической энергии, придание формы, формирование пространственного ансамбля кристаллитов для спекания

## Процессы:

- укладка частиц, смещение, скольжение частиц
- разрушение агрегатов частиц, «мостиков», «арок»
- деформация

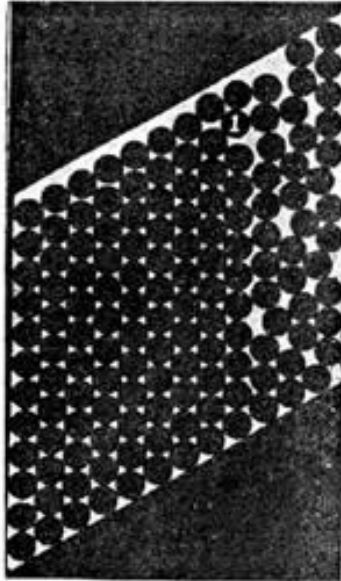
Практическое определение  $p_2$  – по упругому последствию

# Одноосное прессование

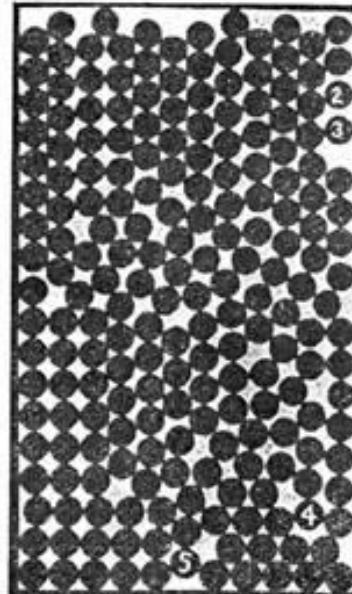


ПРАВИЛА:

- 1)  $\frac{h}{D} = \frac{1}{3}$
- 2)  $\rho_{отн} \geq 60\%$



Угол в  $60^\circ$  вызывает плотную упаковку, нарушенную у правой стенки.



Прямой угол ведет к простой кубической упаковке (см. левый нижний угол). Такая упаковка, однако, не сохраняется вдоль бокса.

# Улучшение процесса формования

## Химическое модифицирование поверхности порошков

### Изменение свойств поверхности частиц и реологических свойств прессуемой массы

- смазки
- связки (клеи – ПАВ, ...)
- пластификаторы (парафин, ...)
- суммарное воздействие (шликерное литье для получения изделий сложной формы)

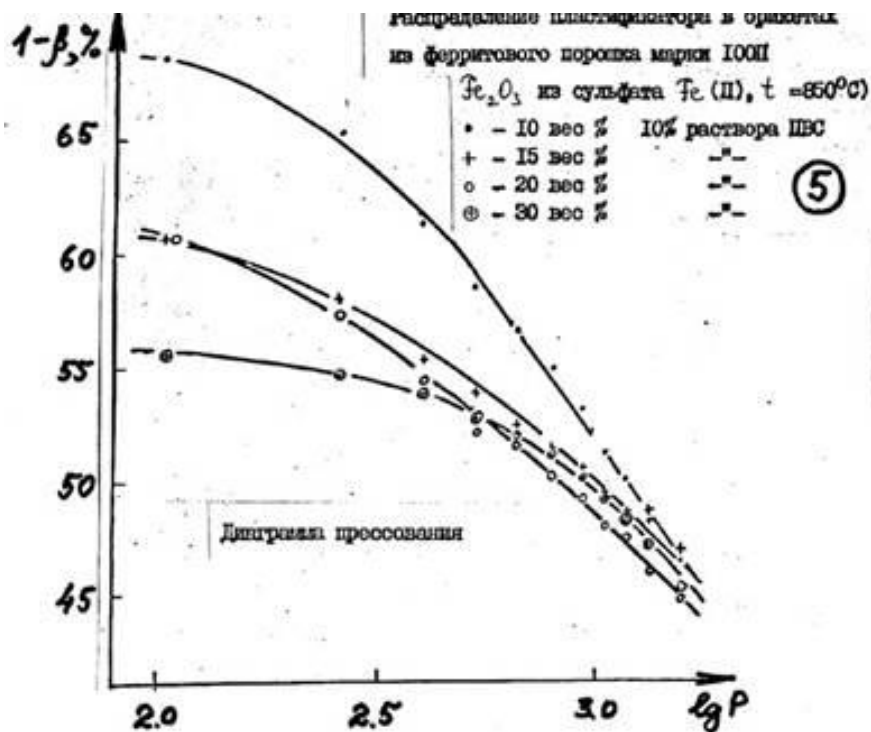
## Механическое модифицирование порошков и агрегатной структуры

- оптимальное время помола
- ультразвуковое диспергирование
- криодиспергирование
- двойное брикетирование

## Изменение методов формования

- двуосное формование
- всестороннее обжатие
- «теплое» формование
- вакуумное формование
- виброукладка
- горячее изостатическое прессование в газостатах

# Органические связующие



Содержание ПАВ <5 масс.%



Диаграмма давление—объем для пяти сортов порошка меди различной крупности

На оси абсцисс дана средняя прочность в продольном направлении. Цифры на кривых означают крупность частиц в микронах.

# Спекание

**Спекание** – уплотнение поликристаллических веществ при термообработке (Исключение – уменьшение плотности при аномальном росте зерен при рекристаллизации, например - керамических и «литых» образцов  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  ВТСП при «спекании» за счет роста длинных игольчатых кристаллов)

**Процессы**, протекающие при спекании (повышение прочности и плотности):

-Уменьшение объема пор,

-Увеличение площади контакта между кристаллитами,

-Рост зерен, изменение их формы и укладки

Основной вклад в движущую силу – уменьшение свободной энергии

межфазных границ  $\sigma$  (кристалл-газ, жидкость-кристалл, кристалл-кристалл):

$$\sigma = \sigma_{\text{хим}} + \sigma_{\text{напр}} + \sigma_{\text{эл}} + \sigma_{\text{стр}} + \sigma_{\text{адс}}$$

$\sigma_{\text{хим}}$  – разность химических потенциалов, реакционное спекание,

$\sigma_{\text{напр}}$  – пространственные дефекты (дислокации и пр. в перешейке)

$\sigma_{\text{эл}}$  – электронные составляющие (уровни Ферми)

$\sigma_{\text{стр}}$  – форма, огранка, размер кристаллов

$\sigma_{\text{адс}}$  – адсорбция

# Основные механизмы спекания

-**Жидкостное** спекание: плавни, минерализаторы, эвтектики, перитектики (стягивание частиц за счет высокого радиуса кривизны жидкостной прослойки – перешейка между частицами, быстрый диффузионный перенос компонентов через жидкость, рекристаллизация кристаллитов, изменение реологических свойств во время спекания – ползучесть и пр., часто - понижение температуры спекания)

-**Твердофазное** спекание (пластическая деформация частиц (обычно эффективен при приложении внешнего давления), испарение-конденсация – перемещение вещества с поверхности к вогнутой поверхности перешейка между кристаллитами и его «залечивание» – может протекать практически без усадки, диффузионный перенос вещества через перешеек – важно наличие Пространственных и точечных дефектов)

-Спекание **под давлением** («горячее прессование»)

-**Реакционное** спекание (протекание химической реакции и образование новых фаз)



# Описание процесса припекания

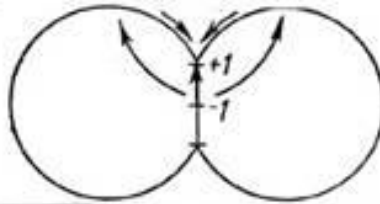


Диаграмма химических потенциалов, вызванных напряжением, схематически представленным на рис. 2 (стрелки показывают движение атомов при диффузии, в результате которой образуется шейка).

$$\left(\frac{x}{R_0}\right)^n = A \cdot \tau \quad (3)$$

Основные уравнения, описывающие кинетику припекания монокристаллических сферических частиц

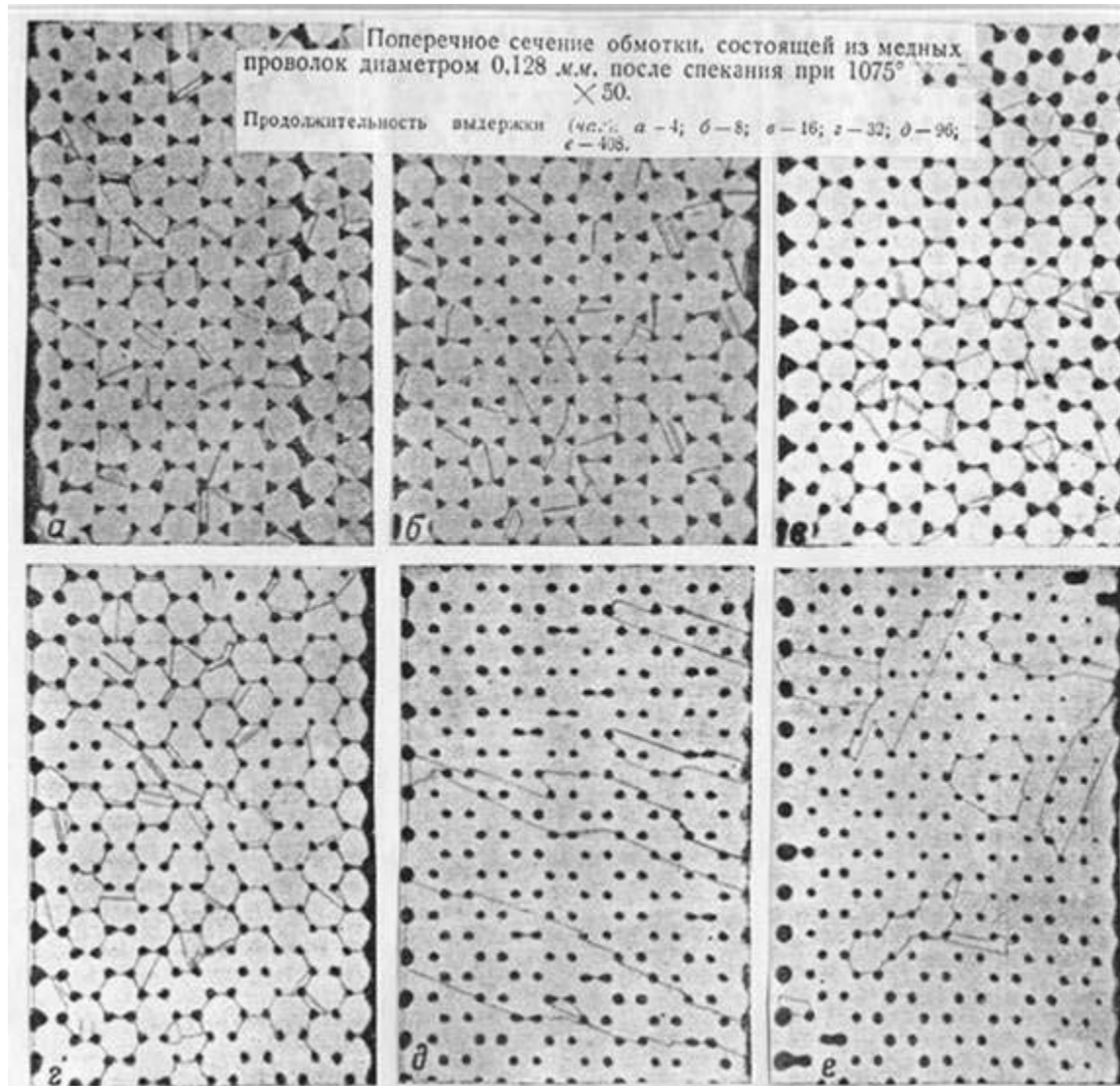
Механизмы	$(x/R_0)^n = A \tau$	
	$n$	$A$
Вязкое течение	2	$\frac{3}{2} \frac{\alpha}{R_0 \eta}$
Объемная диффузия	5	$\frac{20\pi\alpha\Omega D_0}{R_0^3 kT}$
Поверхностная диффузия	7	$\frac{28\alpha\Omega D_s \delta_s}{R_0^4 kT}$
Перенос вещества через газовую фазу при малых давлениях инертного газа	3	$\left(\frac{18}{\pi}\right)^{1/2} \left(\frac{m}{kT}\right)^{3/2} \frac{\alpha P_0}{d^2 R_0^2}$

Примечание. В таблице приняты следующие обозначения:  $R_0$  — начальный радиус частиц;  $x$  — радиус контактного перешейка;  $\alpha$  — удельная поверхностная энергия;  $\eta$  — коэффициент вязкости;  $\Omega$  — объем одной вакансии;  $D_0$  — коэффициент объемной диффузии атомов (ионов);  $D_s$  — коэффициент поверхностной диффузии атомов (ионов);  $\delta_s$  — эффективная толщина поверхностного слоя;  $m$  — масса атома (иона);  $d$  — плотность вещества в конденсированной фазе;  $P_0$  — парциальное давление пара вещества в объеме пар;  $k$  — постоянная Больцмана;  $T$  — температура.

# Интенсификация диффузионного спекания

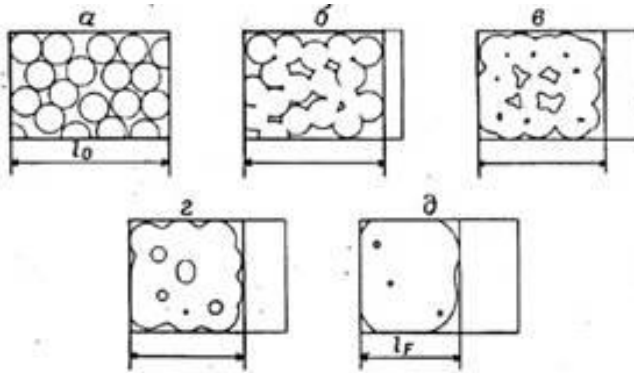
- Повышение **степени измельчения** исходного материала (увеличение общей величины поверхности раздела фаз, уменьшение радиуса выпуклых участков, рост избыточной поверхностной энергии, уменьшение расстояний между источниками и «поглотителями вакансий» )
- Применение исходных материалов в **«активном» состоянии** (механоактивация и пр., ведущие к увеличению концентрации дефектов и размера кристаллитов, использование неравновесных модификаций фаз)
- Введение добавок, образующих **твердые растворы** с основным компонентом (создание повышенной концентрации вакансий), изменение газовой атмосферы для повышения дефектности твердой фазы (анионные вакансии)
- Введение добавок, влияющих на **рост кристаллитов** (увеличивающих скорость роста или, наоборот, предотвращающих вторичную рекристаллизацию)

# Эволюция микроструктуры



**Спекание медной  
проводаки,  
образование  
упорядоченной  
системы пор**

# Стадии спекания



Последовательные стадии спекания прессованного образца, состоящего из сферических частиц, от начального ( $l_0$ ) до конечного ( $l_F$ ) размера.  
 а — механический контакт частиц; б — образование перешейков; в — образование закрытых пор; г — округление пор; д — исчезновение пор.

Таблица Характеристические показатели степени в кинетических уравнениях, описывающих начальные стадии спекания<sup>а</sup>

Механизм массопереноса	Рост перешейков	Линейная усадка	Дифференциальное уравнение	Закон подобия
	$x = kt^m$	$\alpha = \frac{\Delta l}{l_0} = kt^m$	$\dot{\alpha} = k\alpha^n$	
Испарение из выпуклых пор и конденсация на вогнутых перешейках	1/3	—	—	3—1
Поверхностная диффузия	1/7	—	—	7—3
Вязкое или пластичное течение	1/2	1	0	2—1
Диффузия по границам зерен с образованием вакансий	1/4	1/2	-1	—
Диффузия по границам зерен посредством движения вакансий	1/6	1/3	-2	6—2
Объемная диффузия к перешейкам	1/5	2/5	-2/3	5—2

<sup>а</sup> Таблица дает набор показателей степени  $m$ , характерных для данного типа массопереноса, который определяет рост перешейков (радиус  $x$ ) и экстраполированную линейную усадку  $\alpha$  (пропорциональную изменению расстояния между центрами частиц).

При жидкофазном спекании:

1. Перегруппировка частиц путем взаимного проскальзывания
2. Перенос материала через жидкую фазу, при этом насыщение жидкой фазы происходит за счет растворения мелких частиц и контактных участков, химический потенциал которых повышен из-за напряжений и пр.
3. Образование жесткого скелета, залечивание пор

# Механизм вязкого течения

**Условие:** изолированная пора радиуса  $R_0$  расположена в изотропной ньютоновской среде, деформация происходит при сколь угодно малых напряжениях и скорость деформации пропорциональна первой степени напряжений.

При малых давлениях  $p \ll 2\gamma/R_0$ ,  $\gamma$  – поверхностная энергия, при условии равенства работы сил внутреннего трения понижению свободной энергии поверхности залечиваемой поры:

$R = R_0 - \gamma t / \eta$  – уравнение Френкеля

$\eta$  – коэффициент вязкости. При  $p \gg 2\gamma/R_0$ ,  $R = R_0(1 - p t / 2\eta)$

Время полного залечивания пор:

$$t = (2\eta/p) \ln(1 + R_0 p / 2\gamma)$$

# Диффузионное растворение пор

**Условие:** сферическая пора в кристаллическом веществе как капля пустоты + формула Томсона для зависимости равновесного давления пара от радиуса кривизны. Вблизи поверхности поры равновесная концентрация вакансий  $C_{ve}$  повышена по сравнению с плоской поверхностью на величину.

$$\Delta C = (2\gamma/R) [V_e C_{ve}/kT]$$

(следствие: поглощение мелких пор крупными)

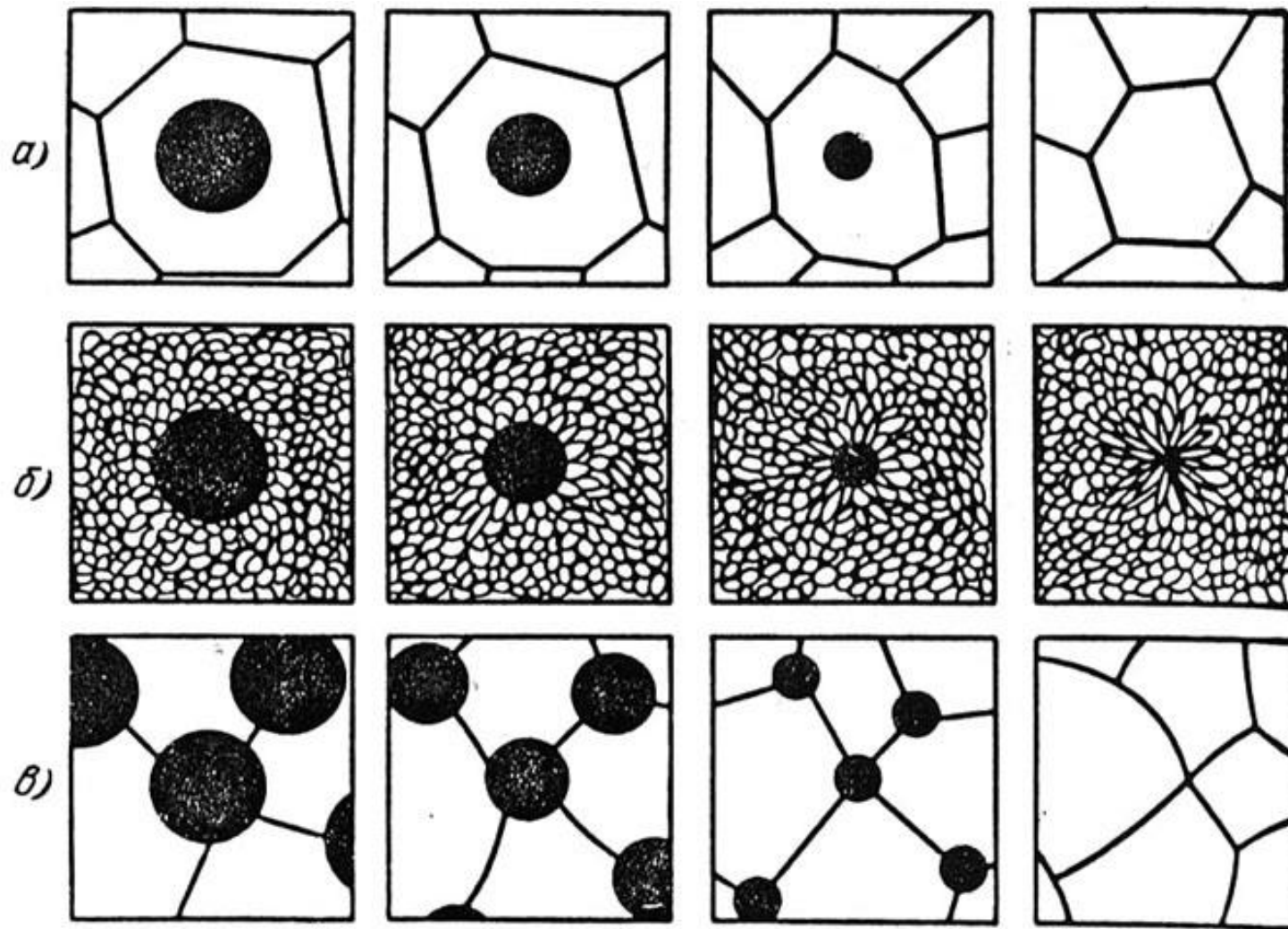
Между плоской поверхностью и внутренней частью пористого тела устанавливается градиент концентрации вакансий, что эквивалентно обратному потоку атомов и приводит к зарастанию пор:

$$dR/dt = (2\gamma/R^2) (a^3/kT) D \text{ (уравнение Пинеса),}$$

$$\text{полное залечивание пор: } t = (R_0^3/a^3) [kT/(6D\gamma)]$$

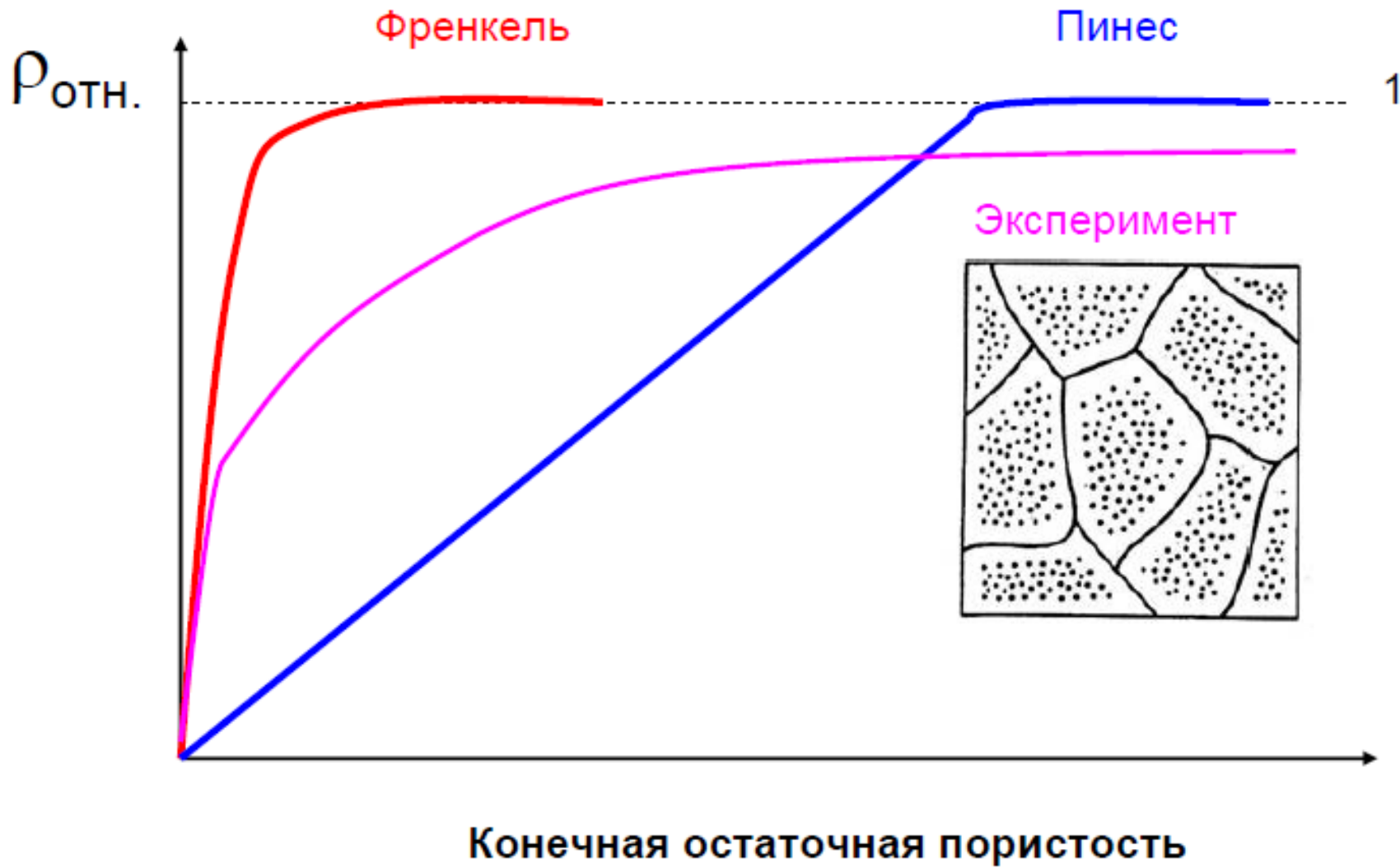
$a$  – параметр решетки,  $D$  – коэффициент самодиффузии

# Эволюция микроструктуры



Схемы залечивания изолированной поры: а)  $\gamma \ll 1$ ; б)  $\gamma \gg 1$ ; в)  $\gamma \approx 1$ .

# Реальная кривая спекания





# Рост кристаллитов

$$dL/dt = K / L,$$

$L$  – линейный размер,  $t$  – время,  $K$  – const

$$L^n_i - L^n_0 = Kt \text{ (уравнение де Бурке)}$$

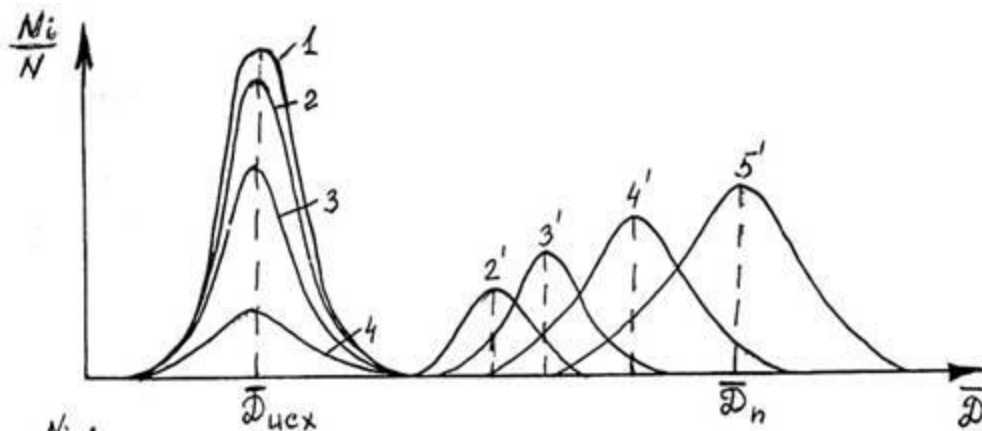
$n = 2$  – движущая сила: межфазная энергия границ зерен

$n = 3$  – торможение на порах (или перенос в-ва через газовую фазу при  $p = 2\gamma/L_n$ ,  $\gamma$  - уд.пов.энергия,  $L_n$  – диаметр пор)

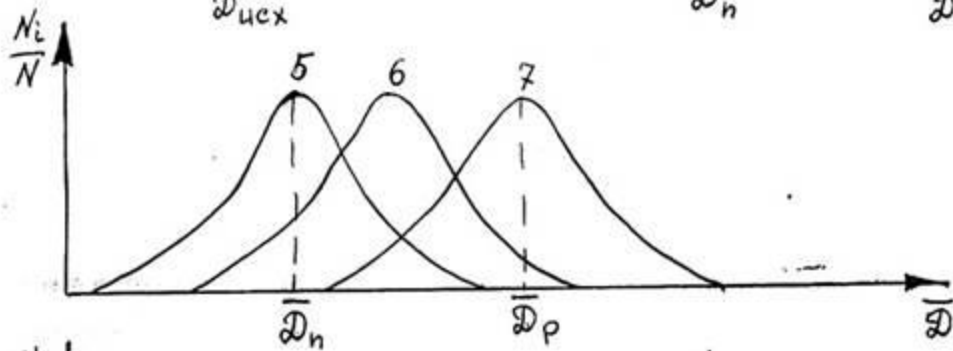
$n = 4$  – объемная диффузия (или перенос через газовую фазу при  $p = \text{const}$ )

$n = 5$  – поверхностная и граничная диффузия

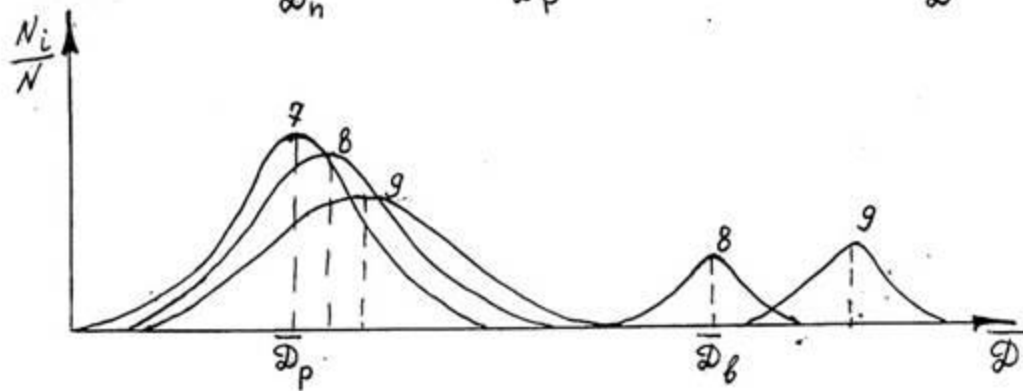
# Стадии роста кристаллитов



Первичная...



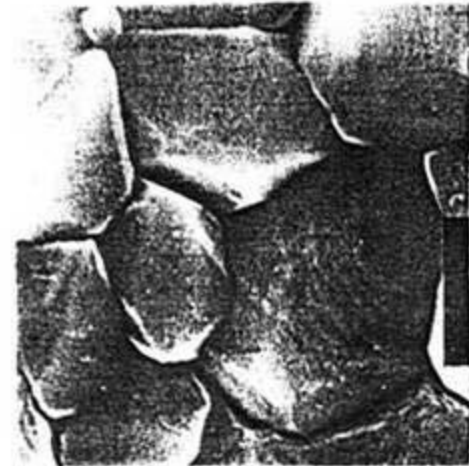
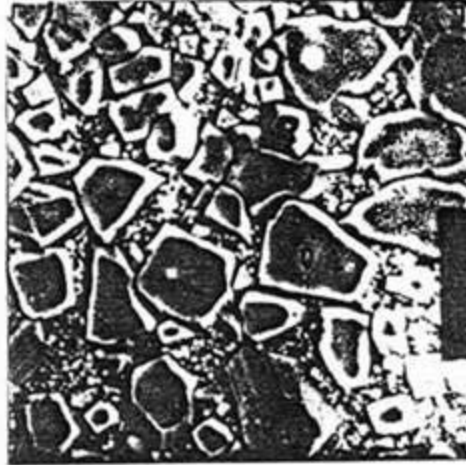
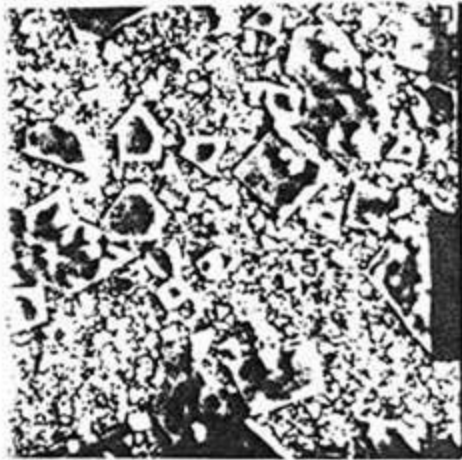
Собирательная...



Вторичная рекристаллизация

Аномальный рост зерна,  
падение плотности керамики

# Примеры микроструктур



# Формальное описание усадки

$$dV/dt = -B * N * V \text{ (уравнение Ивенсена),}$$

$V$  – текущий объем пор,  $V_0$  – начальный объем пор,  $N$  – концентрация дефектов

$$dN/dt = -A N^2$$

$$A = a \exp(-E_a/RT)$$

$$B = b \exp(-E_b/RT)$$

$$\ln(V/V_0) = -b/a \exp(-\Delta E / RT) \ln(aV_0 \exp(-E_a/RT) t + 1)$$

$$V = V_0 (q m t + 1)^{-1/m}$$

$q$  – скорость усадки в начальный момент спекания,  
 $m$  – интенсивность падения скорости в процессе спекания

# Уплотнение нанопорошков

Модели уплотнения обычного порошка нельзя успешно применить при моделировании уплотнения наночастиц по нескольким причинам, обсуждаемым ниже, которые возникают из-за резкого уменьшения размера частиц.

- 1) Возможность новых или различных механизмов уплотнения. Предполагается, что выраженная поверхностная диффузия в наноразмерных компактах будет увеличивать зерно/межчастичное скольжение и диффузию вакансий.
- 2) Агломерация нанопорошков в кластеры. Высокая межчастичная адгезионная способность (по сравнению с обычным порошком) ведет к различным уровням агломерации. Эта тенденция к агломерации может сильно влиять на кинетику уплотнения. Адгезионная способность ведет к различным уровням межчастичного и межагломератного трения.

# Уплотнение нанопорошков

3) Ансамбли наночастиц имеют большие площади поверхности, делающие их очень восприимчивыми к примесям по сравнению с крупноразмерным порошком. И поверхностные и объемные примеси играют важную роль в уплотнении. Атомы примеси увеличивают межчастичное трение, примеси стабилизируют нанопоры и предотвращают их схлопывание, примеси сегрегируют предпочтительно к границам и препятствуют массопереносу. Влияние внутреннего давления, вызванного адсорбированными газами, могут быть еще больше выражены в системах наночастиц из-за резкого увеличения их площади поверхности.

4) Низкая плотность дислокаций, и низкая стабильность дислокаций из-за малого размера наночастиц. Так как наночастицы могут быть свободны от дислокаций и источников дислокаций, их пластическая деформация может быть низкой и для неспеченных компактов могут требоваться более высокие давления. Различная структура дислокаций и их поведение могут также проявляться в изменении механизма ползучести. Ползучесть – это доминирующий механизма уплотнения во многих материальных системах.

5) Другие факторы, такие как диффузионно-стимулированная зернограничная миграция, и вращение, стимулированное энергией границ, могут изменять механизмы уплотнения.

# Классификация способов прессования

Формование порошковых изделий  
конструкционного назначения

Прерывистое

Непрерывное

Холодное

Горячее

Холодное

Горячее

С постепенно возрастающим давлением

С мгновенно возрастающим давлением

Без приложения давления

С постоянным или постепенно возрастающим давлением

С мгновенно возрастающим давлением

Без приложения давления

С постоянным или постепенно возрастающим давлением

С мгновенно возрастающим давлением

С постоянным или постепенно возрастающим давлением

С мгновенно возрастающим давлением

Прессование в закрытой пресс-форме

Ленточное прессование

Прессование в закрытой пресс-форме с приложенной вращающейся силой

Изостатическое прессование

Центробежное формование

Электростатическое формование

Ударное прессование

Взрывное прессование

Электромагнитное прессование

Электрогидродинамическое прессование

Шликерное литье

Прессование в закрытой пресс-форме

Пакетное прессование

Изостатическое прессование

Центробежное прессование

Штамповка

Взрывное прессование

Вибрационное формование

Химическое формование

Прокатка

Экструзия

Прессование скальным пуансоном

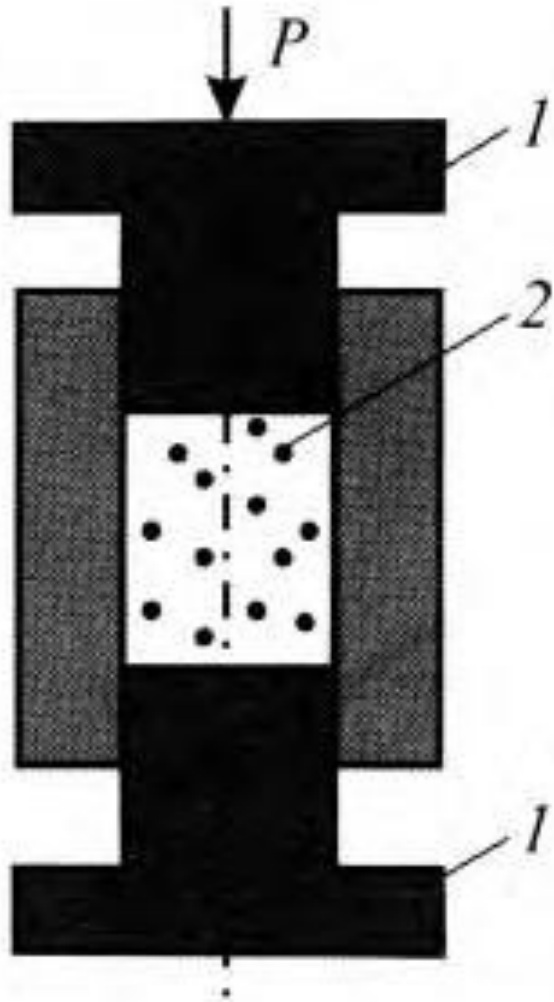
Ударное выдавливание

Прокатка

Экструзия

Ударное выдавливание

# Холодное статическое прессование в закрытых пресс-формах



Холодное статическое прессование в закрытых пресс-формах является относительно простым по технологической реализации и универсальным для прессования изделий различной формы из порошков любых составов, позволяющим реализовать многоместную схему прессования в условиях массового производства. Поэтому метод достаточно широко распространен.

Рис. 2.1 Холодное прессование:  
1 – пуансон, 2 – порошок



# Холодное статическое прессование в закрытых пресс-формах

Недостатки всех модификаций этого способа связаны с неравномерным распределением свойств формуемого изделия по объёму. Трение прессуемого материала о стенки пресс-формы приводит к анизотропии и неравномерности свойств изделия в различных направлениях, что может являться источником макродефектов в спекаемых изделиях.

# Горячее прессование

Один из перспективных методов формования порошковых материалов – метод горячего прессования обеспечивает получение керамических изделий с малым перепадом плотности по объёму. Метод горячего прессования эффективен в производстве некоторых типов нанокерамики, обладающей эффектом сверхпластичности при повышенных температурах, что позволяет значительно снизить стоимость изделий из-за устранения дорогостоящей операции механической обработки. Однако применение метода горячего прессования ограничено высокими требованиями к материалу пресс-формы, который должен быть инертным по отношению к прессуемым порошкам при повышенных температурах, жаропрочным, не обладающим свойством сверхпластичности, экономичным. Метод горячего прессования наиболее актуален в производстве конструкционной керамики, обладающей эффектом сверхпластичности при повышенных температурах. Горячее прессование керамических материалов осуществляется зачастую в графитовых пресс-формах в защитной атмосфере (например, в аргоне) или без неё при высоких температурах и, как правило, в индукционных печах нагрева.

# Горячее прессование

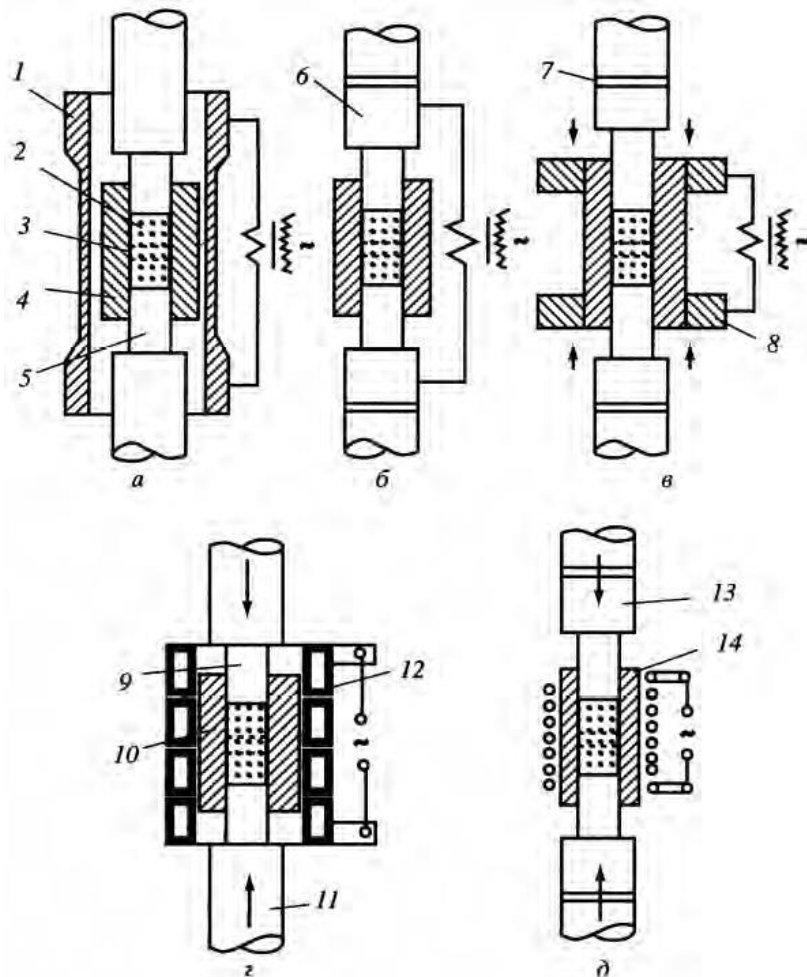


Схема двустороннего горячего прессования в пресс-формах в сочетании со способами нагрева: а – косвенный нагрев сопротивлением; б – прямой нагрев сопротивлением при подводе тока к пуансонам; в – прямой нагрев сопротивлением при подводе тока к матрице; г – индукционный нагрев токопроводящей (графитовой) матрицы; д – индукционный нагрев порошка в нетокопроводящей прессформе. 1 – нагреватель, 2 – порошок, 3 – спеченное изделие, 4 – матрица, 5,6 – пуансоны, 7 – изоляция, 8 – графитовый или медный контакт, 9 – графитовый пуансон, 10 – графитовая матрица, 11 – керамика, 12 – индуктор, 13 – керамический пуансон, 14 – керамическая матрица

# Горячее прессование

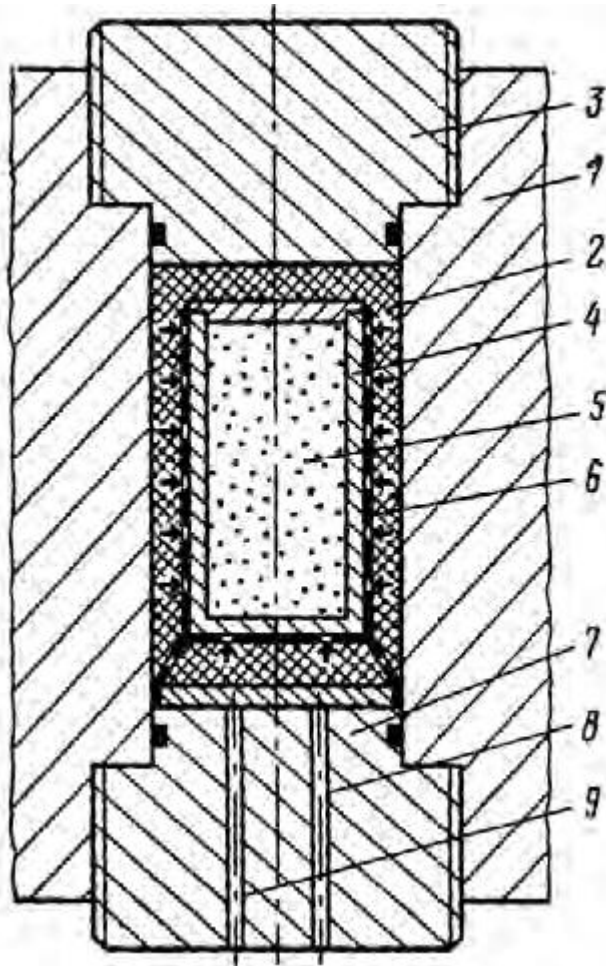
Достоинством метода горячего прессования являются хорошие прочностные характеристики получаемых изделий, минимальные допуски по размерам заготовок, сокращение времени спекания, поскольку процессы прессования и спекания совмещаются. Недостатком метода является быстрый износ пресс-форм, невысокая производительность процесса. Кроме того, по данным Окадзаки, у керамических сегнетоэлектриков, полученных горячим прессованием, по сравнению с обычным обжигом ухудшаются эксплуатационные свойства из-за наличия остаточных напряжений и нарушения стехиометрии.

По выводам Окадзаки, после горячего прессования некоторых типов электрокерамики её прочностные и макроструктурные характеристики улучшаются, однако сегнетоэлектрические и ферромагнитные свойства ухудшаются. Отмечается значительный рост зёрен в циркониевой керамике, изготовленной методом горячего прессования.

# Изостатическое и квазиизостатическое прессование

Широкое распространение в порошковой технологии получили методы изостатического прессования в гидро/газостатах - холодное (ХИП), и горячее (ГИП), квазиизостатическое. Изостатическое прессование заключается в уплотнении порошка в условиях всестороннего сжатия. Разработано несколько видов такого формования. Одним из них является гидростатическое прессование. Этот метод даёт возможность изготавливать из пластичных, малопластичных и непластичных порошкообразных материалов высокопрочные изделия, форма и размер которых не позволяют применить другие способы изготовления изделий. Другим вариантом формования при всестороннем сжатии является прессование под действием газа (гелия, аргона и др.), которое называют газостатическим. В большинстве случаев такому прессованию подвергают не порошок, а предварительно полученную тем или иным способом заготовку. Эти методы обеспечивают равномерную плотность прессовок, но они не применимы для деталей со сложной геометрией внутренних поверхностей (конические отверстия и другие отверстия переменного сечения). Метод ГИП реализуется на сложном оборудовании высокого давления при высоких температурах и предполагает одноразовое использование пресс-форм.

# Изостатическое и квазиизостатическое прессование



Принципиальная схема изостатического прессования: 1 – сосуд высокого давления; 2 – жидкость высокого давления; 3 – верхний затвор; 4 – упругая форма; 5 – прессуемый порошок; 6 – перфорированная корзина; 7 – нижний затвор; 8 – подвод высокого давления; 9 – отвод жидкости

# Изостатическое и квазиизостатическое прессование

Квазиизостатическое прессование отличается от изостатического прессования тем, что в нём не используется жидкость (или газ) при прессовании, вместо них используется эластичная оболочка, сжимающаяся при приложении высокого давления. Принцип квазиизостатического прессования заключается в том, что средой, передающей равномерное давление, служит эластичный элемент (из резины, синтетического каучука и т. п.), который одновременно является деталью прессформы, оформляющей наружную или внутреннюю поверхность изделия. Уплотнение порошка происходит за счёт сжатия эластичной оболочки, помещённой в закрытую жёсткую пресс-форму. Полученные изделия имеют почти одинаковую плотность в любом сечении.

Однако некоторый перепад плотности в таких изделиях все-таки наблюдается от периферии к центру, и обусловлен тем, что периферийные слои уплотняются быстрее и препятствуют передаче давления прессования внутрь. Существенными недостатками изостатического прессования являются трудоёмкость изготовления эластичных пресс-форм, невозможность его автоматизации и применения многоместной схемы прессования при массовом производстве, обеспечения заданных размеров брикетов (особенно при изготовлении прессовок сложной формы). Эти методы применяются для производства изделий относительно простой формы с их последующей механической обработкой.

# Формование литьём

К этой группе методов формования относятся литьё из водных, термопластичных шликеров или коллоидных гелей с последующим спеканием, центробежное литьё, ленточное литьё, вальцевание каландровым способом, литьё с замораживанием в тонкостенных формах.

Шликерное литьё – один из самых распространённых методов формования керамических материалов, позволяющий без применения высоких давлений получить изделия любой формы с относительно равномерным распределением свойств по объёму.

Несмотря на минимизацию влияния процессов трения, наложение вибрации на шликер позволяет повысить его технологические характеристики и добиться более равномерного заполнения пресс-формы. Шликерное литьё с различными режимами ультразвукового воздействия керамики из высокодисперсных порошков оксида бериллия использовали в работе. В процессе шликерного литья получается ненапряжённая структура, поскольку при уплотнении порошки не испытывают нагружения и не деформируются.

Основным недостатком метода является трудоёмкость технологического процесса, состоящего из многостадийных операций подготовки и обработки шликеров, сушки и финишной обработки изделий.



# Динамические, высокоэнергетические и импульсные методы прессования

При динамических методах прессования уплотнение осуществляют ударными волнами. В качестве энергоносителя используют электрогидравлический разряд батареи высоковольтных конденсаторов через зазор в воде между двумя электродами, энергию импульсного магнитного поля, сжатых и горючих газов и жидкостей, а также взрывчатых веществ. К этим методам относятся изотермическая штамповка, магнитно-импульсное, взрывное, гидродинамическое, ударное прессование, электроконсолидация, вибрационное формование (в т.ч. с органическими связками без приложения давления – Pressureless Powder Packing – PLPP).

Разработка этих методов потребовалась для решения проблем прессования трудноформуемых порошков, в частности, высокодисперсных керамических. Использование тех или иных физических процессов при высоких энергиях их протекания позволяет достигать лучших результатов, чем в случаях компактирования традиционными методами.

**СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!!!**