

## ИЗУЧЕНИЕ ФОРМУЕМОСТИ КОМПОЗИТНОЙ НАНОКЕРАМИКИ

П.М. Бажин, А.М. Столин, В.В. Саранцев

*ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук», г. Черноголовка;  
Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь*

*Рецензент д-р техн. наук, профессор Г.С. Баронин*

**Ключевые слова и фразы:** композитная нанокерамика; самораспространяющийся высокотемпературный синтез; сдвиговое пластическое деформирование; уплотнение; фазообразование; формуемость.

**Аннотация:** Рассмотрен метод свободного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза сжатия, который предусматривает возможность уплотнения и формования материала без применения специальных пресс-форм. Показано, что выбранный керамический материал обладает способностью к формованию в широком временном интервале. Определен оптимальный временной интервал переработки керамического материала методами самораспространяющегося высокотемпературного синтеза компактирования с учетом формуемости и процессов фазообразования.

### Введение

Важный вопрос развития технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) состоит в изучении возможности прямого получения изделий заданной формы из продуктов горения [1]. До сих пор общие закономерности процесса формования СВС-материалов мало изучены, хотя эта проблема весьма важна при разработке эффективных методов получения изделий сложной формы. Описание процесса формования можно построить на анализе основных характеристик технологиче-

---

Бажин Павел Михайлович – кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории пластического деформирования материалов, [olimp@ism.ac.ru](mailto:olimp@ism.ac.ru); Столин Александр Моисеевич – доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией пластического деформирования материалов, ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук», г. Черноголовка; Саранцев Вадим Владимирович – кандидат технических наук, доцент кафедры сварки, Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь.

ских процессов, как это было сделано для процесса СВС-экструзии [2, 3]. Однако более важным представляется подход, основанный на изучении общих особенностей процесса формования, не привязанный к конкретному технологическому оборудованию.

Для изучения способности к формованию некоторых распространенных классов СВС-материалов в работе [4] был предложен метод свободного СВС-сжатия. Сущность этого метода заключается в сдвиговом деформировании материала под действием постоянного невысокого давления  $\sim 10 \dots 100$  МПа. К преимуществам метода можно отнести использование наиболее благоприятной схемы напряженного состояния, способствующей «залечиванию» макротрещин и пор в деформированном материале. Обычно при СВС-компактировании используют специальные пресс-формы, которые должны выдерживать достаточно высокие давления  $\sim 1000$  МПа и высокие тепловые нагрузки  $\sim 3000$  К. Метод СВС-сжатия предусматривает возможность уплотнения и формования материала без применения специальных пресс-форм.

В качестве объекта исследования формуемости в данной работе был выбран следующий состав шихтовой смеси:  $\text{TiO}_2 + \text{C} + \text{V} + \text{Al} + \text{Zr}$ . В результате СВС и протекания последовательных реакций металлотермического восстановления титана алюминием и цирконием и его взаимодействия с сажей и аморфным бором, образуется однородная смесь из  $\text{TiC}$ ,  $\text{TiB}_2$  и эвтектики  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ . В работе [5] показано, что получение наноразмерных элементов структуры композитного керамического материала регулируется процессом горения экзотермической смеси исходных компонент в сочетании со сдвиговым пластическим деформированием и высокими скоростями охлаждения в условиях СВС-экструзии.

Выбранные материалы перспективны для использования в качестве электродов при электроискровом легировании, твердосплавных пластин до  $2100 \text{ кг/мм}^2$ , мишеней для магнетронного напыления и т.д. Однако технологические процессы получения этих изделий различны и имеют свои особенности, поэтому в данной работе проведено исследование формуемости этих материалов методом свободного СВС-сжатия. В дальнейшем эта информация будет полезна при отработке технологических режимов различных методов СВС-компактирования.

## Эксперимент

Просушенная исходная шихта  $\text{TiO}_2 + \text{C} + \text{V} + \text{Al} + \text{Zr}$  прессовалась на гидравлическом прессе в заготовки диаметром 25 мм, массой 20 г и относительной плотностью 0,6. После чего заготовка помещалась на стальную подложку под плунжер пресса (рис. 1). В верхней части таблетки инициировалась волна горения в режиме СВС при помощи вольфрамовой спирали. После сгорания шихтовой заготовки осуществлялось сжатие материала под действием постоянного давления 15 МПа. Во время сжатия материал подвергался сдвиговому деформированию, возможность которого базировалась на способности горячей массы синтезированного продукта к макроскопическому течению. Для СВС материалов такая деформация может осуществляться лишь в характерном температурном диапазоне (интервале

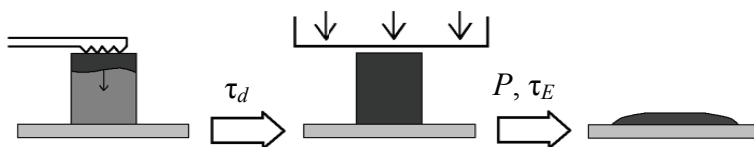


Рис 1. Схема свободного СВС-сжатия

переработки) от температуры горения до температуры живучести, выше которой материал обладает еще способностью к пластическому деформированию, а ниже затвердевает и теряет свои пластические свойства [1]. Сама способность к макроскопическому течению зависит как от уровня реологических свойств (предела текучести, сдвиговой и объемной вязкости), так и от влияния на них структурных процессов (рост и коагуляция зерен), отверждения и условий деформирования.

Одним из важнейших технологических параметров, определяющих способность материала к формованию, является время задержки – время от начала инициирования химической реакции до приложения давления к синтезированному материалу  $\tau_d$ . Оптимальное значение времени задержки  $\tau_d$  определялось экспериментально в диапазоне 0...15 с. Материал находился под давлением в течение  $\tau_E = 30$  с.

### Обсуждение результатов

В качестве критерия формуемости СВС-материалов была выбрана степень деформации материала, определяемая по формуле

$$\psi = |(S_k - S_n)/S_n|,$$

где  $S_k$  – площадь сечения деформированного СВС-материала,  $m^2$ ;  $S_n$  – площадь сечения исходной шихтовой заготовки,  $m^2$ .

Из рисунка 2, а видно, что степень деформации СВС-материала носит немонотонный характер. При малых временах задержки  $\tau_d = 0...5$  с не завершается процесс структурообразования синтезированного материала, не успевают пройти процессы консолидации и уплотнения материала во всем объеме, что затрудняет процесс формования материала под действием приложенного давления. С увеличением времени задержки  $\tau_d = 5...10$  с степень деформации синтезированного материала возрастает. В этом временном интервале материал обладает наилучшими характеристиками формования. Увеличение времени задержки  $\tau_d > 10$  с приводит к увеличению теплопотерь, материал остывает, в результате чего образуются малопластичные слои, которые препятствуют процессу сдвигового деформирования материала. При этом синтезированный материал теряет способность к формованию и степень деформации падает.

Была исследована зависимость степени деформации синтезированного материала от приложенного давления (см. рис. 2, б) при времени задержки 10 с. С увеличением приложенного давления синтезированный продукт испытывает большие напряжения и, как следствие, улучшается его способность к макроскопическому течению, степень деформации увеличивается. В интервале до 10 МПа наблюдается достаточно быстрый рост степени деформации, который существенно замедляется при дальнейшем

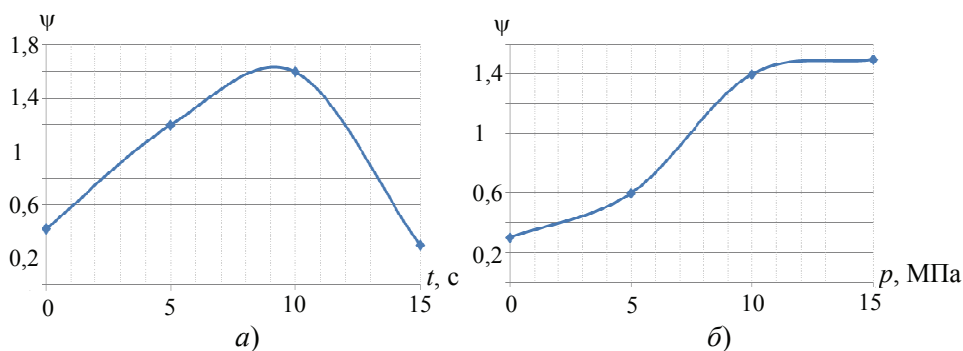


Рис. 2. Зависимость степени деформации от времени задержки (а), от давления формования (б)

увеличении давления. Вероятно, это связано с тем, что внутреннее напряжение материала приближается к пределу прочности. Как видно из рисунка 2, б, приложенное давление 10...15 МПа является наиболее оптимальным условием для формообразования.

На основе проведенного рентгеноструктурного анализа было установлено, что при малых временах задержки происходит недореагирование исходных порошковых компонент, что отрицательным образом сказывается

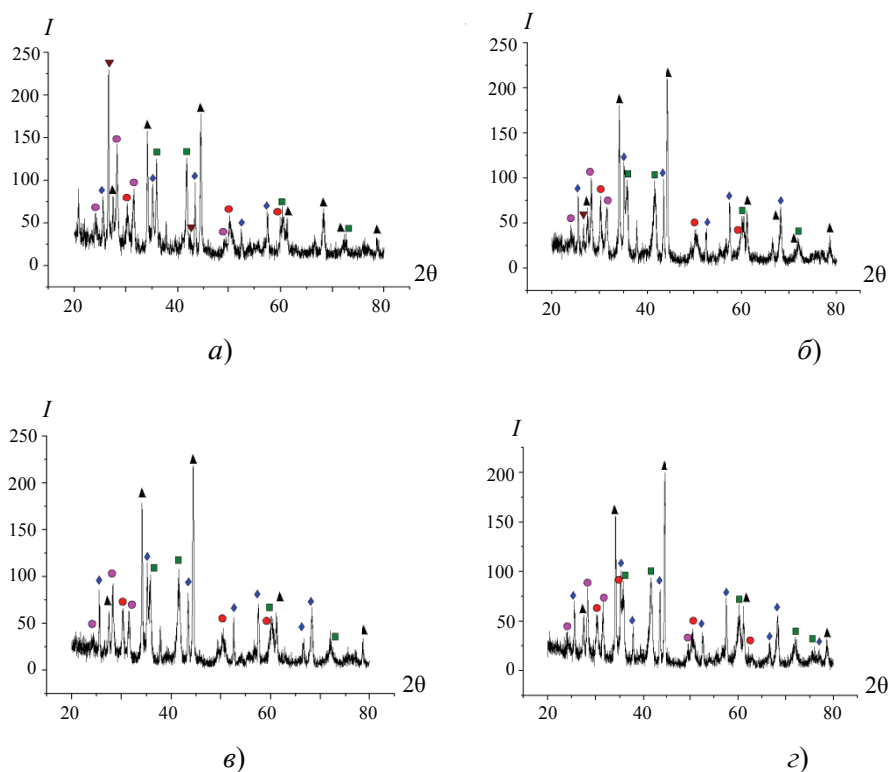


Рис. 3. Рентгенограммы материала, полученного методом свободного СВС-сжигания:

$a - \tau_d = 0$  с;  $b - \tau_d = 5$  с;  $v - \tau_d = 10$  с;  $z - \tau_d = 15$  с;

■ - TiC; ▲ - TiB<sub>2</sub>; ◆ - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; ● - βZrO<sub>2</sub>; ○ - αZrO<sub>2</sub>

на эксплуатационных свойствах конечного изделия. На рисунке 3 приведены рентгенограммы материалов после СВС-сжатия при различных временах. Установлено, что процесс фазообразования завершается к 10 с и, при временах задержки  $\tau_d = 10$  с и более, исходные компоненты полностью прореагировали.

Следовательно, оптимальный временной интервал переработки керамического материала с учетом формуемости и процессов фазообразования составляет 10...12 с. Именно в этот промежуток времени необходимо прикладывать нагрузку к синтезируемому материалу для получения компактного изделия и придания ему конечного вида.

### Выводы

В результате проведенной работы показано, что выбранный керамический материал обладает способностью к формованию в широком временном интервале времени задержки 0...10 с. Установлено, что при малых временах задержки происходит недореагирование исходных порошковых компонент, а процесс фазообразования завершается к 10 с. Таким образом, оптимальный временной интервал переработки керамического материала методами СВС-компактирования с учетом формуемости и процессов фазообразования составляет 10...12 с. Было также установлено, что для формования необходимо давление 10...15 МПа.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-03-31015\_мол\_а, № 12-03-97552-р\_центр\_а и государственного задания Министерства образования и науки выполнения работ в ФГБОУ ВПО «ТГТУ» в 2012 г. и плановом периоде 2013–2014 гг.*

### Список литературы

1. Технологические основы СВС-экструзии / А.М. Столин [и др.] // Инженерно-физ. журн. – 1992. – Т. 63, № 5. – С. 525–537.
2. Подлесов, В.В. СВС-экструзия электродных материалов и их применение для электроискрового легирования стальных поверхностей / В.В. Подлесов, А.М. Столин, А.Г. Мержанов // Инженерно-физ. журн. – 1992. – Т. 63, № 5. – С. 636–647.
3. Высокотемпературная реология СВС-композитных материалов / А.М. Столин [и др.] // Механика композитных материалов. – 1996. – Т. 32, № 2. – С. 265–269.
4. Синтез металлокерамики на основе Ti–Al–C в условиях свободного СВС-сжатия / С.Н. Галышев [и др.] // Перспективные материалы. – 2010. – № 2. – С. 81–86.
5. Композитная нанокерамика, полученная методом СВС-экструзии / П.М. Бажин [и др.] // Доклады академии наук. – 2010. – Т. 430, № 5. – С. 650–653.

## Study of Formability of Composite Nanoceramics

P.M. Bazhin, A.M. Stolin, V.V. Sarantsev

*Federal State Institution of Science Institute  
of Structural Macrokinetics and Materials of the Russian  
Academy of Sciences, Chernogolovka;  
Belarus National Technical University, Minsk, Belarus*

**Key words and phrases:** composite nanoceramics; formability; phase formation; plastic shear deformation; seal; SHS.

**Abstract:** We propose a method of free SHS compression that allows for compaction and molding of material without special molds. It has been shown that the selected ceramic material is capable of molding in a wide time interval. The optimal time interval for processing of ceramic material by SHS compression given formability and phase formation processes has been calculated.

---

© П.М. Бажин, А.М. Столин, В.В. Саранцев, 2012