

ПРИМЕНЕНИЕ ИМПУЛЬСНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПРИ СОЗДАНИИ КЕРАМИКИ ПОВЫШЕННОЙ ПРОЧНОСТИ

*Докт. техн. наук, проф. КОВАЛЕВСКИЙ В. Н.,
кандидаты техн. наук ФОМИХИНА И. В., КОВАЛЕВСКАЯ А. В., КЕРЖЕНЦЕВА Л. Ф.*

Белорусский национальный технический университет

Высокие физико-механические свойства ультрадисперсных керамических порошков тугоплавких соединений сочетаются с относительно низкими технологическими. Поэтому в традиционных технологиях получения высокоплотной конструкционной керамики используют процессы горячего прессования или прессования при высоких давлениях (взрывное прессование, термобарическое спекание). Исходные заготовки предварительно формируются в металлических пресс-формах с введением технологических добавок, которые удаляются нагревом перед прессованием. Температура, обеспечивающая спекание, составляет 1800...2000 °С. Ее снижение осуществляется введением в керамику специальных добавок, которые активируют процесс спекания при горячем прессовании, или применением термомеханической активации порошков.

Импульсные (взрывные) технологии получения керамических материалов отличаются тем, что при изменении типа взрывчатого вещества, величины заряда, рабочей среды можно получить широкий диапазон изменения давления (от единиц до сотен килобар). К импульсным технологиям относится и метод термомеханической активации керамических порошков взрывом, который сопровождается эффектами активации поверхности частиц порошка. Активация может быть использована как технологическая операция подготовки порошков к процессам формования и спекания. При правильно подобранных режимах метод дает возможность не только снизить температуру спекания, но и отказаться от

применения более легкоплавких, чем основной материал, активирующих спекание добавок.

Разработанные технологии и оборудование для горячего импульсного вакуумного прессования и взрывной термомеханической обработки [1] позволили получить при высоких давлениях и температурах высокоплотные керамические материалы повышенной прочности на основе карбидных и нитридных соединений, в том числе с использованием нанопорошков. По импульсной технологии [2] нагрев порошков проводился на установке в вакууме или защитной атмосфере со скоростью, обеспечивающей равномерный нагрев керамического порошка и последующий процесс жидкофазного динамического спекания. Нагрев (1600...1800 °С) осуществлялся с использованием силового трехфазного трансформатора мощностью 160 кВт при силе тока 8000 А. Импульсное приложение нагрузки в процессе высокотемпературного нагрева и вакуумирования дает возможность осуществить жидкофазное динамическое спекание керамических материалов. Давление на порошок создавалось энергией взрыва. Вакуумная камера установки заменялась разовым контейнером. Взрывная активация и импульсное прессование порошков осуществлялись по контактной схеме (рис. 1) с предварительным формованием материала в металлических пресс-формах при низких давлениях (200...250 МПа).

Схема взрывного горячего прессования керамических порошков представлена на рис. 1а. Импульсное прессование предварительно нагретых и вакуумированных порошков 3 заключался

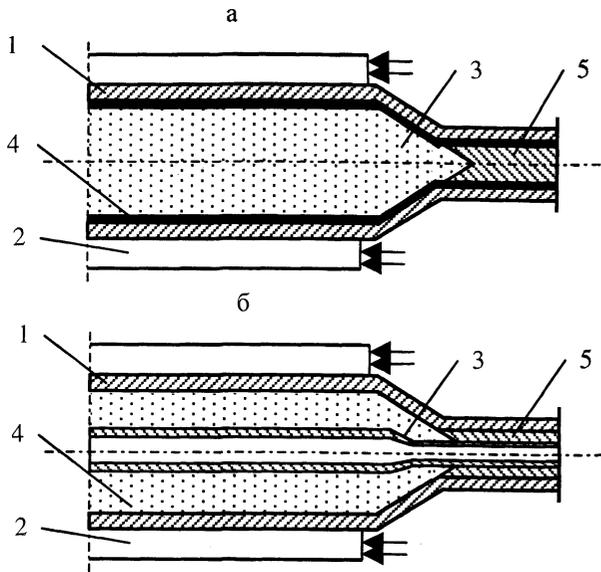


Рис. 1. Схемы обработки порошков взрывом: а – с нагревом; б – без нагрева

в создании ударно-волновой нагрузки и высокоскоростного деформирования ампулы (контейнера) 1 зарядом бризантного взрывчатого вещества 2, расположенного в контакте с контейнером. Нагрев осуществлялся пропусканием электрического тока через графитовый нагреватель 4 непосредственно перед инициированием заряда. В процессе обжима контейнера формируется высокоплотная заготовка 5.

Взрывное прессование позволяет получать высокоплотные заготовки простой формы, последующая механическая обработка которых не требуется. При ударной разгрузке за счет появления растягивающих напряжений в керамических материалах характерно появление микротрещин. Правильный выбор параметров обработки дает возможность получить компактный материал с высокой прочностью сцепления частиц. Малая длительность процесса (мкс) исключает эффекты собирательной рекристаллизации при высокотемпературном нагреве и позволяет создать структуру керамического материала с размерами зерен менее 1 мкм.

Для получения высокоплотной керамики целесообразно использовать взрывную активацию порошков с последующими традиционными технологическими операциями горячего прессования или термобарического спекания. Схема взрывной активации керамических порошков

представлена на рис. 1б. Обработка ударно-волновой нагрузкой и высокоскоростным деформированием контейнера, состоящего из двух коаксиально расположенных труб 1 и 3, между которыми размещен керамический порошок 4, осуществляется зарядом бризантного взрывчатого вещества 2, расположенного в контакте с контейнером. Наличие свободной полости внутри контейнера позволяет осуществлять деформацию уплотненного порошка за счет обжима внутренней трубы. В процессе обжима контейнера формируется высокоплотная заготовка 5. При этом деформация уплотненного керамического порошка сопровождается появлением микротрещин, что облегчает процесс последующего размола активированного порошка.

Для получения керамики повышенной прочности с применением импульсных технологий необходимо исследовать зависимость механических свойств и структуры керамики от параметров нагружения (давления в ударной волне, длительности импульса, температуры). Для оценки влияния воздействия взрывной обработки на структуру и свойства керамических порошков были выполнены микроструктурные исследования керамических активированных порошков. Микроструктуры порошков и высокоплотной керамики изучались на электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 100 кВ. Высокоплотную керамику на основе SiC и композиции Si₃N₄-SiC изготавливали горячим прессованием, термобарическим спеканием с предварительной взрывной активацией порошка в присутствии активирующих спекание добавок (Al₂O₃ и нанопорошок SiC) или без добавок.

При исследовании карбидной керамики изучали структуры частиц порошка SiC марки FCP фирмы «STARK». Размер частиц и свойства порошков приведены в табл. 1. Структура

Таблица 1

Свойства порошков

Марка	Вид обработки	Средний размер частиц, мкм	Удельная поверхность $S_{уд}$, м ² /г	Примеси, %
FCP	Исходный	0,56...0,64	>12	Fe<0,05; C _F <0,3; Si _F <0,1
SiC*	Исходный	0,03	>48,4	Fe~0,02; Al~0,04; Si _F +C _F <0,08; Ti~0,01
FCP	Обработка взрывом	0,01...0,52	>14	Те же

* Нанопорошок.

порошков в исходном состоянии представлена на рис. 2а. Форма частиц – осколочная с повышенной активностью (фрагментация поверхности). Фазовый состав – 99 % α -SiC.

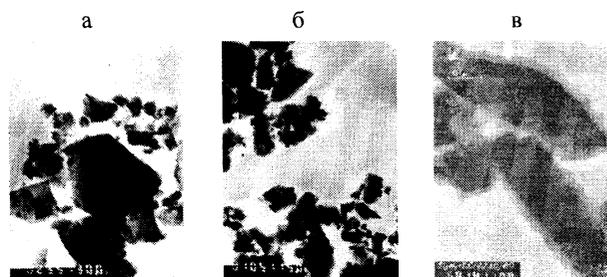


Рис. 2. Структуры порошков SiC и Si₃N₄

Структура консолидированных взрывом частиц порошка представлена на рис. 2б.

Взрывную обработку осуществляли по контактной схеме с использованием заряда взрывчатого вещества (аммонит 6ЖВ, скорость детонации – 3500 м/с, толщина заряда – 40 мм). Ударно-волновая обработка приводит к повышению дефектности структуры и активности поверхности частиц. Фазовый состав керамики не изменяется. Наряду с консолидированными частицами наблюдается рост фракций 0,7...0,01 мкм. Доля малых фракций составляет свыше 60 %.

Указанные порошки являлись исходным материалом для приготовления шихты при прессовании в аппаратах высокого давления (термобарическое спекание). В качестве активирующей процесс спекания добавки использовали нанопорошки карбида кремния α -SiC 0,5...5 % масс.

Исследования порошков композиции Si₃N₄-SiC, полученных по СВС-технологии, осуществляли после взрывной активации и размол в атритторе [3]. Свойства порошков представлены в табл. 2. Композиционные порошки изготавливали составом 80/20 % масс и 50/50 % масс Si₃N₄-SiC. Фазовый состав порошков – α -SiC и α - β -Si₃N₄. Керамика α -Si₃N₄, полученная из парогазовой фазы, имеет частицы волокнистого строения, термостабильны при $T = 1400$ °С. α -SiC представляет собой дисперсные частицы сферической формы, которые упрочняют нитридную матрицу. С увеличением объемного содержания карбида кремния объем волокнистых частиц уменьшается, технологические свойства снижаются и для получения высокоплотной ке-

Таблица 2

Свойства и состав композиционных порошков Si₃N₄-SiC

Вид обработки	Состав, %	Фазовый состав	Удельная поверхность, м ² /г	Размер, мкм	% масс				
					Si ₃ N ₄	O	Fe	C	
Размол	50...50	Исходный	10,88	–	0,9	1,7	2,3	1,0	
		α -SiC		0,05					
		Si ₃ N ₄ α - β		0,35					
	80...20	Исходный	6,463	–	0,7	1,6	3,1	0,8	
		α -SiC		0,05					
		Si ₃ N ₄ α - β		0,35					
Взрывная обработка	50...50	Исходный	5,15	Агломераты	0,6	1,0	0,56	1,0	
		α -SiC							
		Si ₃ N ₄ α -8, β -42							
	80...20	Исходный	5,0	Агломераты	0,5	0,5	0,56	0,8	
		α -SiC							
		Si ₃ N ₄ α -12, β -68							

рамики требуется активирующая спекание добавка Al₂O₃. Структура порошков после активации взрывом содержит дефекты в виде дислокаций, расположенных по всему объему частицы (рис. 2в). Наружная поверхность частиц развитая и имеет значительные фрагментации. Удельная поверхность порошка после размол повышается, а после взрывной обработки наблюдается снижение удельной поверхности за счет образования конгломератов, сформированных консолидацией частиц высокоскоростным соударением.

При получении высокоплотной керамики SiC была использована методика термобарической обработки карбида бора [4], что позволило получить высокоплотную керамику с повышенными физическими и механическими характеристиками без использования активаторов спекания либо при их небольшом количестве с существенным уменьшением времени спекания по сравнению с традиционными методами. Термобарическое спекание проводили при давлении 7 ГПа в течение 20 с в интервале температур 1500...2200 °С. В качестве среды, передающей давление, использовали доломитовый контейнер (CaCO₃ + MgCO₃), внутри которого находились трубчатые графитовые нагреватели с внутренним отверстием диаметром 6 мм и высотой 8 мм. Внут-

ри нагревателя размещали образцы из предварительно сформованного порошка карбида кремния, по торцам которых устанавливали графитовые цилиндрические пластины.

Первая партия образцов приготавливалась из шихты порошка FCP без добавок. Плотность образцов в зависимости от режима спекания под давлением изменялась незначительно – в пределах 3,18...3,2 г/см³. Коэффициент вязкости разрушения K_{IC} составил 4,36 МПа/м^{3/2}.

Вторая партия образцов приготавливалась из порошка FCP с последующей добавкой 0,5...5 % масс нанопорошка α -SiC. Плотность образцов в зависимости от режима термобарического спекания изменялась незначительно – в пределах 3,16...3,2 г/см³. Коэффициент вязкости разрушения для керамического материала на основе порошка FCP после отжига составил $K_{IC} = 3,10...4,96$ МПа/м^{3/2}.

Свойства керамических материалов, полученных спеканием под давлением, представлены в табл. 3.

Результаты исследований показали, что активированные взрывом порошки SiC марки FCP без добавки нанопорошков после термобарического спекания обладают высокими механическими характеристиками. Температура спекания достигает 1900...2200 °С. При использовании порошков FCP + 2,5 % SiC температура спекания снижается до 1650...1800 °С. Повышается микротвердость, но снижается вязкость разрушения. Увеличение добавки до 5 % обеспечивает не только высокую микротвердость, но и хорошую

вязкость разрушения керамики. Снятие внутренних напряжений отжигом повышает свойства керамики.

Керамику Si₃N₄-SiC получали методами горячего прессования и спекания при высоких давлениях [5, 6]. Перед формованием подвергали обработке взрывом при давлении 1,5 ГПа, а затем размолу в планетарной мельнице в присутствии диспергирующей жидкости.

Образцы из композиционных порошков Si₃N₄-SiC, обработанных взрывом, изготавливали горячим прессованием ($p \approx 50$ МПа; $T = 1650...1850$ °С; $t = 90$ мин).

Образцы из композиционных порошков Si₃N₄-SiC, не обработанных взрывом (стандартная технология с предварительным формованием с пластификатором при $p = 250$ МПа), изготавливали горячим прессованием ($p = 50$ МПа; $T = 1650...1850$ °С; $t = 90$ мин).

Исследования композиционных материалов Si₃N₄-SiC выполняли на образцах, изготовленных методом горячего прессования из порошка Si₃N₄-SiC. Установлено, что увеличение содержания SiC до 20 % масс приводит к повышению прочности и вязкости разрушения материала. При дальнейшем увеличении содержания SiC до 50 % масс прочность и вязкость разрушения материала снижаются.

Анализ структуры поверхности образцов из порошков FCP с последующей добавкой 0,5...5 % масс нанопорошка α -SiC, обработанных взрывом, показал наличие микротрещин, вызванных возникающими внутренними напря-

Таблица 3

Состав	Температура спекания T , °С	Вид обработки	Микротвердость, ГПа	Коэффициент вязкости разрушения K_{IC} , МПа/м ^{3/2}
FCP	1900...2200	Исходный	20,96...21,28	4,36
		Отжиг 800 °С	20,91...32,60	4,58
FCP + 0,5 % SiC*	1650...1800	Исходный	23,50...24,30	3,70
		Отжиг 800 °С	26,12...26,93	4,09
FCP + 1,5 % SiC*	1650...1800	Исходный	20,21...22,97	4,75
		Отжиг 800 °С	27,07...28,90	4,96
FCP + 2,5 % SiC*	1650...1800	Исходный	22,50...23,30	2,74
		Отжиг 800 °С	25,10...25,90	3,09
FCP + 5 % SiC*	1650...1800	Исходный	19,01...21,94	4,24
		Отжиг 800 °С	27,92...30,98	4,60

жениями, для снятия которых часть образцов подвергалась отжигу в вакууме при $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение двух часов.

Рассмотрение результатов полученных исследований показало, что взрывная активация порошков SiC и введение в качестве активирующих спекание нанопорошков обеспечивают снижение рабочих температур обработки до $1600\text{...}1700\text{ }^{\circ}\text{C}$. Это позволило получить плотность образцов, близкую к теоретической, с высокими микротвердостью и вязкостью разрушения.

Исследования образцов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ при соотношении компонентов 80/20 % масс показали, что в процессе горячего прессования формируется волокнистая структура, в которой матрица состоит из $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ и $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ с упрочняющими сферическими частицами $\alpha\text{-SiC}$ размером до $0,2\text{ }\mu\text{m}$ (рис. 3а). Волокна $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ выстроены в направлении нагрузки и имеют следы пластической деформации в виде полос сдвига (рис. 3б). Сферические упрочняющие частицы $\alpha\text{-SiC}$ расположены в матрице по границам зерен. На зернах $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ обнаружены дефекты упаковки. Фазовых превращений в структуре не обнаружено.

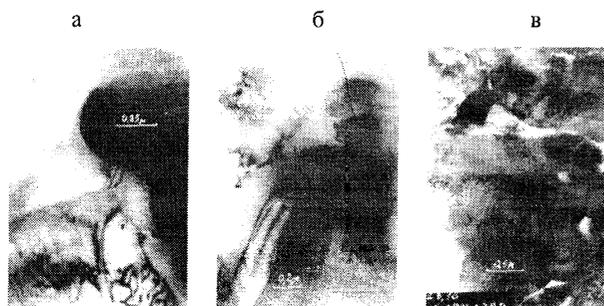


Рис. 3. Тонкая структура керамики $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ (80/20 % масс) после горячего прессования

Исследования образцов керамики $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ при соотношении компонентов 50/50 % масс показали, что в материале формируется структура, в которой матрица состоит из зерен $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ и $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ и частиц $\alpha\text{-SiC}$ неправильной формы. Гетерогенная разнотельная структура содержит зерна размером $0,8\text{...}1,0\text{ }\mu\text{m}$ и большое количество мелких зерен размером менее $0,1\text{ }\mu\text{m}$. Сферические частицы $\alpha\text{-SiC}$ расположены в матрице по границам зерен. Частицы вытянутой формы $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ возникают в результате дробле-

ния волокон. На зернах Si_3N_4 видны рельефные дислокационные складки и двойники, а у границ зерен – плотные следы дислокаций (рис. 3в).

При температуре горячего прессования $1850\text{ }^{\circ}\text{C}$, что выше температуры фазовых превращений ($1450\text{ }^{\circ}\text{C}$), перехода $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ в $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ не отмечено. Это свидетельствует о высоких чистоте и термостабильности Si_3N_4 , полученном при СВС-синтезе. Рост матричных зерен Si_3N_4 обусловлен процессами рекристаллизации. Отмечены миграция границ и наличие упрочняющих частиц $\alpha\text{-SiC}$ внутри зерна Si_3N_4 (рис. 4а). Введение активирующих добавок Al_2O_3 способствует формированию стеклофазы сложного состава, которая располагается по границам зерен и активирует процесс спекания.

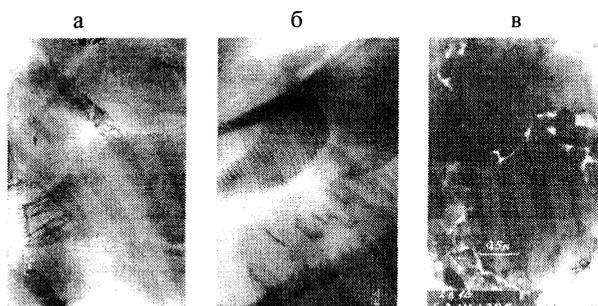


Рис. 4. Тонкая структура керамики $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ (50/50 % масс) после горячего прессования

Высокая плотность дислокаций также способствует активации процесса спекания керамики (рис. 4б). Ограничение роста матричных зерен Si_3N_4 частицами неправильной формы $\alpha\text{-SiC}$ сдерживает процессы рекристаллизации и позволяет получить мелкозернистую структуру керамики (рис. 4в).

Общей закономерностью формирования структуры керамических материалов является ее гетерогенность, вызванная неравномерной пластической деформацией. Гетерогенность проявляется наличием в соседних группах зерен субструктур, отличающихся уровнем дефектности (рис. 4б).

Результаты предварительных экспериментов показали перспективность использования взрывной активации для снижения температур спекания керамики до $1650\text{ }^{\circ}\text{C}$, а также возможность использования нанометрических порошков в качестве добавок, активирующих процесс спекания.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. с. 1389138. Способ взрывной высокотемпературной обработки материалов в вакууме и установка для его осуществления / Г. В. Смирнов, В. В. Зубарь, И. В. Петров. – 1988.
2. Петров И. В., Смирнов Г. В., Коморный А. А. Ударно-волновая консолидация микропорошков сверхтвердых и алмазоподобных композиционных материалов // Слоистые композиционные материалы. – Волгоград, 2001. – С. 266–269.
3. Деформационные изменения в структуре $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ / В. Н. Ковалевский, А. В. Ковалевская, Л. Ф. Керженцева, И. В. Фомихина, А. Е. Жук // Новые материалы и технологии в металлургии и машиностроении. – Запорожье, 1998. – № 2. – С. 79–86.
4. Urbanovich V. S., Shipilo V. B. Physicomechanical and thermophysical properties of high melting compounds: Based ceramics sintered at High pressures / Kee Engineering Materials. Vol. 132–136 (1977), Trans Tech Publications, Switzerland, Pt. 2. – P. 1027–1030.
5. Ковалевский В. Н., Керженцева Л. Ф., Парфененко И. А. Получение керамических материалов импульсными методами нагружения // Материалы 54-й междунауч.-технич. конференции «Материалы, технология получения, обработка». – Мн., 2000. – С. 158.
6. Ковалевская А. В., Керженцева Л. Ф., Жук А. Е. Возможности получения высокоплотной керамики и порошков $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$, полученных СВС-методом // Порошковая металлургия. – 1992. – № 16. – С. 43–45.

УДК 681.518

ПРОЦЕДУРА САМООБУЧЕНИЯ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ ДИАГНОСТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ СЛЕДЯЩЕГО ДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА

Канд. техн. наук, доц. ПАШКЕВИЧ В. М.

Белорусский национальный технический университет

В процессе диагностики одной из основных является задача классификации, т. е. разделения множества исходных данных на однородные подмножества (классы состояний). Критерии такого разделения далеко не всегда точно и непосредственно формализованы. Как правило, это верно для сложных объектов, выходные параметры которых могут быть подвержены недетерминированному дрейфу. Алгоритмы же классификации таких объектов в большей или меньшей степени эвристичны и могут строиться на принципах искусственного интеллекта.

Эти трудности применительно к сложным объектам возможно преодолеть, используя приводимое ниже описание адаптивной процедуры, учитывающей изменение во времени статистических взаимосвязей между входными данными.

Обучение диагностической системы заключается в построении базы входных данных в процессе нормального функционирования механизма. При этом ведется пометка входных данных моментами времени. В качестве первоначального

образца для инициализации процедуры классификации используется один механизм (пилотный образец), эксплуатируемый до момента его выхода из строя при форсированных режимах (либо при нагрузке, многократно превышающей нормальную, либо при добавлении в смазку абразива и т. п.). Полученные при этом пилотные данные будут корректироваться системой в ходе нормальной эксплуатации других механизмов. При этом на самых ранних этапах система может использоваться для диагностики. Принципиально возможны также отсутствие пилотного образца и использование системы для диагностики объектов в процессе их нормальной эксплуатации. Однако в этом случае процедура самообучения становится чрезвычайно длительной, а результаты использования системы могут быть долгое время неудовлетворительными.

На первом этапе в результате анализа пилотных данных системой определяются различающие признаки в совокупности исходных данных, а также возможное (различимое) число состояний объекта. В процессе эксплуатации объекта