

УДК 666.3 : 621.3

Щукіна Л.П., Болюх В.Ф., Лігезін С.Л., Захаров А.В., Противень О.С.

*Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»*

## **ВПЛИВ МЕТОДУ КОНСОЛІДАЦІЇ ПОРОШКІВ НА ФАЗОУТВОРЕННЯ ТЕХНІЧНОЇ КЕРАМІКИ**

**Ключові слова:** кераміка, консолідації порошоків, імпульсне пресування, скло-фаза.

**Вступ.** Висока енергоємність технологічних процесів в керамічному виробництві спонукає до створення нових менш вартісних керамічних технологій, що вимагає пошуку інновацій і серед методів формування напівфабрикатів. Найпоширенішими методами формування в технології кераміки є пластичне формування керамічних мас, лиття шлікерів і напівсухе пресування порошоків. Останній метод з точки зору енергозбереження є найбільш доцільним, оскільки дозволяє виключити з технологічного циклу етап сушки напівфабрикатів, який в структурі витрат на виробництво становить 20 %. Ще однією перевагою напівсухого пресування є можливість використання непластичних порошоків і отримання напівфабрикатів з точними геометричними розмірами, що обумовлює його переважне застосування в технології технічної кераміки.

Останнім часом як ефективний метод консолідації порошоків розглядається імпульсне пресування, зокрема індукційно-динамічний метод, який використовується для компактування нанорозмірних порошоків при виготовленні прозорої кераміки та інших видів нанокераміки [1, 2], ультра- і середньодисперсних порошоків при виготовленні високотемпературної корундо-цирконієвої кераміки [3], композиційних матеріалів різного призначення [4, 5]. Індукційно-динамічний метод пресування здійснюється під дією імпульсних хвиль стиску з високою амплітудою до 5 ГПа, що забезпечує більшу густину напівфабрикатів у порівнянні зі статичними методами (до 95–98 % від теоретичної). В керамічних технологіях цей метод формування може розглядатися як резерв енергозбереження, оскільки під час такого імпульсного стискання порошку поряд з деформацією та руйнуванням його часток відбувається локальний імпульсний нагрів, що в сукупності надасть змоги стимулювати структурно-фазові перетворення при подальшому спіканні кераміки.

**Мета роботи** полягала в дослідженні впливу індукційно-динамічного методу пресування на процеси фазоутворення при отриманні технічної кераміки та оцінці можливостей енергозбереження при використанні даного методу.

**Матеріали та методика досліджень.** Як об'єкт досліджень були використані дисперсні сировинні порошки з розміром часток менше 63 мкм, які містили тонкомелений кварцовий пісок з вмістом 99,0 мас. %  $\text{SiO}_2$ , технічний глинозем з вмістом 99,2 мас. %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  і стронціаніт  $\text{SrCO}_3$  з вмістом основної речовини 99,0 мас. %. Означені сировинні компоненти були взяті у співвідношеннях, які б мали забезпечувати при спіканні кераміки синтез заданої фази славсоніту  $\text{SrO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (далі  $\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ). Провідними властивостями такої кераміки, яка використовується як радіопрозорий матеріал, є діе-

лектрична проникність і тангенс кута діелектричних втрат, значення яких залежать від повноти синтезу славсоніту.

Експериментальні порошки одного і того ж шихтового складу з вологістю 7 % ретельно перемішували і формували двома різними способами. Для статичного пресування використовували стандартний лабораторний гідравлічний прес з питомим тиском пресування 20–25 МПа (далі «прес»). Для реалізації імпульсного пресування застосували власноруч виготовлену лабораторну установку ударної дії (далі «установка») індукційно-динамічного типу (рис. 1).

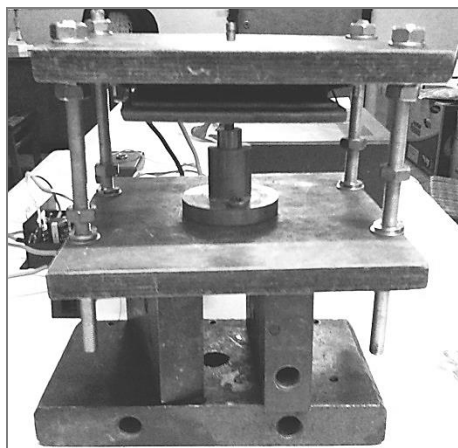


Рисунок 1 – Лабораторна установка для імпульсного пресування

Створення імпульсної силової дії в установці зумовлене взаємодією імпульсного магнітного поля індуктора з магнітним полем якоря, утвореним індуктованими в ньому вихровими струмами. Індуктор живиться від ємкісного накопичувача енергії (напруга 400 В, ємність 2850 мкФ). Порошок розміщували в металевій матриці і формували пуансоном, механічно з'єднаним з якорем. Установка забезпечувала імпульсну дію тривалістю 1 мс, імпульс тиску – 43 кПа·с та амплітуду тиску пресування 85 МПа.

В результаті статичного та імпульсного пресування були отримані циліндричні зразки правильної геометричної форми, які підлягали наступному випалу за температур 1250 °С, 1350 °С і 1450 °С. Випал зразків здійснювали в лабораторній муфельній печі з витримкою за максимальної температури протягом однієї години. Для отриманих зразків були визначені їх уявна густина як результат трьох паралельних вимірювань, а також фазовий склад з використанням рентгенофазового аналізу.

**Обговорення результатів досліджень.** При порівнянні уявної густини свіжесформованих зразків, було визначено, що імпульсне пресування дає змогу отримати більш щільні компакти, густина яких ( $1500 \text{ кг/м}^3$ ) виявилася на 12 % вищою за густину зразків, отриманих статичним пресуванням ( $1340 \text{ кг/м}^3$ ). Це відповідним чином відобразилося й на уявній густині випалених зразків (рис. 2).

Дані рис. 2 ілюструють виражену залежність густини зразків як від температури випалу, так від застосованого способу формування. За будь-якої температури випалу спостерігається приріст густини зразків, отриманих імпульсним пресуванням, по відношенню до густини зразків статичного пресування. Важливо при цьому відмітити, що температура випалу та імпульсний спосіб формування, як фактори впливу на густину, є майже рівнозначними. Так, наприклад, для підвищення густини зразків статичного

пресування від вихідного рівня  $1570 \text{ кг/м}^3$  ( $t=1250 \text{ }^\circ\text{C}$ ) можна використати більшу температуру випалу  $1350 \text{ }^\circ\text{C}$  і статичне пресування, збільшивши при цьому значення густини лише на  $3,1 \%$  (до  $1620 \text{ кг/м}^3$ ). Або можна залишити таку саму температуру випалу  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  та застосувати імпульсне пресування, збільшивши густину вже на  $5,4 \%$  (до  $1655 \text{ кг/м}^3$ ). Означені закономірності дозволяють припустити схожий вплив імпульсного пресування на фазоутворення в матеріалах.

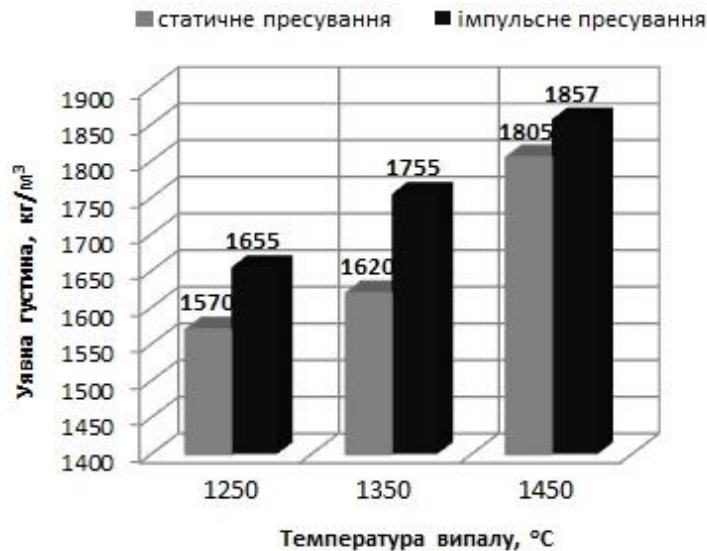


Рисунок 2 – Уявна густина керамічних зразків, отриманих різними способами формування

За допомогою рентгенофазових досліджень було здійснено кількісний аналіз фазового складу керамічних зразків, в тому числі з точки зору повноти синтезу в них славсоніту. Дані про кількість утворених фаз були отримані розрахунковим шляхом за інтегральними інтенсивностями їх дифракційних піків на рентгенограмах (табл. 1).

Таблиця 1 – Відносна кількість фаз (%) в керамічних зразках за даними рентгенофазового аналізу

Температура випалу, °C	Спосіб пресування	
	статичне	імпульсне
1250	славсоніт – 69 % силікат стронцію - 31 %	славсоніт – 82 % силікат стронцію – 18 %
1350	славсоніт – 100 %	славсоніт – 100 %
1450	славсоніт – 100 %	славсоніт – 93 % склофаза – 7 %

З даних наведеної таблиці можна побачити, що спосіб формування впливає на фазовий склад керамічних матеріалів, зокрема на синтез славсоніту. За температури випалу  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  вихід цієї фази вищий у зразках імпульсного пресування, що пов'язано

з більшою густиною спресованих зразків, зростанням кількості контактів між частками порошку і, як наслідок, більшою реакційною здатністю системи. Ще одним поясненням більш повного синтезу славсоніту у зразках, отриманих за температури випалу 1250 °С, є те, що імпульсне пресування за рахунок значної ударної сили зазвичай приводить до руйнування часток порошку під час формування та підвищення його дисперсності, від якої напряму залежить швидкість твердофазного спікання.

Звертає на себе увагу наявність невеликої кількості склофази (7 %) у зразках імпульсного пресування, отриманих за температури 1450 °С. Її утворення може бути пов'язано з наявністю домішок у сировині (зазвичай  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  та ін.), які за такої температури можуть утворювати евтектичні суміші разом із  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  або між собою, що спричиняє появу розплаву. Факт відсутності склофази у зразках, спресованих статичним способом, і, навпаки, – її присутність у зразках імпульсного пресування – також свідчить про більш активні фазові перетворення у таких матеріалах.

З урахуванням тенденцій зміни фазового складу кераміки і більшого виходу славсоніту у зразках імпульсного пресування за температури 1250 °С можна прогнозувати, що повний синтез славсонітової фази в таких матеріалах відбуватиметься за знижених температур випалу в порівнянні з матеріалами статичного пресування.

**Висновки.** Експериментально встановлена ефективність імпульсного пресування як методу консолідації технічних порошків, який підвищує реакційну здатність порошкової системи, активує спікання і дозволяє проводити синтез заданих фаз за знижених температур випалу. Індукційно-динамічний метод пресування може слугувати резервом енергозбереження в керамічних технологіях, які використовують напівсухий спосіб формоутворення напівфабрикатів. Наступні дослідження мають бути спрямовані на розширення областей використання даного методу формоутворення в різних керамічних технологіях.

#### Література

1. Kaygorodov A.S. Fabrication of  $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3$  transparent ceramics by pulsed compaction and sintering of weakly agglomerated nanopowders / A.S. Kaygorodov, V.V. Ivanov, V.R. Khrustov [etc] // Journal of the European Ceramic Society. – 2007. – vol. 27. – № 2–3. – pp. 1165–1169.
2. Хасанов О.Л. Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий / Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Бикбаева З.Г. – Томск: Издательство Томского политехнического университета, 2008. – 212 с.
3. Анненков Ю.М. Эффективность методов прессования корундо-циркониевых порошков различной дисперсности / Ю.М. Анненков, В.В. Иванов, А. С. Ивашутенко [и др.] // Известия Томского политехнического университета. – 2005. – Т. 308. – № 7. – С. 39–42.
4. Нескоромный С.В. Разрядно-импульсное прессование композиционных материалов / С.В. Нескоромный, С.В. Лемешев, С.О. Агеев // Вестник Донского государственного технического университета. – 2015. – № 4(83). – С. 76–81.
5. Ломаева С.Ф. Объемные нанокомпозиты  $\text{Fe} - \text{TiC} - \text{Fe}_3\text{C}$ , полученные механосплавлением в жидких органических средах и магнитно-импульсным прессованием / С.Ф. Ломаева, К.А. Язовских, А.Н. Маратканова [и др.] // Перспективные материалы. – 2012. – № 4. – С. 61–69.

Bibliography (transliterated)

1. Kaygorodov A.S. Fabrication of Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> transparent ceramics by pulsed compaction and sintering of weakly agglomerated nanopowders / A.S. Kaygorodov, V.V. Ivanov, V.R. Khrustov [etc] // Journal of the European Ceramic Society. – 2007. – vol. 27. – № 2–3. – pp. 1165–1169.
2. Khasanov O.L. Metody kompaktirovaniya i konsolidatsii nanostrukturnykh materialov i izdeliy / Khasanov O.L., Dvilis E.S., Bikbayeva Z.G. – Tomsk: Izdatelstvo Tomskogo politekhnicheskogo universiteta, 2008. – 212 p.
3. Annenkov Yu.M. Effektivnost metodov pressovaniya korundo-tsirkonievyykh poroshkov razlichnoy dispersnosti / Yu.M. Annenkov, VV Ivanov, AS Ivashutenko [i dr.] // Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta – T. 308. – № 7. – P. 39–42.
4. Neskromnyiy S.V. Razryadno-impulsnoe pressovanie kompozitsionnykh materialov / S.V. Neskromnyiy, S.V. Lemeshev, S.O. Ageev // Vestnik Donskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. – 2015. – № 4(83). – P. 76–81.
5. Lomaeva S.F. Ob'emnyye nanokompozity Fe – TiC – Fe<sub>3</sub>C, poluchennyie mehanosplavlenniy v zhidkikh organicheskikh sredakh i magnitno-impulsnyim pressovaniem / S.F. Lomaeva, K.A. Yazovskih, A.N. Maratkanova [i dr.] // Perspektivnyie materialy. – 2012. – № 4. – P. 61–69.

УДК 666.3 : 621.3

Щукина Л.П., Болюх В.Ф., Лигезин С.Л., Захаров А.В., Противень А.С.

**ВЛИЯНИЕ МЕТОДА КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВ  
НА ФАЗООБРАЗОВАНИЕ ТЕХНИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ**

В статье приведен сравнительный анализ влияния статического и импульсного методов прессования порошков на плотность и фазовый состав славсонитовой керамики. С помощью рентгенофазового анализа исследованы изменения в фазовом составе керамических материалов в зависимости от температуры их обжига. Установлено, что индукционно-динамическое прессование способствует более полному синтезу славсонитовой фазы при пониженных температурах обжига в сравнении с керамикой, полученной статическим прессованием.

Shchukina L.P., Bolyukh V.F., Lihezin S.L., Zakharov A.V., Protiven A.S.

**EFFECT OF METHOD OF POWDER CONSOLIDATION ON PHASE FORMATION  
OF TECHNICAL CERAMICS**

The paper presents a comparative analysis of the influence of static and pulsed dry pressing methods on density and phase composition of ceramic on the base of slavsonit. Using X-ray phase analysis, changes in the phase composition of ceramic materials depending on their temperature of burning have been studied. It is established that induction-dynamic pressing promotes a more complete synthesis of the slavsonit at lower firing temperatures in comparison with ceramics obtained by static pressing.