



Двилис Эдгар Сергеевич

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПРОЦЕССОВ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВЫХ
СИСТЕМ ПРИ ИЗМЕНЕНИИ УСЛОВИЙ ДЕФОРМАЦИИ
И ФИЗИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ**

Специальность 01.04.07 - физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Томск 2014

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальном исследовательском Томском политехническом университете»

Научный консультант:

Хасанов Олег Леонидович

доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Алымов Михаил Иванович

доктор технических наук, профессор, член-корреспондент РАН, Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, директор

Зуев Лев Борисович

доктор физико-математических наук, профессор, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, заведующий лабораторией физики прочности

Потекаев Александр Иванович

доктор физико-математических наук, профессор, Национальный исследовательский Томский государственный университет, обособленное структурное подразделение «Сибирский физико-технический институт», директор

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук

Защита диссертации состоится «24» декабря 2014 г. в 15:00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.02 ФГАОУВО Национальный исследовательский Томский политехнический университет по адресу пр. Ленина, д. 30.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУВО Национального исследовательского Томского политехнического университета и на сайте <http://portal.tpu.ru/council/909/worklist>

Автореферат разослан « » сентября 2014 г.

Учёный секретарь диссертационного совета,
Доктор физико-математических наук



М.В. Коровкин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Эффективность и производительность процессов современного высоко-технологичного производства, эксплуатационные ресурсы оборудования и высокие показатели работы устройств зависят от физических характеристик материалов. Материалы, исходным сырьём для создания которых являются порошки, в настоящее время привлекают большое внимание в материаловедении. Современные процессы порошковой технологии – широкая область получения высокоплотных керамических структур и изделий с уникальным набором физических и эксплуатационных свойств, использование которых в разнообразных отраслях постоянно выводит технику на более высокий уровень. Однако для реализации возможности управления необходимыми свойствами современной технической керамики этапы компактирования порошков любых составов и дисперсности в процессах её консолидации требуют дальнейшего совершенствования и эффективного применения различных методов деформации и внешнего воздействия.

Актуальной задачей является разработка простых и гибких (адаптируемых к потребностям) процессов консолидации, пригодных для порошковых систем любого состава и морфологии, нечувствительных к недостаткам или устраняющих их недостатки (плохую формуемость, склонность к агломерированию) с сохранением их полезных свойств (активность, дисперсность, чистота состава), допускающих применение в условиях динамичного массового производства. При этом целесообразно совмещение процессов прессования порошковых сред и управляемого внешнего физического воздействия на их структуру.

Разработка и изучение таких процессов невозможна без должного развития соответствующей теоретической базы. Основополагающие теоретические исследования в этой области с середины прошлого века не претерпели каких-либо значимых изменений, учитывающих повышенные современные требования к чистоте и дисперсности порошков, к сложности конструкций современной техники и к необходимости быстрой смены номенклатуры форм и материалов выпускаемых изделий без существенного переоборудования процесса. Для развития положений теории прессования порошков и разработки процессов формирования заданной макро- и микроструктуры необходимо создание физической модели уплотнения, которая базируется на рассмотрении и анализе основных эффектов и важнейших факторов, определяющих изменение параметров напряжённо-деформированного состояния уплотняемой микронеоднородной упругопластической среды (перепада плотности и давления, упругих модулей, трения, параметров межчастичного взаимодействия и т.п.), а также дающей возможность по количественным критериям состояния порошковой системы предсказать или задать свойства спечённой из неё керамики. Дальнейшее совершенствование процессов и методов компактирования порошков представля-

ется эффективным на основе такого подхода и с учётом его экспериментального подтверждения.

Результаты работы использованы при выполнении следующих грантов и проектов: проект «Создание промышленного производства изделий из функциональной и конструкционной наноструктурированной керамики для высокотехнологичных отраслей», выполненный совместно с ХК ОАО «НЭВЗ-Союз» в рамках постановления Правительства РФ № 218 (Госконтракт №13.G25.31.0021); ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации» на 2008-2010 годы; ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы; приоритетный национальный проект «Образование» по направлению «Материаловедение, наноматериалы и нанотехнологии»; проект МНТЦ #3719 «Формирование межзёренных границ в оптических нанокерамиках»; Гранты РФФИ 01-03-32360-а; 06-08-00512-а; 06-08-96932-р_офи.; проект АВЦП Рособразования «Материаловедческие и физико-химические основы создания оптически прозрачной наноструктурной керамики с применением методов мощного ультразвукового воздействия» (Тема 18.304.2009).

Цели и задачи диссертационной работы

Целью работы является развитие теоретических положений и физических моделей процесса уплотнения порошковых систем и основанных на них процессов сухого холодного компактирования в закрытых жёстких пресс-формах, разработка рациональных способов и оптимизация условий уплотнения порошков различных составов, обеспечивающих равномерное распределение свойств компактов по объёму и спекание керамики с заданными физическими свойствами.

Для достижения цели в работе **поставлены следующие задачи:**

1. Обоснование и разработка физико-математических методов аналитического описания процессов уплотнения порошковых систем в закрытых жёстких пресс-формах и экспериментальных методов определения их поведения и свойств на этапах прессования.
2. Теоретический анализ физических параметров состояния порошкового тела, определение критериев количественной оценки эффективности процессов уплотнения порошковых систем и оптимизации внешнего воздействия.
3. Аналитическое обоснование и разработка вариантов практической реализации рациональных приёмов прессования и их совмещения с методами внешнего воздействия.
4. Экспериментальная оценка эффектов влияния условий прессования и внешнего воздействия на физические и структурные характеристики керамики.

Научная новизна работы

1. Установлено, что текущее состояние межчастичного взаимодействия и плотности упаковки порошковых систем количественно определяется в рамках физической модели уплотнения во всём его диапазоне на основе формализации двух основных процессов – перераспределения частиц и их необратимой деформации. При этом для любых порошковых сред состояние максимума вклада процесса перераспределения и укладки частиц может быть достигнуто при относительной плотности не менее $(1-1/e \approx 0,632)$ и среднем координационном числе не менее 9.

2. Установлено, что количественные критерии (интенсивность уплотнения b , коэффициент связности Z , критическое давление $P_{кр}$ и др.), которые определяются на основе коэффициентов безразмерного уравнения прессования, отражают эффективность процесса уплотнения, качество прессовок, структурные и физические характеристик спечённой керамики. При этом начало формирования связного порошкового тела характеризуют условия минимума перепада относительного давления по высоте порошкового тела, его численного равенства коэффициенту связности и вкладу процесса деформации частиц. Оптимальное состояние уплотняемой порошковой среды характеризуют условия максимума вклада процесса перераспределения и укладки частиц и численного равенства относительного давления прессования величине его интенсивности.

3. Установлено, что для смеси полидисперсных частиц порошковых систем существует диапазон значений относительной плотности $\rho \approx (0,56 \div 0,77)$ и координационного числа $N_c \approx (6,74 \div 12,88)$, в котором монотонная взаимная зависимость этих параметров упаковки при уплотнении сохраняется при любом соотношении размеров частиц и позволяет найти оптимальное для высокой плотности упаковки соотношение компонентов смеси.

4. Установлены зависимости между перепадом плотности, геометрическими параметрами уплотняемого порошкового тела и критериями эффективности процесса его уплотнения, которая позволяет контролировать равномерность распределения плотности по объёму порошковой системы условиями внешнего воздействия и направлением действия сил пристенного трения. При этом максимально возможный перепад относительной плотности в порошковой среде численно не может превышать величину интенсивности её уплотнения, а получение связного порошкового тела возможно только при величине отношения площадей его активной и пассивной поверхности не менее величины произведения его коэффициентов гидростатичности и пристенного трения.

5. Установлено, что на всех поверхностях замкнутого кубического объёма, ограниченного жёсткими стенками, можно организовать такую систему сил, одновременно действующих в трёх ортогональных осях, которые создают в любой точке заключённой в этот объём порошковой среды условия максимального совпадения с ними осей координат пространства Хэя-Вестергарда (главных осей тензора напряжений) и равномерности объёмной деформации.

6. Установлен механизм влияния ультразвукового воздействия (УЗВ) на порошковую среду в процессе её уплотнения, который заключается в активационном (при низкой связности частиц) и релаксационном (при высокой связности частиц) характере влияния на дислокационную структуру кристаллитов. В процессе прессования плазмохимического нанопорошка (НП) диоксида циркония смена преобладания механизмов влияния УЗВ мощностью 3 кВт наступает при коэффициенте связности около 0,001 и характеризуется ограничением роста зёрен на 30 %, повышением микротвёрдости спечённой керамики на 20 % относительно образцов, не подвергнутых УЗВ.

Практическая значимость

1. Предложены безразмерные уравнения прессования, которые с высокой достоверностью (не менее 95,5 %) описывают процессы уплотнения порошков широкого класса различных материалов: химических элементов, пластичных металлов и сплавов, керамических соединений.

2. Предложены математические соотношения, которые позволяют определить количественные характеристики прессуемости, уплотняемости и формуемости, и проводить независимую и объективную классификацию и стандартизацию любых порошковых материалов (взамен ГОСТ 25280-90), а также способов их прессования.

3. Предложены аналитические условия (выражения), которые позволяют определить оптимальные технологические режимы УЗ-компактирования (амплитуда, частота) в зависимости от давления и кинематической схемы прессования, соотношения размеров прессовки и ориентации колебаний относительно оси прессования.

4. Предложены рациональные приёмы и способы компактирования порошковых сред (оптимизация соотношения компонентов смеси порошков с произвольным гранулометрическим составом; уплотнение в конической полости; ультразвуковое, коллекторное и изометрическое прессование), которые позволяют повысить эффективность процесса прессования и равномерность распределения плотности по объёму изделий различной формы. Способ изометрического прессования позволяет с использованием обычных одноосных прессов и без замены прессовой оснастки (в едином устройстве) изготовить равномерно плотные изделия в форме параллелепипедов с любым произвольно заданными соотношениями сторон.

5. Предложена методика прогнозирования качества керамических изделий по количественным критериям эффективности процесса уплотнения и характеристикам состояния спрессованной порошковой среды, из которой они изготовлены.

6. Разработанные способы подбора оптимального состава порошковых смесей, а также ультразвукового и коллекторного прессования, внедрены в технологические линии серийного изготовления кольцевых керамических изоляторов и бронезащитных элементов на предприятии ХК ОАО «НЭВЗ-Союз» (г. Новосибирск).

На защиту выносятся следующие положения.

1. Положение о количественных критериях оценки эффективности процесса прессования любых порошковых материалов (относительные величины интенсивности уплотнения, связности порошкового тела и критического давления), которые позволяют провести формализацию по этапам преобладания различных механизмов уплотнения порошковой системы, их наступления и завершения, а также достижения заданного состояния порошкового тела (перепадов плотности и механических напряжений, состояния межчастичных контактов, соотношения вкладов перераспределения частиц и их необратимой деформации).

2. Положение о возможности достижения рациональными приёмами прессования заданного состояния межчастичного взаимодействия уплотняемых порошков, которое приводит к спеканию материала с оптимальным сочетанием физических характеристик.

3. Положение о активационном и релаксационном характере ультразвукового воздействия, степень преобладания которого в процессе уплотнения порошков определяется коэффициентом связности частиц, и через состояние дислокационной структуры их поверхности оказывает влияние на физические характеристики спечённой керамики.

4. Положение о возможности достижения условий трёхосной (изометрической) деформации порошкового тела в форме параллелепипеда с максимально равномерным по объёму уплотнением, при которых в любой его точке пространство главных напряжений (Хэя-Вестергарда) максимально совпадает с системой координат приложенных напряжений.

Личный вклад автора.

Личный вклад автора состоит в выборе направления, постановке цели и задач исследований. Автором разработаны использованные методики определения состояния порошковых сред при уплотнении, предложены безразмерные уравнения прессования трёх типов и уравнения упаковки частиц двух типов, разработана физическая модель процесса уплотнения порошковых сред и её математическое описание. Обоснованы и разработаны представленные способы и приёмы прессования порошковых материалов, а также устройства для их реализации, проведено моделирование разработанных процессов и устройств с применением методов конечных и дискретных элементов; спроектирована экспериментальная акустическая и прессовая оснастка. Представленные в работе эксперименты по прессованию и спеканию керамических порошковых материалов выполнены самим автором или проведены при непосредственном его участии и под его руководством. Автор провёл исследования структуры и свойств керамических образцов методами атомной силовой и сканирующей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, наноиндентирования; обработал и систематизировал полученные экспериментальные результаты, сформулировал основные положения и выводы диссертационной работы.

Апробация работы.

Материалы диссертации доложены и обсуждены: на семи Международных конференциях «Физикохимия ультрадисперсных (нано-) систем» (с 1998 по 2008 г.г.); на шести Российско-Корейских симпозиумах «Russian-Korean International Symposium on Science and Technology» (с 1998 по 2003 г.г.); на четырёх Российско-Германских форумах «International Forum on Strategic Technology» (с 2006 по 2013 г.г.); на конференциях «Conference of the European Ceramic Society» (2009, 2004 г.г.); на конгрессах «International Congress on Ceramics» (2010, 2011 г.г.); на симпозиуме «Materials Research Society Symposium» (1998 г.); на «International Conference on Nanostructured Materials NANO 2002» (2002 г.), на «Nanotechnology Conference and Trade Show - 2006»; на двадцати различных всероссийских и региональных научно-практических конференциях по порошковым технологиям и керамическим материалам, проводившихся с 1995 по 2013 г.г., а также на семинарах кафедры Наноматериалов и нанотехнологий ТПУ.

Публикации

Материалы диссертации опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК, и в профильных международных журналах, индексируемых в базе данных Scopus. В частности, основные результаты диссертации представлены в 44 статьях в зарубежных и отечественных реферируемых научных журналах, 86 тезисах докладов, сборниках статей и материалах Российских и международных научных конференций и конгрессов, получено Свидетельство Роспатента на полезную модель, семь патентов на изобретения (российский и зарубежные).

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения и приложения. Работа изложена на 386 страницах, включает 256 страниц текста, 103 рисунка, 15 таблиц, 164 формулы и список литературы из 323 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы исследований, сформулированы их цель и основные задачи, отражена научная новизна и практическая значимость результатов, представлены положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена обзору и анализу текущего состояния и существующих особенностей, проблем и недостатков современной теории и практической реализации процессов консолидации порошковых сред, обоснованию и формулировке задач, поставленных в диссертационной работе.

Отражена роль процессов консолидации в порошковой технологии, проанализированы существующие теоретические представления о процессах упаковки и прессования порошковых сред, рассмотрены методы физического моделирования процессов прессования и способы реализации процессов уплотнения по-

рошковых систем, в том числе, с применением внешнего воздействия и на основе перспективной концепции «рациональных приёмов прессования» В.Е. Перельмана.

Проведённый анализ позволяет выделить ряд проблем, ограничивающих должное развитие выбранного направления исследований в науке и технике, а также обосновать следующие пути их решения: корректное и физически обоснованное аналитическое описание процесса уплотнения порошкового тела с учётом максимального количества возможных факторов влияния на этот процесс; формализация и анализ кинематических схем компактирования порошка с выявлением и использованием потенциально полезных и устранением негативных эффектов; нахождение параметров оптимизации внешнего воздействия на исследуемый процесс с использованием полученных ранее аналитических результатов; совмещение найденных аналитических, предлагаемых конструкторско-технологических решений и их адаптация к реальному эксперименту. Необходима экспериментальная или модельная проверка выдвинутых теоретических положений с их последующей корректировкой и дополнением, а также оценкой и анализом неучтённых в теоретических положениях эффектов внешних воздействий на порошок и прессовку.

Во второй главе обоснован выбор порошковых материалов для исследований, изложена краткая характеристика их свойств, области и особенности применения для производства изделий (Таблица 1).

Таблица 1

Виды порошковых материалов, выбранных для исследований

Материал (обозначение)	Технологические и эксплуатационные недостатки	Изучаемые свойства
УДП и НП ZrO_2 -3%мол. Y_2O_3 (3Y-ZrO ₂)	Агломерирование, плохая формуемость и склонность к разрушению прессовок, формоизменение образцов, рост зёрен и микрорастрескивание при спекании.	Параметры уплотнения, состояние межчастичных связей, механические, структурные характеристики, зернистость и пористость спечённой керамики.
Хим.синт. Al_2O_3 (Al_2O_3)		
Золь-гель УДП $Ba_{0.6}Sr_{0.3}Ca_{0.1}TiO_3$ (BST)	Плохая формуемость, склонность к разрушению; формоизменение и пористость керамики.	Параметры уплотнения, состояние межчастичных связей, усадка при спекании, зернистость и пористость спечённой керамики.
$BaTi_4O_9+BaWO_4$ (BWT0)		
$Pb(Zr, Ti)O_3$ (ЦТС-19)	Плохая формуемость при компактировании, склонность к разрушению при формовании и спекании.	Параметры уплотнения, состояние межчастичных связей, зернистость и эксплуатационные характеристики спечённой керамики.
УДП $Dy_2O_3+TiO_2$ (DT)	Плохая формуемость, склонность к разрушению, чувствительность эксплуатационных свойств к посторонним примесям.	Параметры уплотнения порошка, упругое последствие.

Приводится описание используемого оборудования, разработанной ультразвуковой и прессовой оснастки, используемой в поставленных экспериментах по прессованию различных порошковых материалов.

Описаны разработанные и применённые методики изучения процессов консолидации, обработки результатов, полученных в ходе выполнения натурных экспериментов по прессованию и исследованию свойств порошковых сред. Описаны методики и способы проведения модельных экспериментов для изучения эффективности реализованных различными способами процессов консолидации порошков. Приводится описание аналитического оборудования и методик изучения различных структурных и физических характеристик порошковых систем и консолидированной из них керамики.

В третьей главе представлены разработанные физические модели упаковки частиц и процессов консолидации порошковых сред; разработаны математические соотношения для описания процессов. В частности, на основе сопоставления регулярной и упорядоченной упаковок частиц, а также анализа влияния гранулометрического состава порошковых систем на процесс их упаковки, найдены следующие выражения взаимной зависимости плотности ρ и координационного числа N_c , которые адекватно описывают область существующих экспериментальных данных (Рисунок 1).

Для грубодисперсных порошковых систем:

$$\rho = \frac{\pi}{6} \cdot \sqrt{\frac{N_c}{6}}. \quad (1)$$

для ультрадисперсных систем и НП:

$$\rho = 1 - \frac{N_{cMIN}}{N_c} \quad (2)$$

для их смесей с относительной долей M ультрадисперсной фракции:

$$N_c = \left[216 \cdot \frac{\rho^2}{\pi^2} \right] \cdot (1 - M) + \left[\frac{N_{cMIN}}{1 - \rho} \right] \cdot M \quad (3),$$

где N_{cMIN} – минимально возможное координационное число устойчивой порошковой системы.

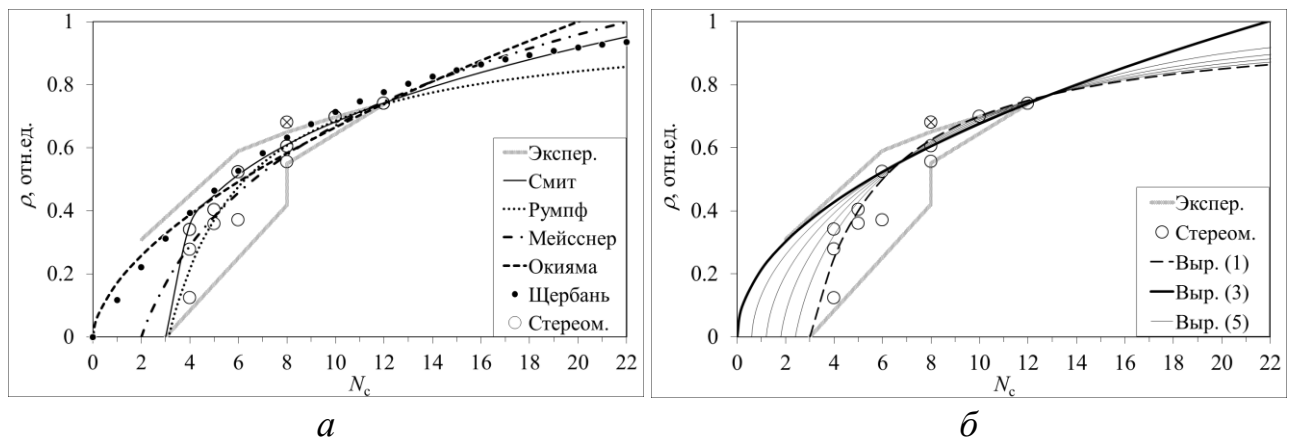


Рисунок 1 Зависимости плотности упаковки частиц от среднего координационного числа для выражений различных исследователей (а) и по предложенным выражениям (б): «Стереом.» - значения плотности, найденные по соотношениям стереометрии для регулярных систем с $N_c = (4, 5, 6, 8, 10, 12)$; «Экспер.» - границы области известных экспериментальных данных

На основе проделанного анализа для смеси полидисперсных частиц порошковых систем определена область диапазонов значений плотности $\rho \approx (0,56 \div 0,77)$ и координационного числа $N_c \approx (6,74 \div 12,88)$, в которой монотонная взаимная зависимость этих параметров упаковки при уплотнении сохраняется при любом соотношении размеров частиц и позволяет найти оптимальное для высокой плотности упаковки соотношение компонентов смеси.

На основе полученных выражений построена модель взаимной укладки структурных элементов порошковых сред с учётом их контактной деформации и гранулометрического состава, которая позволяет установить зависимость плотности упаковки частиц порошковой системы от дополнительных параметров межчастичного взаимодействия (относительного размера межчастичного контакта g , доли неконтактирующих частиц χ , параметра отклонения частиц от сферической формы $\rho_{сф}$, зависящую от отношения реального объёма $V_{сз}$ к объёму идеальной сферы $V_{сф}$, и возможной пористости структурных элементов $\theta_{сз}$:

$$\rho(N_c, g, \theta_{сз}, \rho_{сф}, \chi) = \left[\frac{4}{\frac{24}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{6}{N_c}} - 2 \cdot N_c + N_c \cdot \sqrt{1 - g^2} \cdot (2 + g^2)} - \theta_{сз} \right] \cdot \frac{V_{сф}}{V_{сз}} \cdot \left(1 + \frac{1}{n_{сз}} \right) \quad (4),$$

где $n_{сз}$ – коэффициент агломерации для агломерированных порошков.

Предложены безразмерные формы уравнений прессования (зависимости относительной плотности ρ от давления прессования $P_{пр}$) четырёх типов, которые описывают поведение широкого класса порошковых материалов постоянными для данных условий значениями коэффициентов (m , b , ρ_0 или ρ_{lim}) с ясным физическим смыслом, а также характерными значениями давлений ($P_{кр}$, P_e , P_h); проанализированы и определены границы достоверности полученных уравнений (Таблица 2) для описания процесса уплотнения различных порошковых сред:

$$\rho = \left(\frac{P_{пр}}{P_{кр}} \right)^m \quad \text{степенное уравнение,} \quad (5)$$

$$\rho = b \cdot \ln \left(\frac{P_{пр}}{P_{кр}} \right) + 1 \quad \text{логарифмическое уравнение,} \quad (6)$$

$$\rho = 1 - (1 - \rho_0) \cdot \exp \left(- \frac{P_{пр}}{P_e} \right) \quad \text{экспоненциальное уравнение,} \quad (7)$$

$$\rho = \frac{1}{\frac{1}{\rho_{lim}} + \frac{P_h}{P_{пр}}} \quad \text{гиперболическое уравнение.} \quad (8)$$

Среди предложенных обоснован выбор безразмерного уравнения прессования логарифмического типа, которое в наибольшей степени удовлетворяет поставленным задачам исследования; определены основные количественные па-

раметры состояния уплотняемой порошковой среды: интенсивность уплотнения и критическое давление.

Таблица 2

Усреднённые значения достоверности аппроксимации кривых уплотнения порошковых материалов предложенными формами уравнений прессования

Материал порошка	Количество порошков	Форма уравнения прессования			
		Степ.	Лог.	Эксп.	Гип.
Мягкие металлы	5	88.3%	88.5%	85.2%	95.5%
Элементы	40	95.6%	95.2%	94.7%	87.5%
Двухкомпонентные смеси и сплавы	29	95.0%	94.4%	97.1%	83.1%
Оксидная керамика	6	99.3%	99.7%	97.1%	97.2%
Все порошки	80	95.6%	95.2%	95.8%	86.3%

В исследованиях использован подход прямого сопоставления и сравнения безразмерных характеристик уплотняемого порошкового тела, каждая из которых отражает роль (долю) своего процесса в его поведении. На основе указанного подхода разработана механистическая модель уплотнения порошкового тела в закрытом жёстком объёме: её **основная гипотеза** (влияния двух взаимозависимых процессов перераспределения/укладки структурных элементов порошкового тела и их необратимой деформации) и **положения** с учётом обоснованных допущений и ограничений. В простых математических соотношениях формализованы параметры состояния порошковой среды (относительные значения плотности, давления и их перепады по высоте) на различных этапах и стадиях процесса уплотнения – от состояния свободной насыпки до беспористого. В частности, получены зависимости между величинами перепадов относительной плотности ($\Delta\rho$) и давления (ΔP) в порошковом теле от его приведённой высоты L , коэффициентов гидростатичности ξ и пристенного трения f :

$$\frac{\Delta\rho}{L} = b \cdot \xi \cdot f = \text{const} \quad (9)$$

$$\Delta P = L \cdot P \cdot \xi \cdot f \quad (10)$$

На основе полученных соотношений дано количественное определение характерных точек кривой уплотнения, на которых происходит критическая смена состояния порошковой системы. Выработаны и обоснованы выраженные в математических соотношениях единые количественные критерии наступления и окончания этапов и стадий процессов прессования любых порошковых материалов (Рисунок 2).

В частности обнаружено, что начало контролируемого этапа прессования (Этап I), в течение которого процессы уплотнения охватывают весь объём порошкового тела и появляется возможность получения связанной прессовки, наступает при условии минимума перепада давления по высоте, равенства относительной плотности величине её перепада по высоте и значению коэффициента интенсивности уплотнения b . Анализ полученных соотношений показывает, что наступление контролируемого этапа прессования возможно только для

порошкового тела, приведённая высота L которого (равная отношению площадей его пассивной и активной поверхностей) не превышает обратной величины произведения его коэффициентов гидростатичности ξ и пристенного трения f .

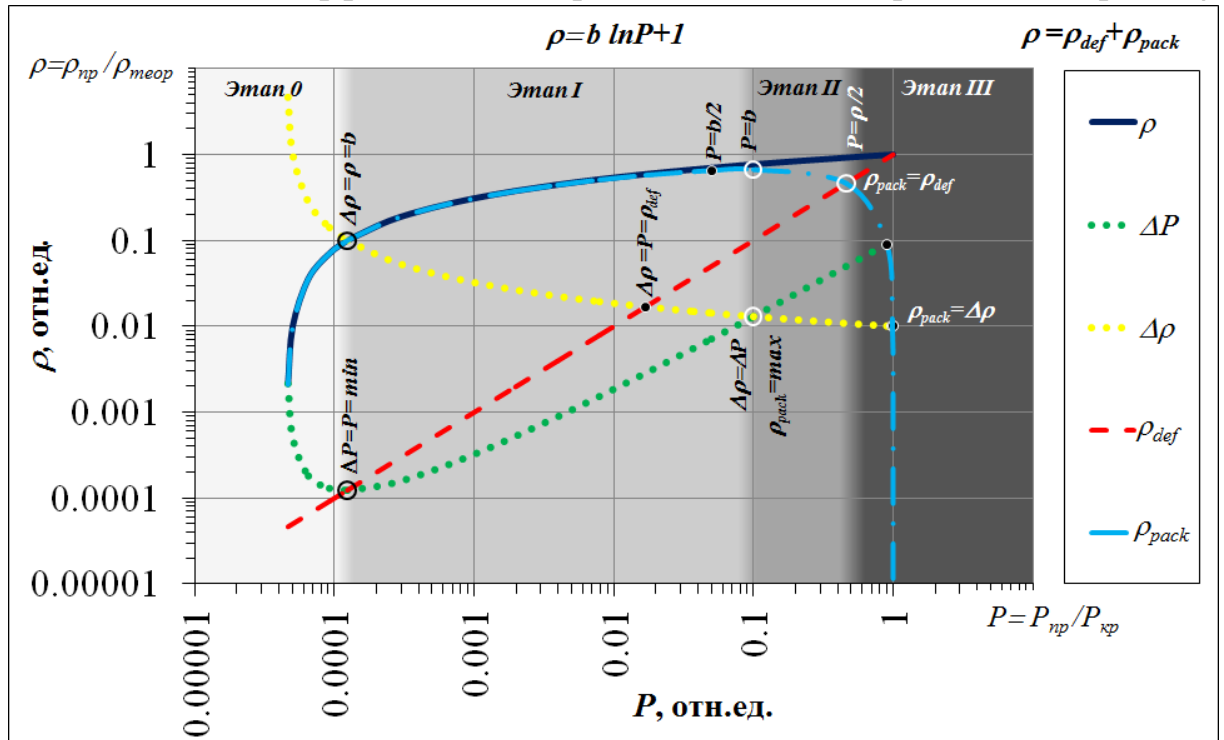


Рисунок 2. Графическое представление этапов и стадий процесса уплотнения порошков с характерными точками на зависимостях перепадов давления и плотности по представлениям механистической модели прессования (численное моделирование на примере материала с $b = 0,1$)

Для любых порошковых сред состояние максимума вклада ρ_{pack} процессов перераспределения и укладки частиц, которое характеризует начало второго этапа прессования (Этап II), достигается при относительном давлении прессования P , равном коэффициенту интенсивности уплотнения b , что соответствует относительной плотности не менее $(1 - 1/e \approx 0,632)$ и среднему координационному числу не менее 9.

Условие равенства вкладов за счёт обоих процессов (перераспределения/укладки частиц и их необратимой деформации) в общее уплотнение означает начало третьего этапа прессования (Этап III), который наступает при относительном давлении, равном половине величины относительной плотности порошкового тела, и в дальнейшем характеризует снижение до нуля вклада ρ_{pack} за счёт процесса перераспределения/укладки частиц и повышение до единицы вклада ρ_{def} за счёт процесса их необратимой деформации.

В четвёртой главе с использованием полученных математических соотношений и формализации этапов уплотнения созданной физической модели найдены аналитические выражения для определения количественных характеристик и параметров состояния порошковых сред при их уплотнении, их упругопластических свойств. Даны соотношения для определения коэффициентов Пуассона, бокового давления (гидростатичности), внутреннего трения и упру-

того последствия. На основе анализа зависимостей параметров межчастичных связей и контактных взаимодействий показано, что величина относительного давления прессования как отношение абсолютного давления прессования $P_{пр}$ к величине критического давления $P_{кр}$, при котором достигается беспористое состояние прессовки, равна коэффициенту связности Z порошкового тела (величине относительной площади межчастичных контактов).

$$Z = \exp\left(\frac{\rho - 1}{b}\right) = \frac{P_{пр}}{P_{кр}} \quad (11)$$

В координатах переменных логарифмического безразмерного уравнения прессования кривые уплотнения реальных порошковых систем показывают удовлетворительное соответствие предложенным модельным представлениям на различных этапах и стадиях процесса их уплотнения (Рисунок 3), что позволяет использовать механистическую модель для сравнительной классификации порошковых материалов и способов их прессования.

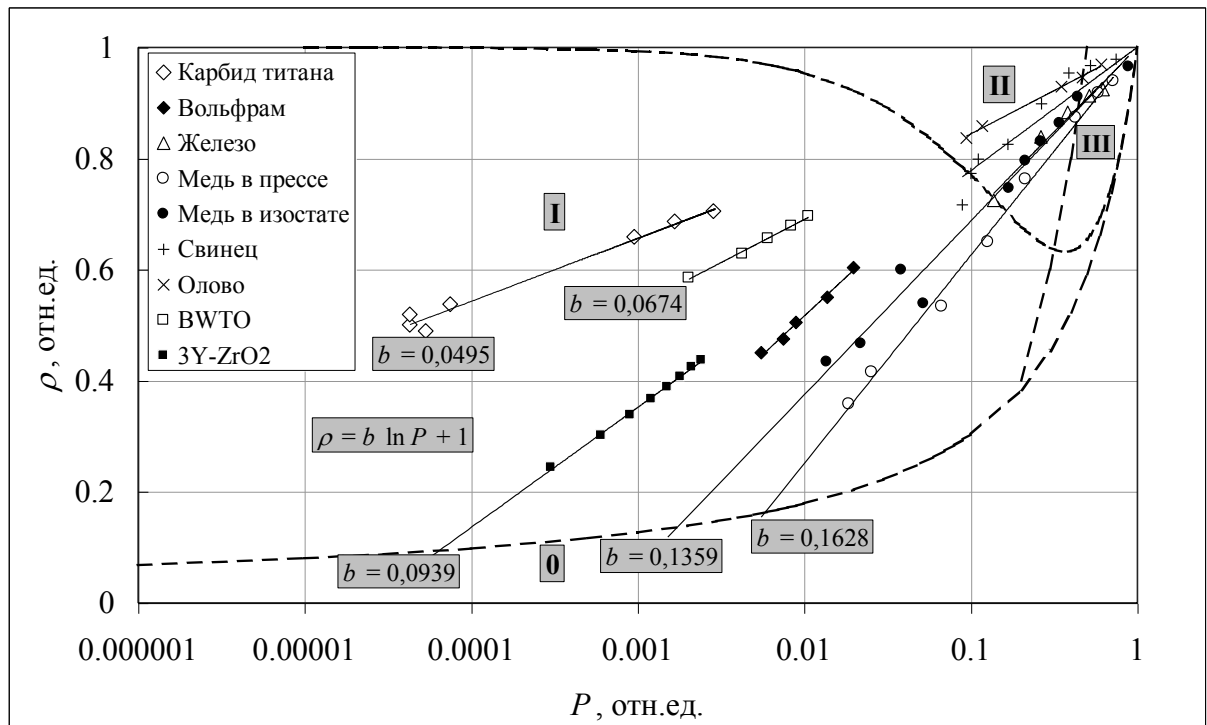


Рисунок 3. Модельное представление экспериментальных зависимостей относительной плотности различных порошков по этапам их уплотнения (0, I, II, III)

Определены и формализованы в математических соотношениях количественные критерии для сопоставления и классификации (стандартизации взамен ГОСТ 25280-90) любых порошковых сред по характеристикам их уплотняемости, прессуемости и формуемости, а также различных способов прессования порошковых сред и внешнего воздействия на этот процесс по эффективности их уплотнения. В частности, характеристика **уплотняемости** Y может быть напрямую сопоставлена величине интенсивности уплотнения b ; **прессуемость** Π , отражающая затраты усилия прессования, представлена как величина, обратная работе прессования; характеристика **формуемости** Φ представлена в за-

висимости от доли обратимого уплотнения ρ_{el} , относительной плотности порошкового тела ρ , достигнутой при заданном давлении, и коэффициента гидростатичности:

$$Y=b \tag{12}$$

$$\Pi = \frac{1}{P_{\text{кр}} \cdot b} \quad (13)$$

$$\Phi = \frac{\rho}{\rho_{\text{el}}} \cdot \xi \cdot P \quad (14)$$

Также обоснован и экспериментально подтверждён показатель B , как признак аномального поведения порошков в данных условиях прессования, когда процесс их уплотнения проходит без участия этапов I и/или II:

$$B = \ln P_{\text{кр}}^b \quad (15)$$

С использованием указанных характеристик уплотнения порошковых сред предложен метод их обобщённой классификации, графический вид которой (Рисунок 4) даёт исчерпывающее качественное и количественное представление о поведении порошковых материалов при уплотнении и позволяет объективно сопоставить их конкретные свойства.

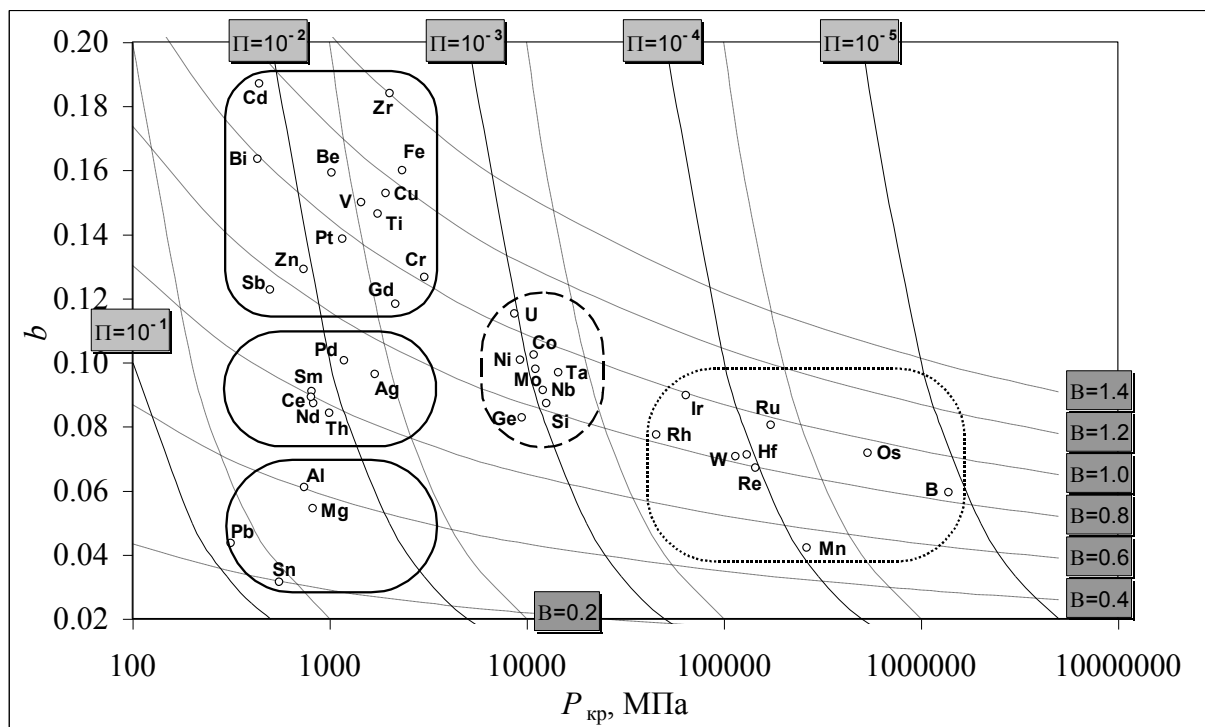


Рисунок 4. Характеристики уплотнения на примере групп прессуемости порошков различных химических элементов

Показано, что предложенная классификация может быть эффективно использована для количественной оценки влияния дополнительных свойств порошковых материалов одинакового состава, например, влияния их дисперсности или режимов внешнего воздействия при прессовании на характеристики уплотнения. Это открывает возможность оптимизации режимов, кинематических схем и других условий компактирования порошков, исследованных в диссертационной работе.

Все представленные в работе характеристики состояния и поведения порошкового тела при его уплотнении в конкретных условиях могут быть найдены на основе двух постоянных коэффициентов предложенного безразмерного логарифмического уравнения прессования, которые определяются экспериментально с использованием разработанной методики построения кривых уплотнения с последовательными разгрузками и выделением обратимой (упругой) и необратимой составляющих.

В пятой главе в рамках концепции В.Е. Перельмана предложены и обоснованы рациональные приёмы прессования порошковых сред. На основе построенной механистической модели уплотнения и найденных критериев эффективности проведена их оценка и сопоставление с результатами моделирования методами дискретных и конечных элементов, а также с результатами экспериментальных исследований состояния реальных порошковых компактов.

В частности, **методика оптимизации относительного содержания в смеси различных порошковых сред** с произвольным гранулометрическим составом показала свою эффективность в найденном на этапе построения модели межчастичного взаимодействия диапазоне плотности и координационного числа. В качестве примера применения предложенной методики с привлечением дискретно-элементного моделирования найдено оптимальное соотношение смеси двух реальных порошковых систем из микронного порошка ВК-100 с 10% плазмохимического порошка оксида алюминия, которое позволило получить значимый эффект повышения плотности до 68,4 % уже на стадиях прессования, а после спекания достигнуть плотности до 97,7 % от теоретической (Рисунок 5). При этом микротвёрдость изготовленных образцов достигает значений 17 ГПа, а трещиностойкость – 7,9 МПа·м^{1/2}.

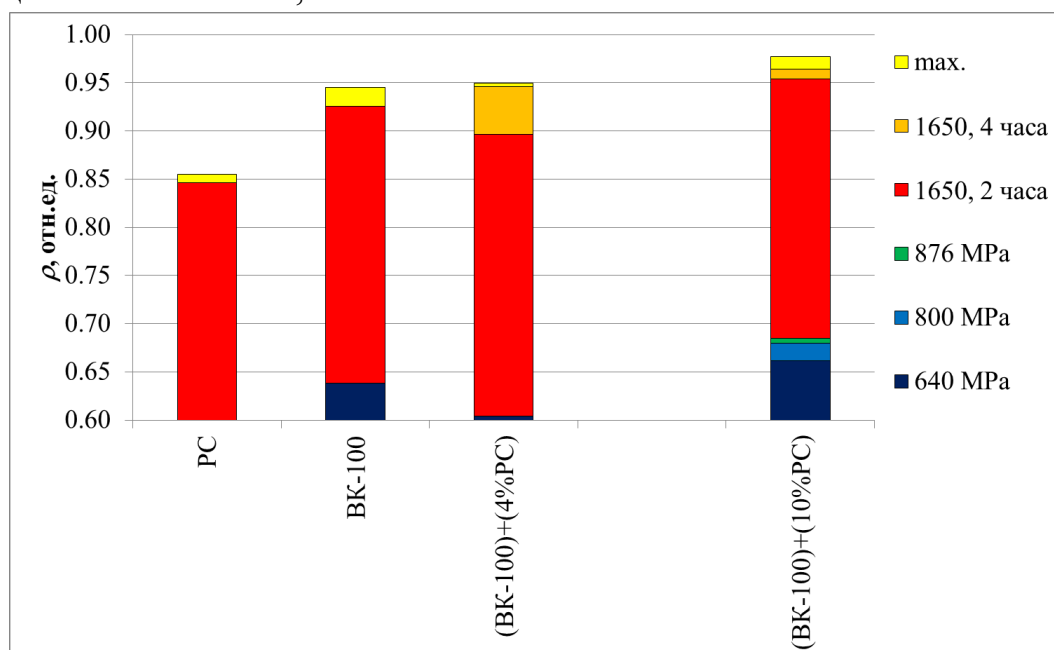


Рисунок 5 Эволюция прироста плотности в процессах консолидации порошков различной дисперсности и их смесей

Приведённые аналитические и модельные исследования нашли своё экспериментальное подтверждение, а также успешную практическую реализацию в производстве различных керамических изделий на основе смесей порошков Al_2O_3 в ХК ОАО «НЭВЗ-Союз» (г. Новосибирск).

Способ **уплотнения в конической полости** при оптимизации его параметров с использованием выработанных критериев эффективности позволяет в различных вариантах его использования по разработанным рекомендациям: получить равномерное распределение плотности по высоте порошкового тела, обеспечить щадящий режим извлечения прессовок, восстановить в процессе спекания требуемую форму изделия. Модельные и натурные эксперименты показали достоверность сделанных выводов и подтвердили эффективность разработанного способа (Рисунок 6).

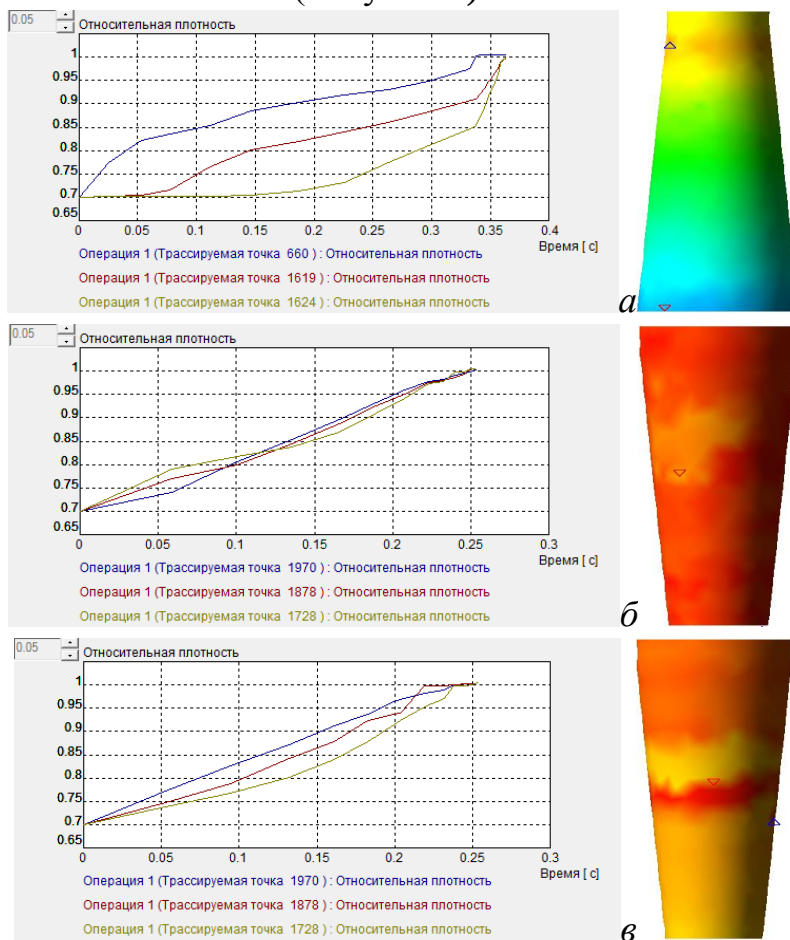


Рисунок 6. Рост локальных значений плотности в верхней, средней и нижней частях конечно-элементных модельных прессовок в конической полости с углом 6 градусов:

а – с положительным углом конусности и углом пристенного трения 6 градусов;

б – с отрицательным углом конусности и углом пристенного трения 6 градусов;

в – с отрицательным углом конусности и углом пристенного трения 10 градусов

Эффективность **способов ультразвукового и коллекторного прессования** порошковых материалов и их совместного применения была исследована с использованием выработанных критериев и соотношений механистической модели уплотнения. Были найдены условия, которые определяют режимы оптимального ультразвукового воздействия (амплитуда и частота колебаний) в процессе компактирования порошков в зависимости от давления и кинематической схемы прессования, соотношения размеров прессовки (высоты h и радиуса R) и ориентации колебаний относительно оси прессования.

Обоснованные условия эффективности УЗВ с различной ориентацией колебательного смещения относительно оси прессования представлены в следующем виде:

$$\begin{aligned} \frac{h}{R} &> \frac{1}{2 \cdot f} \quad , \text{ эффективны радиальные колебания;} \\ \frac{h}{R} &< \frac{1}{2 \cdot f} \quad , \text{ эффективны осевые колебания.} \end{aligned} \quad (16)$$

Оптимальное сочетание амплитуды A и частоты ζ УЗВ в процессе прессования задано соотношением на основе действующего давления прессования P_0 , модуля продольной упругости $E_{\text{ст}}$ и скорости звука $C_{\text{ст}}$ в материале прессовой оснастки, а также характеристик порошкового тела (высоты h , относительной плотности ρ , коэффициента гидростатичности ξ) и коэффициента интенсивности уплотнения b , действующих у условиях УЗ-прессования и без УЗВ:

$$A \cdot \zeta > \frac{1}{2} \cdot C_{\text{ст}} \cdot \frac{P_0}{E_{\text{ст}}} \cdot \left(\xi_{\text{уз}} - \xi \cdot \frac{h}{h_{\text{уз}}} \cdot \frac{b}{b_{\text{уз}}} \cdot \frac{\rho_{\text{уз}}}{\rho} \right) \quad (17)$$

Приведено аналитическое описание параметров порошкового тела, уплотняемого разработанным прямым и геликоидным (спиральным) вариантами коллекторного способа прессования. Перепад плотности $\Delta\rho$ при этой схеме деформации порошка может быть сведён к нулю при равенстве площадей встречно движущихся частей пассивной формообразующей поверхности, зависящих от величин частей Π' и Π'' общего периметра гидравлической площади S_0 , и соответствующих им коэффициентов трения f' и f'' :

$$\Delta\rho = b \cdot (\Pi' \cdot f' - \Pi'' \cdot f'') \cdot \xi \cdot \frac{h}{S_0} \quad (18),$$

Разработанные варианты способа коллекторного прессования позволяют получить прессовки любой группы сложности с высокой равномерностью распределения плотности по объёму за счёт перераспределения направления сил трения по поверхности прессуемого порошкового тела и формирования в его объёме развитых поверхностей скольжения.

Получены аналитические соотношения для оптимизации режимов совместного применения коллекторного и ультразвукового способов прессования. Проведены модельные и натурные эксперименты по сравнительному изучению комплекса характеристик длинномерных ($h/D > 1$) прессовок, уплотняемых одноосным односторонним (ООП), прямым коллекторным (КП), спиральным коллекторным (КПСТ) способами прессования, в том числе, с УЗВ (УЗ). Предложенные в рамках механистической модели критерии эффективности уплотнения показали хорошую согласованность с результатами конечно-элементного моделирования и позволяют выявить оптимальное сочетание рациональных приёмов уплотнения для достижения лучших результатов (Таблица 3).

Таблица 3

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

Способ		ООП	ООП+УЗ	КП	КП+ УЗ	КПСТ	КПСТ+УЗ
Характеристика							
Относительный перепад плотности по высоте, $(\Delta\rho/\Delta H)$	Экспер.	$1,91 \times 10^{-5}$	$1,26 \times 10^{-5}$	$7,28 \times 10^{-6}$	$5,61 \times 10^{-6}$	$3,80 \times 10^{-6}$	$2,43 \times 10^{-6}$
	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	Экспер.	0,00563	0,00511	0,00373	0,00277	0,00250	0,00181
	МКЭ	0,00495	0,00459	0,00441	0,00415	0,00357	0,00309
Относительная плотность	Экспер.	0,70	0,70	0,71	0,71	0,71	0,71
	МКЭ	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Критическое давление прессования, ГПа ($P_{кр}$)	Экспер.	1205,4	2165,6	2499,6	2019,3	3160,7	2277,8
Параметр интенсивности уплотнения, (b)	Экспер.	0,0528	0,0513	0,0487	0,0493	0,0465	0,0479
Конечная интенсивность уплотнения, 1/МПа	Экспер.	$4,30 \times 10^{-8}$	$2,37 \times 10^{-8}$	$1,95 \times 10^{-8}$	$2,44 \times 10^{-8}$	$1,47 \times 10^{-8}$	$2,10 \times 10^{-8}$
Стабилизирующее давление P_b , МПа	Экспер.	63645	111095	121730	99551	146973	109107
Показатель B	Экспер.	1,10	1,10	1,05	1,06	1,02	1,03
Группа прессуемости	Экспер.	6	6	6	6	6	6

Разработанные способы ультразвукового и коллекторного прессования, а также предложенные методики их аналитической оптимизации, были успешно реализованы в производстве керамических изделий в виде кольцевых изоляторов и гексагональных бронезащитных элементов на основе полидисперсных порошков Al_2O_3 в ХК ОАО «НЭВЗ-Союз» (г. Новосибирск).

Обоснован и разработан **изометрический способ** деформации и прессования необратимо уплотняемых порошковых сред, который позволяет получить в одной пресс-форме прессовки в форме параллелепипеда (тела, ограниченного тремя парами параллельных поверхностей) с произвольно заданным соотношением сторон (Рисунок 7) и максимально равномерным распределением напряжений и плотности по объёму порошкового тела за счёт формирования в различных точках его объёма системы главных напряжений (пространства Хэя-Вестергарда), направления осей которых максимально совпадают с тремя ортогональными осями приложения внешней нагрузки.

Проведено аналитическое и модельное сопоставление изометрического способа уплотнения порошковой среды с другими схемами прессования. В частности обосновано, что в изометрически уплотнённом порошковом теле кубической формы условие равноплотности выполняется с точностью до отклонений функции деформации от принятой в механистической модели прессования логарифмической зависимости.

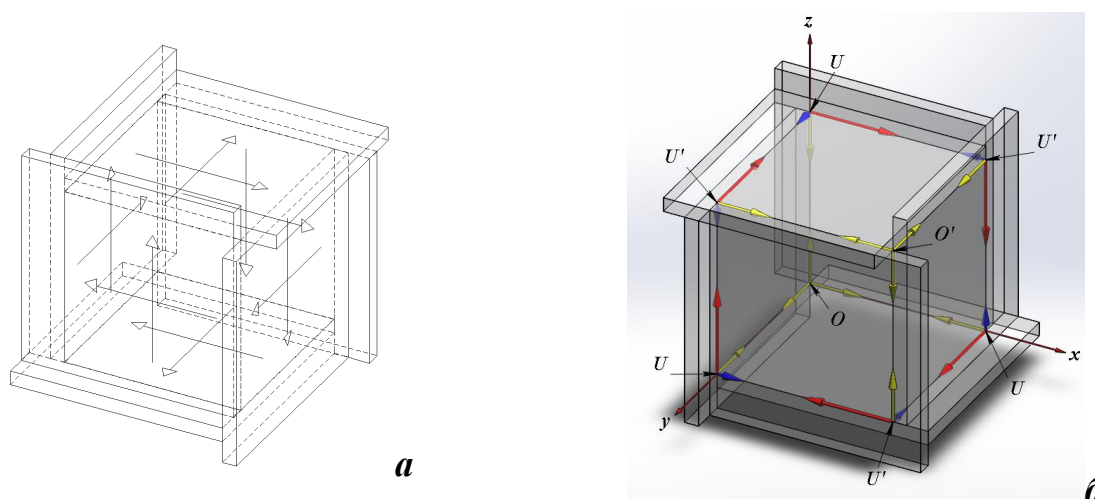


Рисунок 7. Расположение формообразующих элементов изометрической схемы прессования вокруг порошкового тела с распределением направлений сил трения по его поверхностям (а) и напряжений на его вершинах (б)

Показано, что выводы об особенностях напряжённо-деформированного состояния изометрически уплотняемого порошкового тела, сделанные на этапе его теоретического рассмотрения, нашли удовлетворительное подтверждение в имитационных экспериментах, выполненных на основе континуальных представлений о процессах деформации необратимо уплотняемых сред. В частности, область минимальных значений интенсивности напряжений, которые характеризуют приближение материала к состоянию всестороннего сжатия (и равномерного уплотнения), охватывает максимальный объём порошкового тела при его уплотнении по изометрической схеме (Рисунок 8).

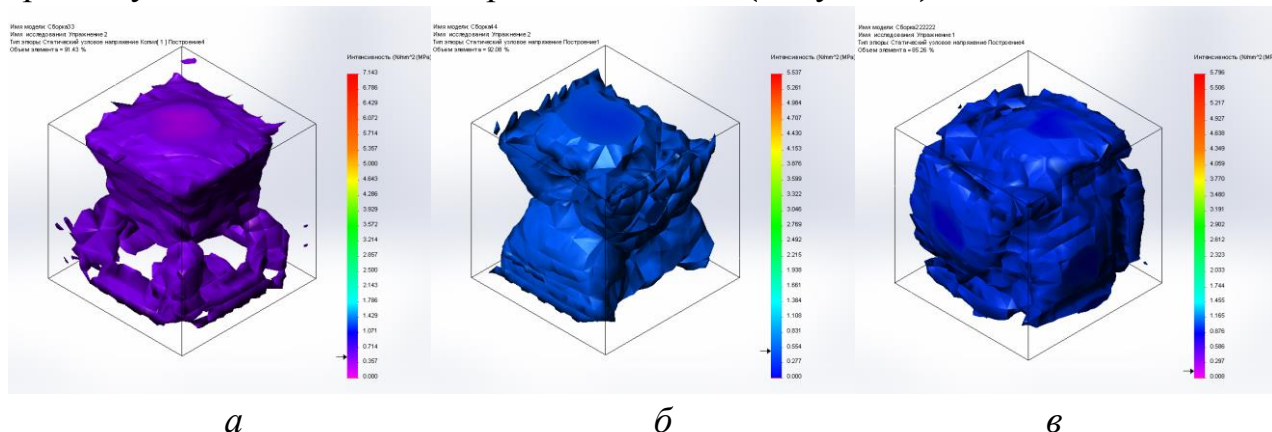


Рисунок 8. Эпюры интенсивности напряжений в пределах до 0,1% от внешнего давления для одноосной односторонней (а), коллекторной (б) и изометрической (в) схемы прессования порошкового тела в форме куба

На основе предложенной кинематической схемы перемещения формообразующих элементов разработаны варианты лабораторной и промышленной реализации изометрического способа прессования для получения в единой оснастке равномерноплотных изделий в форме параллелепипеда с произвольно заданным соотношением сторон.

В шестой главе приведены результаты экспериментальных исследований процессов консолидации порошковых сред различных керамических и метал-

лических составов, определения различных физических характеристик керамических материалов и изделий, изготовленных с применением разработанных рациональных приёмов уплотнения порошков. Основные эксперименты по изучению процессов уплотнения порошков различных составов и морфологии проведены с использованием разработанной лабораторной оснастки, совместно или по-отдельности реализующей способы прессования ООП, КП, КПСТ, УЗ (Рисунок 9).

Для изготовленных образцов изучены эффекты влияния условий деформации и внешнего воздействия на реологические свойства прессовок, морфологические, структурные, электрофизические и упругопластические характеристики, а также параметры пористости спечённой из них керамики.

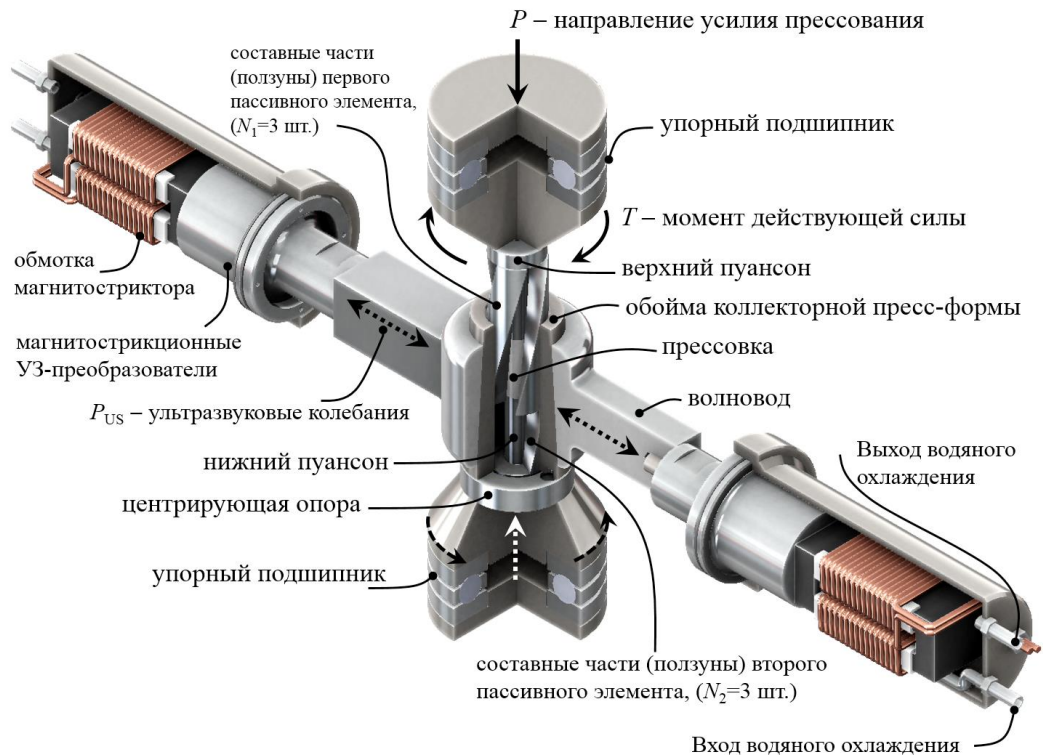


Рисунок 9. Общий вид универсальной лабораторной оснастки для одностороннего, коллекторного (прямого и спирального вариантов) и УЗ-прессования

Для длинномерных прессовок различных порошковых составов проведено сопоставление теоретических, модельных и экспериментальных результатов оценки перепада плотности по их высоте при уплотнении различными способами. В частности, для полидисперсного порошка оксида алюминия сравнение результатов, полученных на основе параметров прессования в рамках механистической модели, показывает хорошее совпадение с аналогичными данными, полученными прямым экспериментальным определением перепада плотности по объёму порошковых прессовок (Рисунок 10).

Показано, что физические и структурные характеристики спечённых материалов, зависимости которых от абсолютных значений режимов прессования зачастую носят достаточно сложный характер, имеют экстремальные зависимости от выявленных критериев эффективности процессов уплотнения порошковых сред.

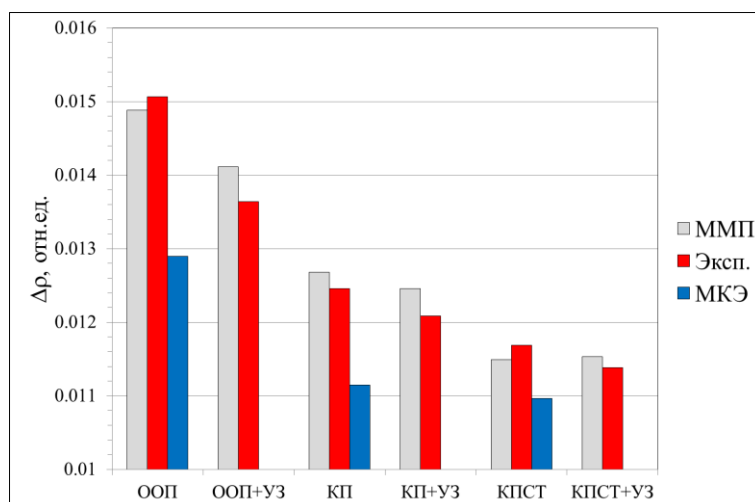


Рисунок 10. Результаты оценки перепада плотности по высоте длинномерной прессовки Al_2O_3 , полученные с использованием экспериментально определённых параметров прессования и соотношений механистической модели (ММП), прямых экспериментальных измерений (Эксп.) и моделированием методом конечных элементов (МКЭ) для различных способов прессования: ООП – одноосное одностороннее; КП – коллекторное; КПСТ – коллекторное спирального типа; УЗ - ультразвуковое

В частности, представление зависимости размера зерна керамики 3Y-ZrO_2 от абсолютного давления прессования (Рисунок 11 а) не поддаётся однозначной интерпретации. Однако анализ этой зависимости от величины относительного давления прессования (Рисунок 11 б) позволяет заключить, что различными сочетаниями условий и режимов уплотнения в прессовках этого материала может быть достигнуто такое состояние межчастичных контактов (коэффициент связности $Z \approx 0,0012$), которое приводит к спеканию керамики с минимальным размером зерна. При этом, повышение мощности УЗВ приводит к дополнительному ограничению роста зёрен (на 30 %) за счёт изменения реологических свойств порошкового тела и величины критического давления, от которого зависит относительное давление прессования и коэффициент связности Z .

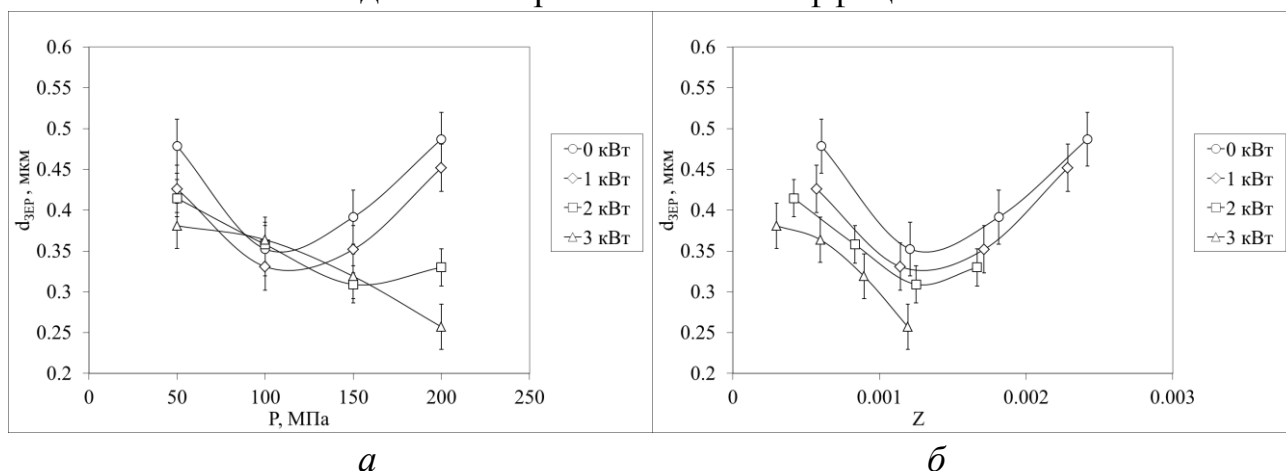


Рисунок 11. Средний размер зерна керамики 3Y-ZrO_2 в зависимости от абсолютного (а) и относительного (б) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

Похожие экстремумы зависимостей от коэффициента связности были обнаружены для средних размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) этой керамики. Показано, что мерой накопления нарушений когерентности кристаллической структуры за счёт сегрегации дислокаций на поверхности кристаллитов является отклонение величины произведения относительных микроискажений σ/E и средних размеров ОКР $d_{\text{ОКР}}$ от его среднестатистического значения для большого массива не возмущённых данных или (в рассматриваемом случае) от данных, полученных для образцов без УЗВ.

$$\frac{\sigma}{E} \cdot d_{\text{ОКР}} = \frac{\Delta d_{\text{ОКР}}}{d_{\text{ОКР}}} \cdot d_{\text{ОКР}} = \Delta d_{\text{ОКР}} \quad (19)$$

Эффект наблюдается на порошках, прессовках и спечённой керамике. Таким образом, оценка зависимости этой величины абсолютных искажений ОКР $\Delta d_{\text{ОКР}}$ для спечённой керамики от режимов компактирования отражает степень активационного или релаксационного влияния УЗ-колебаний на различных стадиях уплотнения порошка. Анализ указанной зависимости от абсолютной величины давления прессования показывает (Рисунок 12 а), что УЗВ приводит к значимым отклонениям $\Delta d_{\text{ОКР}}$ от величин для незвученных образцов. В координатах относительного давления прессования (Рисунок 12 б) указанная особенность дополняется выводом о том, что степень активационного влияния УЗВ на данный материал снижается с повышением коэффициента связности: при малых значениях коэффициента связности отклонение максимально для всех озвученных образцов.

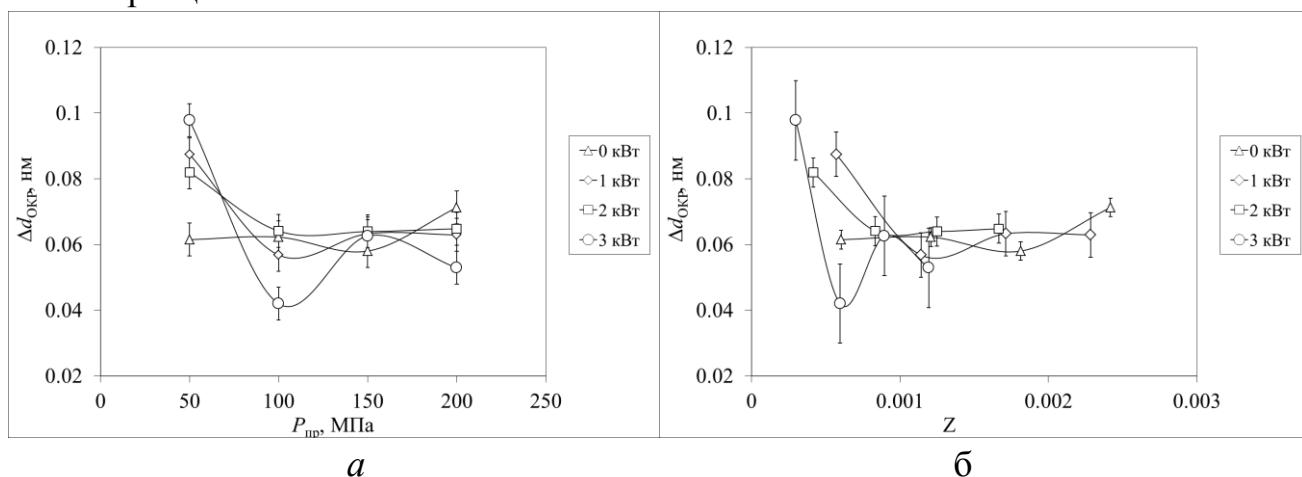


Рисунок 12. Зависимость искажений ОКР керамики 3Y-ZrO_2 от величин абсолютного (а) и относительного (б) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

Зависимости микротвёрдости (по Виккерсу) повторяют отмеченные выше тенденции влияния режимов и условий прессования (Рисунок 13 а), а также подтверждают наличие оптимального состояния прессовки перед спеканием для ограничения роста зёрен и обусловленного им повышения твёрдости на 20 % (Рисунок 13 б). Максимальные значения этой характеристики для различных уровней мощности УЗВ могут быть достигнуты при различных абсолют-

ных давлениях прессования, однако все эти максимумы расположены в одной области значений относительного давления прессования (коэффициента связности Z порошкового тела), совпадающей с аналогичными оптимумами для минимальных размеров зёрен и ОКР. Снижение размеров зёрен керамики при УЗ-прессовании порошков в областях низких давлений и малой связности частиц отражает активационный характер УЗВ.

Зависимости величины коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} от абсолютного давления прессования носят менее выраженный экстремальный характер (Рисунок 14 *а*), позволяют выявить общую тенденцию повышения трещиностойкости с увеличением мощности УЗВ, однако не дают представлений о причинах неоднозначного влияния колебаний при различных давлениях.

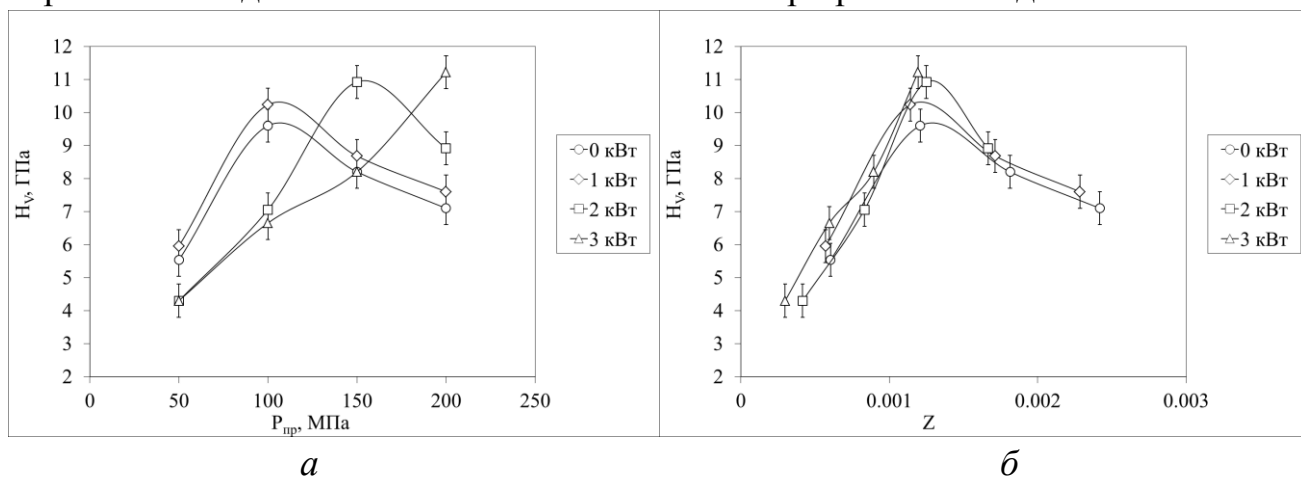


Рисунок 13. Микротвёрдость керамики 3Y-ZrO₂ в зависимости от абсолютного (*а*) и относительного (*б*) давления прессования при УЗВ различной мощности

В координатах относительного давления прессования кривые выстраивают общую тенденцию (Рисунок 14 *б*). При низких значениях относительного давления прессования, в которых H_v имеет минимальный уровень, величины K_{IC} повышаются с увеличением мощности УЗВ. При высоких значениях относительного давления K_{IC} показывает одинаковую для всех уровней мощности УЗВ тенденцию к снижению, выстроенную в единую линию.

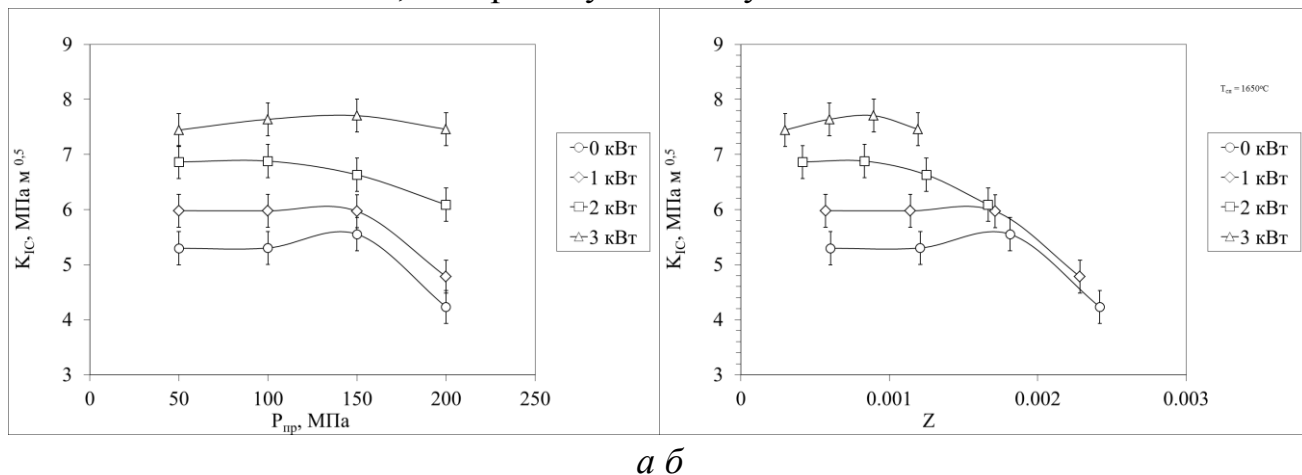


Рисунок 14. Зависимость коэффициента интенсивности напряжений керамики 3Y-ZrO₂ от абсолютного (*а*) и относительного (*б*) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

Таким образом, для получения материала на основе данного состава с оптимальным сочетанием твёрдости и трещиностойкости целесообразно при максимальной мощности УЗВ привести состояние межчастичных контактов к значению коэффициента связности (относительного давления прессования) около $Z \approx 0,001$. Поведение зависимостей прочности керамики при изгибе подтверждают наличие в указанной области оптимального значения Z (Рисунок 15).

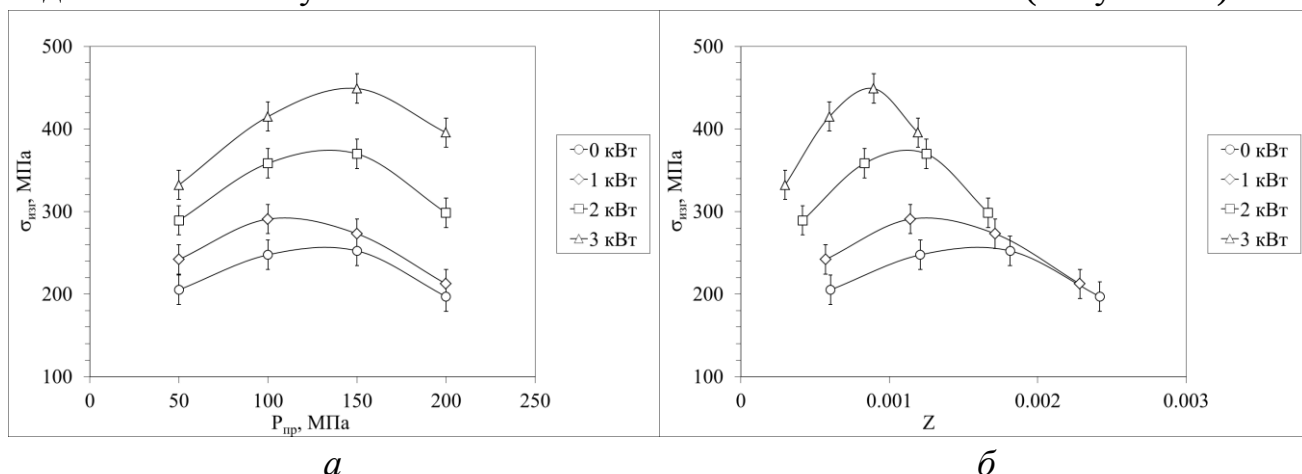


Рисунок 15. Зависимость предела прочности керамики $3Y-ZrO_2$ при изгибе от абсолютного (а) и относительного (б) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

Аналогичное упорядочивающее выстраивание зависимостей от величины относительного давления прессования и коэффициента связности прессовок, которое позволяет более обосновано делать выводы по оптимизации режимов прессования, показали металлические порошки, в частности, ультрадисперсный порошок меди (Рисунок 16), УЗ-прессование которого увеличивает коэффициент связности его частиц, что приводит к увеличению размеров ОКР и к повышению микротвёрдости.

Последнее обусловлено упруго-пластическим эффектом увеличения под действием УЗ-колебаний плотности дислокаций (наклёп). Наблюдается изменение хода зависимостей после наступления второго этапа прессования ($P = Z = b$), когда вклад процесса деформации частиц достигает уровня вклада их перераспределения/упаковки и начинает быстро увеличиваться, что приводит к резкому увеличению размеров ОКР наряду со стабилизацией значений микротвёрдости.

Результаты анализа параметров пористой структуры спечённой керамики на основе Al_2O_3 показали (Рисунок 17), что различные способы прессования при прочих равных условиях оказывают разное влияние на параметры остаточной пористости. Наиболее значимое влияние наблюдается для способа ООП при использовании УЗ-воздействия, которое позволило на 13 % снизить содержание пор. Применение спирального варианта коллекторного способа прессования показало снижение остаточной пористости более чем на полпроцента, что на фоне плотности более 98 % является значимым результатом.

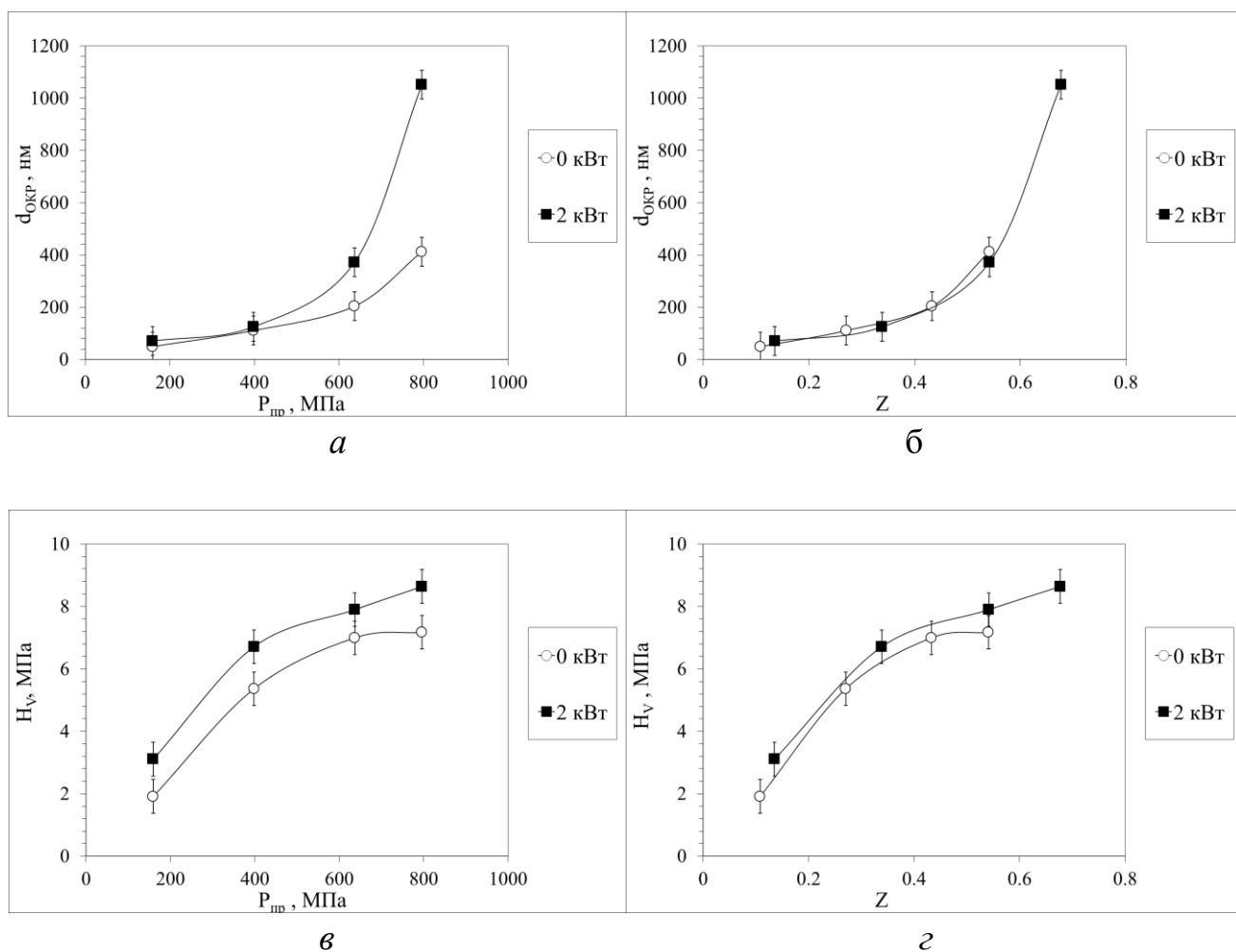


Рисунок 16. Зависимость размеров ОКР (*a*, *б*) и микротвёрдости (*в*, *г*) прессовок из порошка меди от величин абсолютного (*a*, *в*) и относительного (*б*, *г*) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

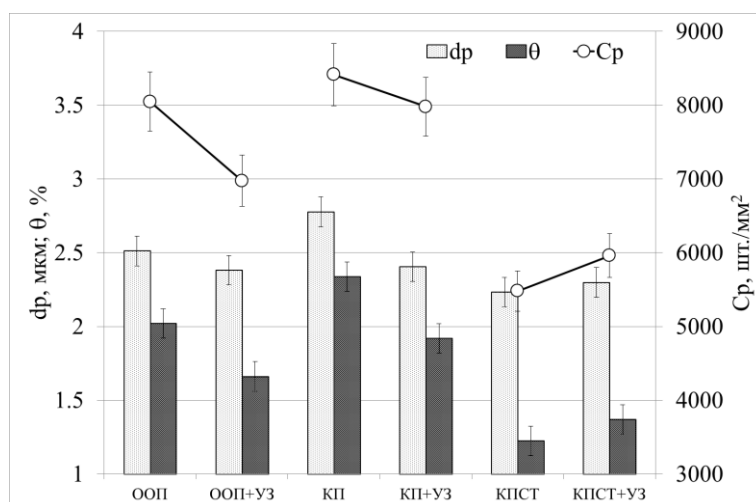


Рисунок 17. Параметры пористости керамики Al_2O_3 , изготовленной методами одноосного одностороннего (ООП), прямого коллекторного (КП) и спирального коллекторного (КПСТ) способов с применением ультразвукового (УЗ) воздействия: d_p – средний размер пор; θ – пористость; C_p – содержание пор

Соответствующие этим данным зависимости от величины коэффициента связности порошкового тела (Рисунок 18) показывают, что характер влияния схемы уплотнения на представленные параметры пористости для режимов с УЗВ и без него одинаков и отличается лишь масштабами. УЗВ позволяет снизить зависимость параметров пористости, особенно, величины среднего размера пор, от схемы деформации порошка.

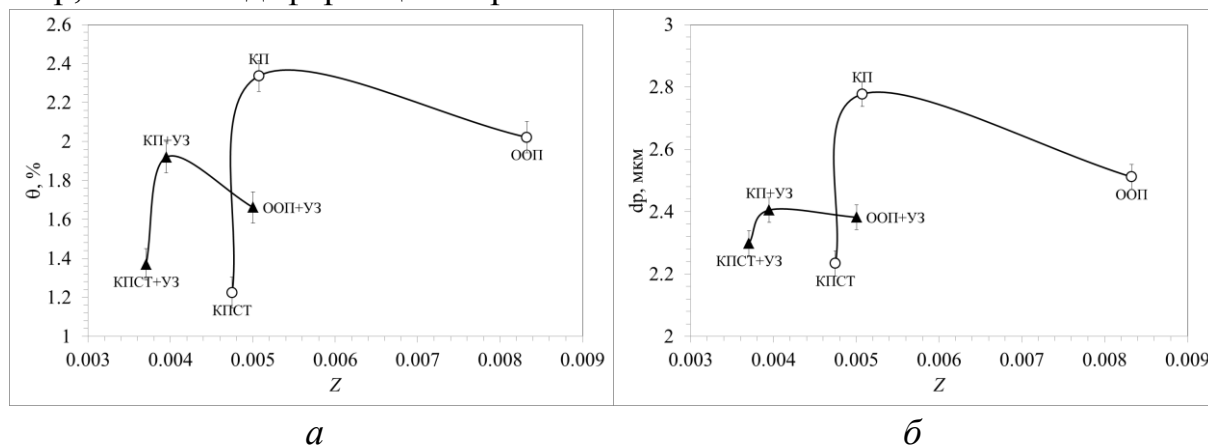


Рисунок 18. Пористость (а) и средний размер пор (б) в керамике Al_2O_3 , изготовленной методами ООП, прямого КП и КПСТ с применением УЗВ, в зависимости от величины относительного давления прессования

Увеличение остаточной пористости при переходе к КП можно компенсировать применением УЗВ или использованием вращательной компоненты деформации, которую реализует КПСТ. УЗВ при КПСТ приводит к увеличению пористости, поскольку снижение пристенного трения нивелирует эффекты дополнительного перераспределения материала по объёму прессовки за счёт разделения направлений действия сил трения и добавления вращательной составляющей деформации периферийных слоёв. Таким образом, повышение равномерности распределения плотности в порошковом теле, достигнутое при последовательном переходе к рациональным приёмам прессования, не всегда сопровождается эффектами снижения параметров пористости. Причины могут быть раскрыты при изучении зависимости параметров образцов от коэффициента b уравнений их прессования (Рисунок 19). Во всех случаях использования различных схем деформации совместное с ними УЗВ позволяет снизить или стабилизировать коэффициент b , а его увеличения не наблюдается. Поскольку при использовании коллекторных схем деформации фактического уменьшения коэффициента трения f не происходит, уменьшение b может быть обусловлено, только уменьшением коэффициента гидростатичности ξ , а наблюдаемые изменения параметров пористости керамики, изготовленной коллекторными способами, является следствием изменения только объёмных реологических свойств порошкового тела за счёт возникновения в нём развитых поверхностей скольжения и реализации сдвиговых деформаций.

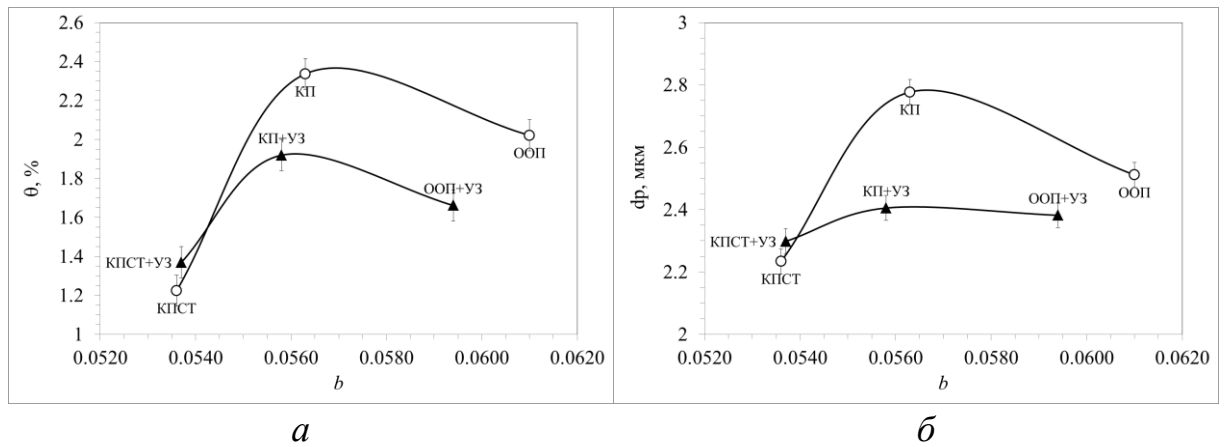


Рисунок 19. Пористость (а) и средний размер пор (б) в керамике Al_2O_3 , изготовленной методами ООП, прямого КП и КПСТ с применением УЗВ, в зависимости от интенсивности уплотнения

Аналогичные по характеру эффекты снижения концентрации и размеров пор в спечённой функциональной керамике зафиксированы при УЗ-прессовании порошков других составов: BST, BWTO, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, ЦТС-19, Dy_2O_3 , а также при консолидации озвученных образцов 3Y-ZrO_2 методом электронно-лучевого и вакуумного спекания, что указывает на действие единого механизма влияния УЗВ на межчастичное состояние порошковых прессовок и пористую структуру спечённой керамики.

Закономерности влияния условий и внешнего воздействия при прессовании порошков на упругопластические свойства спечённой из них керамики также можно выявить с использованием предложенных критериев b и Z эффективности уплотнения. В частности было показано, что изменение схемы деформации, приводящее к кардинальному изменению реологических свойств уплотняемого порошкового тела, не оказывает существенного влияния на модуль упругости спечённой из него керамики. Однако использование УЗВ приводит к существенному снижению упругости изготовленной из него керамики. Относительная доля работы упругой деформации при этом от УЗВ зависит слабо, однако снижается при дополнении коллекторной схемы вращательной составляющей. При одновременном увеличении модуля упругости это говорит о том, что снизилась суммарная работа деформации при вдавливании, т.е. такая керамика после спекания находится в напряжённом состоянии. Поскольку рассматриваемые схемы деформации отличаются развитостью поверхностей скольжения в прессуемом порошковом теле, можно сделать вывод о влиянии реологического состояния прессовки на её поведение при спекании и формирование напряжённой структуры из порошкового тела, которое претерпело более интенсивный сдвиг материала при компактировании.

Это предположение подтверждается анализом зависимостей пластических свойств керамики от величины относительного давления, которая, согласно механистической модели прессования, пропорциональна вкладу уплотнения за счёт необратимой деформации. Оставшаяся часть – уплотнение за счёт пере-

распределения и упаковки частиц – косвенно отражает меру сдвиговых деформаций. В координатах относительного давления зависимость микротвёрдости консолидированной керамики от режимов прессования порошка Al_2O_3 по всем рассматриваемым схемам выстраивается в единую линию (Рисунок 20 а) с явной тенденцией к повышению по мере уменьшения коэффициента связности, т.е. с увеличением доли сдвиговых деформаций при уплотнении, что повторяет обнаруженную для циркониевой керамики и металлических материалов взаимную корреляцию микротвёрдости, относительных микронапряжений кристаллитов и коэффициентов уравнения прессования. На связь пластических свойств керамики с напряжённым состоянием прессовок перед спеканием косвенно указывает зависимость параметра ползучести от ещё одной постоянной уравнения прессования исследуемых образцов – величины критического давления (Рисунок 20 б). Максимальную ползучесть при вдавливании показали образцы с наибольшей величиной критического давления, изготовленные условиях, обнаруживших при уплотнении наибольшее сопротивление уплотнению порошкового тела.

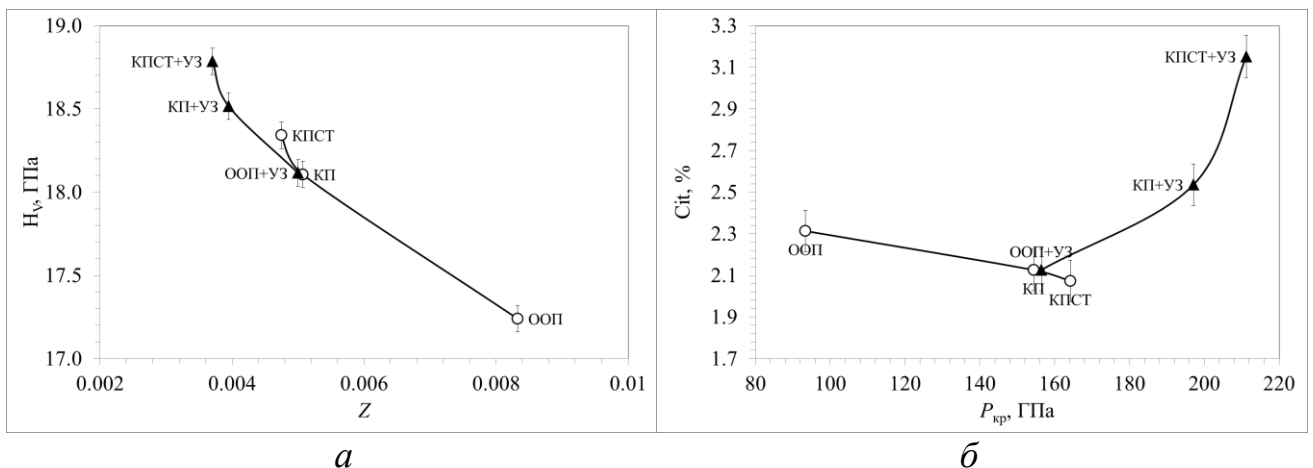


Рисунок 20. Зависимости микротвёрдости (а) и ползучести (б) при вдавливании наконечника в поверхность керамики, изготовленной из порошка Al_2O_3 различными методами прессования.

Исследование эффектов влияния условий прессования на электрофизические характеристики образцов Al_2O_3 показали, что их однозначной корреляции с плотностью озвученной керамики не наблюдается, а для образца, полученного без УЗВ, её нет. Более того, высокие значения диэлектрических потерь и низкое удельное сопротивление могут быть у керамики с широким разбросом остаточной пористости.

Анализ характеристик с привлечением предложенных параметров качества и состояния прессовки перед спеканием позволяет получить данные для оптимизации процесса УЗ-прессования. В частности, в координатах относительной плотности прессовок ВВТО перед спеканием кривые тангенса угла диэлектрических потерь для всех образцов выстраиваются в единую зависимость с минимальным значением потерь при минимальной плотности прессовки. Зависимость потерь от величины относительного давления прессования также обна-

ружила снижение при уменьшении коэффициента связности порошкового тела. Уменьшить диэлектрические потери при минимальном снижении сопротивления можно для образцов, изготовленных под УЗВ максимальной мощностью с минимальной плотностью перед спеканием. При существенно отличающемся характере влияния аналогичные выводы о связи электрофизических характеристик с состоянием порошкового тела перед спеканием следуют из анализа свойств керамик других различных составов (Рисунок 21).

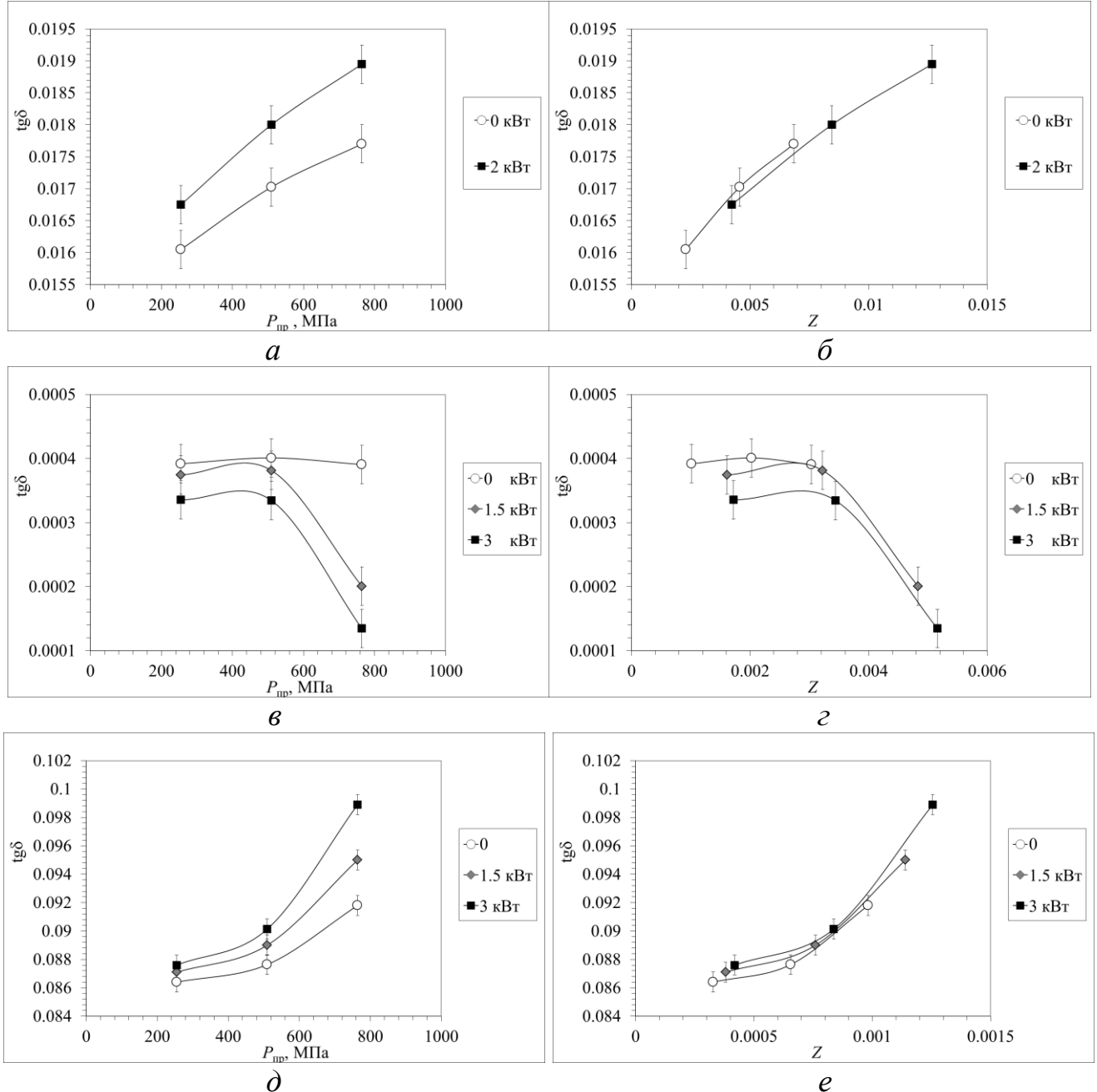


Рисунок 21. Зависимости тангенса угла диэлектрических потерь керамики составов 3Y-ZrO₂ (*a*, *б*), Al₂O₃ (*в*, *г*) и BST (*д*, *е*) от величин абсолютного (*a*, *в*, *д*) и относительного (*б*, *г*, *е*) давления прессования при различных уровнях мощности УЗВ

Для керамики на основе Al₂O₃ также обнаружено влияние различных схем прессования в сочетании с УЗВ на электрофизические характеристики. Частотная зависимость тангенса угла диэлектрических потерь, сохраняя экстремаль-

ный характер с релаксационными максимумами, при УЗВ существенно смещается по частоте, а при изменении схемы деформации – по величине потерь (Рисунок 22 *а, б*). При этом максимальное влияние УЗВ наблюдается для ООП, а минимальные изменения зафиксированы для КПСТ. Подобным образом ведут себя зависимости относительной диэлектрической проницаемости (Рисунок 22 *в, г*). Максимальное изменение этого параметра фиксируется после УЗВ в процессе прессования по схеме ООП, однако при коллекторных схемах деформации УЗ-колебания не имеют существенного влияния на материал порошкового тела. Указанное обстоятельство, наряду с предыдущими выводами, подтверждает предположение о характере влияния УЗ на свойства спечённой керамики, обусловленном акустопластическими эффектами воздействия на материал порошка.

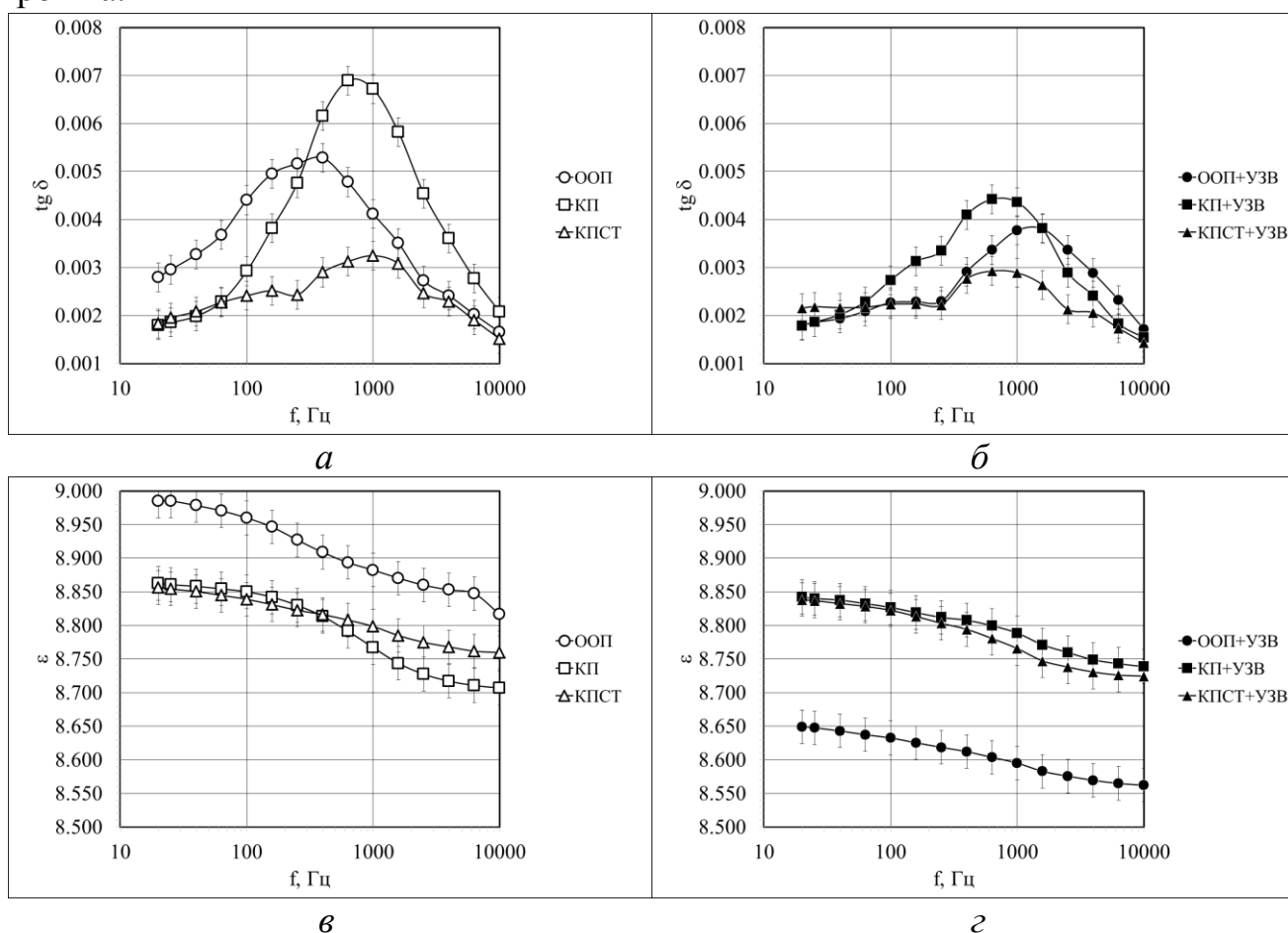


Рисунок 22. Частотные зависимости тангенса угла диэлектрических потерь (*а, б*) и относительной диэлектрической проницаемости (*в, г*) керамики состава Al_2O_3 , изготовленной различными способами прессования

Таким образом, экспериментально обнаружена устойчивая корреляция между количественными характеристиками уплотняемой порошковой среды (интенсивность уплотнения, критическое давление, коэффициент связности) и физическими характеристиками спечённой керамики. Анализ комплекса полученных экспериментальных данных также показал, что влияние УЗВ на порошковые материалы различных составов сводится к активационному и релаксационному проявлению известного акустопластического эффекта. На начальных

стадиях уплотнения порошкового материала, когда имеется возможность перемещения и взаимодействия частиц друг с другом, УЗВ приводит к накоплению (повышению концентрации) дислокаций на поверхности кристаллитов и увеличению микронапряжений (активационное влияние). Накопление искажений кристаллической решётки под действием УЗ-колебаний на поверхностях частиц приводит к ограничению коалесценции зёрен керамики при спекании. На последующих стадиях уплотнения, при которых связность порошкового тела возрастает, условия распространения УЗ-колебаний в объём порошкового тела улучшаются, а в механизме его влияния начинают возрастать процессы увеличения подвижности и стока накопленных дислокаций, что приводит к снижению и стабилизации микронапряжений (релаксационное влияние).

В заключении сформулированы основные результаты и выводы диссертационной работы, обобщены пути и методы их достижения.

Основные выводы

1. Предложенные безразмерные формы уравнений прессования четырёх типов с высокой достоверностью аппроксимации (не менее 95,5 %) описывают процессы уплотнения различных порошковых систем, состоящих из частиц с различной твёрдостью: от порошков пластичных металлов до порошков тугоплавких и твёрдых элементов и оксидных соединений различного состава и назначения. Безразмерное уравнение логарифмического типа является наиболее приемлемой для аналитических преобразований и практического использования формой уравнения прессования, коэффициенты которого имеют ясный физический смысл и могут быть использованы для оценки текущего состояния порошковой среды, количественной классификации и стандартизации порошковых материалов по характеристикам их прессования (уплотняемости, прессуемости, формуемости порошков), а также для количественной оценки эффективности способов прессования на различных его этапах. При этом для изученных порошковых материалов и способов их прессования величина интенсивности уплотнения (уплотняемость порошков) находится в диапазоне от 0,02 до 0,19, а прессуемость изменяется от 1-й до 6-й степени сложности.

2. Установленная зависимость между перепадом плотности, геометрическими параметрами уплотняемого порошкового тела и критериями эффективности процесса его уплотнения позволяет контролировать равномерность распределения плотности по объёму порошковой системы условиями внешнего воздействия и направлением действия сил пристенного трения. Максимально возможный перепад относительной плотности в порошковой среде численно не может превышать величину интенсивности её уплотнения, а получение связного порошкового тела возможно только при величине отношения площадей его активной и пассивной поверхности не менее величины произведения его коэффициентов гидростатичности и пристенного трения.

3. Физическая модель уплотнения порошковых сред в закрытом объёме, разработанная на основе формализации процесса уплотнения за счёт перерас-

пределения/упаковки частиц и их необратимой деформации, совместно с выработанными критериями эффективности процесса уплотнения порошковых систем (интенсивность уплотнения, коэффициент связности, критическое давление и др.) позволяет однозначно определить его этапы и стадии, найти оптимальные для достижения требуемого сочетания свойств прессовок режимы прессования и внешнего воздействия. При этом для любых порошковых сред состояние максимума вклада процесса перераспределения и укладки частиц может быть достигнуто при относительной плотности не менее $(1 - 1/e \approx 0,632)$ и среднем координационном числе не менее 9.

4. Способ оптимизации содержания в смеси порошков с различным гранулометрическим составом позволяет повысить плотность упаковки частиц, и плотность спечённой из этой смеси керамики. В частности, показано, что для смеси полидисперсных частиц порошковых систем существует диапазон значений относительной плотности $\rho \approx (0,56 \div 0,77)$ и координационного числа $N_c \approx (6,74 \div 12,88)$, в котором монотонная взаимная зависимость этих параметров упаковки при уплотнении сохраняется при любом соотношении размеров частиц и позволяет найти оптимальное для высокой плотности упаковки соотношение компонентов смеси. В указанном диапазоне для полидисперсных порошков на основе Al_2O_3 получена оптимальная смесь, эволюция уплотнения которой при прессовании и последующем спекании показала лучшие результаты среди других исследованных смесей.

5. Способ уплотнения в конической полости при оптимизации его параметров (угла и знака конусности при заданной конечной высоте порошкового тела), с использованием выработанных критериев эффективности позволяет в различных вариантах его использования по разработанным рекомендациям: получить равномерное распределение плотности по высоте порошкового тела или обеспечить щадящий режим извлечения прессовок и восстановление требуемой формы изделия в процессе спекания одновременно (за счёт задаваемого условиями прессования перепада плотности по высоте). При достижении условиями прессования коэффициента гидростатичности, равного 0,5, для любых порошковых материалов равномерность их уплотнения в конической полости обеспечивается при равенстве угла конусности углу пристенного трения.

6. Способ ультразвукового прессования позволяет повысить равномерность распределения плотности по объёму прессовки за счёт снижения сил пристенного трения. Выработанные критерии эффективности процесса уплотнения порошковых систем позволяют получить выражение, которое определяет режимы оптимального ультразвукового воздействия (амплитуда и частота колебаний) в процессе компактирования порошков в зависимости от давления и кинематической схемы прессования, соотношения размеров прессовки и ориентации колебаний относительно оси прессования. В частности, применение УЗВ при прессовании полидисперсного порошка на основе Al_2O_3 позволяет снизить пористость в полтора раза, размер пор на 10 %, их содержание на 13 %.

7. Разработанные варианты способа коллекторного прессования позволяют получить прессовки любой группы сложности с высокой равномерностью распределения плотности по объёму за счёт перераспределения направления сил трения по поверхности прессуемого порошкового тела и формирования в объёме уплотняемого порошкового тела развитых поверхностей скольжения. Применение коллекторных схем прессования полидисперсного порошка на основе Al_2O_3 позволяет снизить пористость на 40 %, размер пор на 12 %, их содержание на 30 %. Способ коллекторного прессования целесообразно использовать совместно с ультразвуковым воздействием, что позволяет снизить силы трения между формообразующими поверхностями элементов коллекторной пресс-формы.

8. Способ изометрической (трёхосной) деформации в замкнутом кубическом объёме, ограниченном жёсткими стенками, позволяет сформировать в различных точках уплотняемой порошковой среды систему главных напряжений (пространства Хэя-Вестергарда), направления осей которых максимально совпадают с тремя ортогональными осями приложения внешней нагрузки. Способ изометрического прессования позволяет с использованием обычных одноосных прессов и без замены прессовой оснастки (в едином устройстве) изготовить равномерно плотное изделие в форме параллелепипеда с любым произвольно заданным соотношением сторон. Коллекторные и изометрический способы прессования сочетаются с любым типом стандартного прессового оборудования и допускают использование внешнего воздействия (термическое, вибрационное, ультразвуковое, импульсное, динамическое и т.п.).

9. Разработанные способы подбора оптимального состава порошковых смесей, а также ультразвукового и коллекторного прессования, показали практическую реализуемость и были внедрены в технологические линии серийного изготовления кольцевых керамических изоляторов и бронеэлементов на предприятии ХК ОАО «НЭВЗ-Союз» (г. Новосибирск).

10. Обнаружены устойчивые экстремальные зависимости физических и структурных характеристик спечённой керамики от найденных на основе физической модели прессования критериев эффективности уплотнения и параметров межчастичного состояния прессовок, из которых она была изготовлена. С применением разработанных рациональных приёмов прессования может быть достигнуто оптимальное состояние межчастичных контактов уплотняемых порошков, которое приводит к спеканию материала с предсказуемыми физическими характеристиками. Также установлено, что ультразвуковое воздействие в процессе уплотнения порошковых сред носит активационный и релаксационный характер, степень преобладания которого в процессе уплотнения порошков определяется коэффициентом связности частиц, и через состояние дислокационной структуры их поверхности оказывает влияние на физические характеристики спечённой керамики. В процессе прессования плазмохимического НП диоксида циркония смена преобладания механизмов влияния УЗВ мощностью

3 кВт наступает при коэффициенте связности около 0,001 и характеризуется ограничением роста зёрен на 30 %, повышением микротвёрдости спечённой керамики на 20 % относительно образцов, не подвергнутых УЗВ.

Основные результаты работы представлены в следующих публикациях

Статьи в центральной печати

1. Ультразвуковое компактирование циркониевой керамики из ультрадисперсных порошков / Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С. [и др.] // Стекло и керамика. – 1995. – № 7. – С.15-18.
2. Тонкодисперсные порошки стабилизированного диоксида циркония с чешуйчатой формой частиц / Дедов Н.В., Дорда Ф.А., Голощапов Р.Г., Двилис Э.С. [и др.] // Стекло и керамика. – 1995. – № 12. – С.12-14с.
3. Особенности ультрадисперсной технологии изготовления высокотемпературной сверхпроводящей керамики / Похолков Ю.П., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Иванов Г.Ф. // Электротехника. – 1996. – № 11. – С.21-25.
4. Механизмы ультразвукового прессования керамических нанопорошков / Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Похолков Ю.П., Соколов В.М. // Перспективные материалы (Journal of Advanced Materials). – 1999. – № 3. – С.88 – 94.
5. Ультразвуковая обработка наноструктурных порошков для изготовления циркониевой технической керамики / Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М., Двилис Э.С. [и др.] // Перспективные материалы (Journal of Advanced Materials). – 2000. – № 1. – С.50 – 55.
6. Ультразвуковая технология изготовления конструкционной и функциональной нанокерамики / Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Похолков Ю.П. // Физика и химия обработки материалов. – 2001. – №.5. – С.24-30.
7. Khasanov O.L., Dvilis E. S., Sokolov V. M. Plotting of Compaction Curves of Ceramic Powders on the Basis of One-parameter Pressing Equations // Refractories and Industrial Ceramics. – 2001. – V.42.– №1. – P. 37-40.
8. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Соколов В.М. Построение кривых уплотнения керамических порошков на основе однопараметрического уравнения прессования // Огнеупоры и техническая керамика. – 2001. – № 1. – С. 40 – 44.
9. Ультразвуковая технология изготовления конструкционной и функциональной нанокерамики / Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Похолков Ю.П. // Перспективные материалы. – 2002. – №1. – С.76 – 83.
10. Mechanisms of Ultrasonic Pressing of Ceramic Nanopowders / Khasanov O.L., Dvilis E.S., Pokholkov Yu.P., Sokolov V.M. // Journal of Advanced Materials. – 2001.- V.5. -No.3. –P. 69 - 75.
11. Изготовление изделий из функциональной нанокерамики методами сухого ультразвукового и коллекторного компактирования / Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Двилис Э.С., Соколов В.М. // Нанотехника. – 2004, – №1. – С.54 – 57.

12. Ceramic Powders Dry Compaction under Powerful Ultrasound Action / Khasanov O.L., **Dvilis E.S.**, Sokolov V.M., Pokholkov Yu.P. // Key Engineering Materials. – 2004. – Vol.264-268. – P.73-76.
13. A Compaction Method to Make Uniformly Dense Ceramic Bodies of Complex Shape (статья) / Khasanov O.L., **Dvilis E.S.**, Sokolov V.M., Pokholkov Yu.P. // Key Engineering Materials. – 2004. – V. 264-268. – P.241 – 244.
14. Investigation of Inhomogeneous Zirconia Nanoparticles / Madison A.E., Lee Y.J., Khasanov O.L., **Dvilis E.S.**, Smolin Yu.I. // Key Engineering Materials.- 2004. –V. 264-268.- P. 431 – 434.
15. Investigation of Structural Hierarchy of Nanoceramics Compacted by Dry Pressing under Powerful Ultrasound Action / Khasanov O.L., Karban O.V., **Dvilis E.S.** // Key Engineering Materials. – 2004. – Vol. 264-268. – P. 2327 – 2330.
16. Khasanov O.L., **Dvilis E.S.** The Deviation Coefficient of Crystalline Nanoceramics Structure from Thermodynamically Equilibrium State // Key Engineering Materials. – 2004. – V. 264-268. – P. 2367 – 2372.
17. Khasanov O.L., **E.S. Dvilis**, V.M. Sokolov. Compressibility of the structural and functional ceramic nanopowders // Journal of the European Ceramic Society. – 2007. – V.27. – № 2-3. – P.749-752.
18. Исследование закономерностей прессования нанокристаллических порошков ZrO_2 под ультразвуковым воздействием / Попов В.В., Петрунин В.Ф., Хасанов О.Л., Чжу Х., **Двилис Э.С.** // Огнеупоры и техническая керамика. – 2007. – №11. – С.17 – 23.
19. Вакуумное спекание керамики из нанопорошков оксида циркония / Э.Н. Мармер, Ю.М. Балаклиенко, С.А. Новожилов, Хасанов О.Л., **Э.С. Двилис** // Альтернативная энергетика и экология. – №6. – 2007. – С. 41-43.
20. Khasanov O.L.,**Dvilis E.S.** Net-shaping nanopowders with powerful ultrasonic action and methods of the density distribution control // Advances in Applied Ceramics. – 2008. – Vol.107. – No.3. – P.135-141.
21. Оптическая $Nd^{3+}Y_2O_3$ керамика из нанопорошков, спрессованных статическим давлением с ультразвуковым воздействием / Осипов В. В., Хасанов О.Л., Шитов В.А., **Двилис Э.С.** [и др.] // Российские нанотехнологии. – 2008. Т.3. – №7-8. – С.98-104.
22. Optical $Nd^{3+}Y_2O_3$ Ceramics of Nanopowders Compacted by Static Pressure Using the Ultrasonic Method / Osipov V.V., Khasanov O.L., **Dvilis E.S.** [et al.] // Nanotechnologies in Russia. – 2008. – Vol. 3. – Nos. 7–8. – P.474–480.
23. Проблемы компактирования нанопорошков для получения высокоплотных, высокопрозрачных оксидных керамик / Копылов Ю.Л., Кравченко В.Б., **Двилис Э.С.** [и др.] // Нанотехника. – 2008. – №2(14). – С.3-9.
24. Структура и состав интерфейсных областей керамик Ва-W-Ti-O / Карбань О.В., Хасанов О.Л., **Двилис Э.С.** [и др.] // Химическая физика и мезоскопия. – 2010. – т.12. – № 1. – С.102-111.

25. Nanoscaled grain boundaries and pores, microstructure and mechanical properties of translucent $\text{Yb:}[\text{Lu}_x\text{Y}_{(1-x)}\text{O}_3]$ ceramics / V. Osipov, O. Khasanov, **E. Dvilis**, A. Kachaev, A. Khasanov, V. Shitov // Journal of Alloys and Compounds. – 2011. – V.509. – S338–S342.
26. Оже-спектроскопия механоактивированных порошков диборида циркония / Шулепов И.А., Полисадова В.В., Качаев А.А., **Двилис Э.С.**, Бикбаева З.Г. // Известия Томского политехнического университета. – 2011. – Т. 318. – № 2. – С. 131-136.
27. Модельная оптимизация процессов уплотнения порошковых материалов в коллекторной пресс-форме спирального типа / **Двилис Э.С.**, Хасанов О.Л., Соколов В.М., Чартпук П. // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т.55. – №5/2. – С.263–269.
28. Определение оптимальных режимов изготовления высокоплотной керамики из порошка карбида бора методом спекания в плазме искрового разряда / Хасанов О.Л., **Двилис Э.С.** [и др.] // Известия Томского политехнического университета. – 2012. – Т. 320. – №. 2. – С.58-62.
29. Влияние ультрадисперсной фракции порошка карбида бора на прочностные свойства керамики, изготовленной методом SPS / Хасанов О.Л., **Двилис Э.С.** [и др.] // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т.55. – №5/2. – С. 270–275.
30. Откольное разрушение поверхности керамик при индентировании / Струц В.К., **Двилис Э.С.** [и др.] // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т.55. – №5/2. – С. 276–282.
31. Optical and mechanical properties of transparent polycrystalline MgAl_2O_4 spinel depending on SPS conditions / O. Khasanov, **E. Dvilis** [et al.] // Physica Status Solidi. – 2013. – V.10. – No.6. – P.918–920.
32. Структура поверхности алюмооксидной керамики при облучении импульсным электронным пучком / Бурдовицин В.А., **Двилис Э.С.** [и др.] // Журнал технической физики. – 2013. – Т. 83. – Вып. 1. – С. 117–120.
33. Характер разрушения поверхности керамики B_4C при локальном нагружении / Хасанов О.Л., **Двилис Э.С.** [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – №2. – С.41-47.
34. Аналитическая и модельная оптимизация кинематических схем равномерноплотного прессования порошковых материалов / **Э.С. Двилис**, П. Чартпук [и др.] // Известия Томского политехнического университета. – 2013. – Т. 323. – № 2. – С.49-55.
35. Оптимизация геометрических параметров коллекторной пресс-формы спирального типа / **Двилис Э.С.**, Хасанов О.Л., Чартпук П., Соколов В.М. // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т.56. – №7/2. – С.232 – 240.
36. Влияние добавок наноструктурных фракций порошка на физико-механические свойства керамик карбида бора / Хасанов О.Л., Струц В.К., **Двилис Э.С.**, [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – Т. 56. – № 7/2. – С.361-367.

37. Фазовый состав и дефектная субструктура нанопорошков на основе диоксида циркония, модифицированных мощным ультразвуковым воздействием / Хасанов О.Л., Толкачев О.С., **Двилис Э.С.** [и др.] // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т.56. – №7/2. – С.256 – 360.

38. Синтез наноразмерных оксидов алюминия и циркония из водных и водно-спиртовых растворов с полиэтиленгликолем / Лямина Г.В., Илела Алфа Эдисон, **Двилис Э.С.** [и др.] // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т. 34. – № 3. – С.55-62.

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

40. Peculiarities of surface fracture of B4C ceramics under loads / Struts, V.K., Khasanov, O.L., **Dvilis, E.S.** [et all.] // Advanced Materials Research. – 2014. –V. 872. – P.65-69.

41. Influence of ultradispersed fraction of boron carbide powder on strength properties of the ceramics manufactured by SPS method / Khasanov, O.L., **Dvilis E.S.** [et all] // Advanced Materials Research. – 2014. – V. 872. –P. 45-51.

42. Pattern of the B4C ceramics surface deformation at local loading / **Dvilis, E.S.**, Khasanov, O.L. [et all.] // Advanced Materials Research. – 2014. – V. 872. – P. 60-64.

43. Electron beam sintering of zirconia ceramics / Burdovitsin V., **Dvilis E.** [et al.] // Advanced Materials Research. – 2014. – 872. – P.150-156.

44. Oleg Khasanov, Yury Ivanov, **Edgar Dvilis**, Oleg Tolkachev. Phase composition and defect substructure of the zirconia nanopowder modified by the powerful ultrasonic assistance // Advanced Materials Research. – 2014. – 872. – 180-183 p.

Патенты

1. Ультразвуковая пресс-форма: Свидетельство Роспатента на полезную модель N 4248 от 16.06.97. МПК⁶ B22/F3/03. Соколов В.М., Хасанов О.Л., **Двилис Э.С.**, Похолков Ю.П.

2. Способ прессования порошковых материалов (варианты) и устройство для его осуществления: пат. №2225280 Рос. Федерация от 10.03.2004. / **Двилис Э.С.**, Хасанов О.Л., Соколов В.М., Похолков Ю.П. Оpubл.10.03.2004.

3. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществления: Евразийский патент № 005325 от 24.02.2005 // **Dvilis E.**, Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu.

4. Method for compacting powder materials into articles and a mold for implementing the method: Патент США № US 6919041 B2 от 19.07.2005 // **Dvilis E.**, Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu.

5. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществления: Патент Украины № 75885 от 15.06.2006 // **Двилис Э.С.**, Хасанов О.Л., Соколов В.М., Похолков Ю.П.

6. Method for Compacting Powder Materials into Articles and a Mold for Implementing the Method: Патент Южной Кореи №10-0855047 от 22.08.2008 // **Dvilis E.**, Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu.

7. Method for pressing articles from powder materials and a mold for carrying out said method: Европатент №1459823 от 11.03.2009 // **Dvilis E.**, Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu.

8. Method for pressing articles from powder materials and a mold for carrying out said method: Патент Индии №258846 от 11.02.2014 // **Dvilis E.**, Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu.