

Российская академия наук  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт электрофизики  
Уральского отделения Российской академии наук  
(ИЭФ УрО РАН)

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ  
«НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ»

**Б1.В.ДВ.2-3**

Специальность 03.06.01 – «Физика и астрономия»

**МАГНИТНО-ИМПУЛЬСНЫЙ МЕТОД ПРЕССОВАНИЯ  
НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ**

Материалы разработали:

д.ф.-м.н.

д.ф.-м.н.

Иванов В.В.

Чолох С.О.

# МАГНИТНО-ИМПУЛЬСНЫЙ МЕТОД ПРЕССОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ

## 1. Общие сведения

### Проблема прессуемости нанопорошков

Для изучения консолидации наноразмерных порошков твердых материалов применяются многие из известных методов порошковой технологии. Наибольшее внимание уделяется попыткам реализовать традиционную схему, включающую холодное прессование и последующее термическое спекание без давления. Этот путь привлекает простотой и большей производительностью в сравнении, например, с методами горячего прессования. При относительной плотности прессовок вблизи порога упругой упаковки, обычно превышающей 0,7, процессы спекания наноразмерного порошка протекают при пониженных температурах и значительно быстрее, чем в прессовках низкой плотности, что благоприятно для сохранения наноразмерной структуры. Однако наноразмерные порошки характеризуются плохой прессуемостью, и традиционные статические методы не приводят к достаточно высокой плотности компактов. Кроме того, при статическом одноосном сжатии таких порошков в жестких пресс-формах серьезной оказалась проблема слоистых трещин. Причина кроется в высокой твердости материалов и особых свойствах ультрамалых частиц, характеризующихся высокими удельными поверхностной энергией и энергией межчастичных связей, большим содержанием адсорбированных веществ на поверхности.

В соответствии с качественной моделью, предложенной для описания компактирования хрупких порошковых материалов, их уплотнение протекает в две стадии. На начальной стадии происходит

взаимное перемещение частиц с заполнением крупных пор, разрушением “арок”, ”мостиков”, разрыв и образование контактов, но без деформации частиц. Уплотнение определяется формой частиц, их дисперсностью, силами межчастичной адгезии или внутренним трением - на макроуровне. На этой стадии увеличивается число ближайших соседей частиц - координационное число  $\lambda$ . После достижения некоторой пороговой плотности дальнейшее уплотнение без деформации частиц становится невозможно. Для второй стадии сжатия характерны деформация и массовое раздавливание первичных частиц. Развитие этих процессов при прессовании твердых керамических порошков ограничено из-за высокой прочности частиц. Поэтому даже при массовом раздавливании под действием давления до 10 ГПа не удается достигнуть высокой плотности.

Также известна сильная зависимость относительной плотности прессовок от дисперсности материала. Закономерность ухудшения уплотняемости порошков статическими давлениями с уменьшением размера частиц отмечалась, например, для порошковых материалов  $ZrO_2$ ,  $TiN$ ,  $SiC$ ,  $W$ ,  $Si_3N_4$ . Принципиальное различие в механизмах уплотнения порошков разной дисперсности можно объяснить следующим: доминирующим механизмом уплотнения при размерах частиц менее 100 нм предполагается взаимное проскальзывание, а при увеличении размера частиц повышается роль их пластической деформации. Причем низкая активность процессов проскальзывания наночастиц определяется высоким уровнем межчастичного трения. Физической причиной трения являются силы межчастичной адгезии, возрастающие с уменьшением размера частиц и увеличением плотности порошка. При статическом прессовании нанопорошков  $SiC$  была установлена эмпирическая зависимость плотности прессовок от прикладываемого давления и среднего размера частиц:  $\gamma = B \cdot d^{8/9} \cdot P^{1/3}$

- для широкого диапазона давлений ( $10^{-3}$  - 150) МПа. Данная зависимость логично объясняется простой моделью, учитывающей число межчастичных связей и энергию одной связи. Доминирующая адгезионная природа сил сопротивления, препятствующих сжатию порошка, присуща именно наноразмерным порошкам, обладающим большой удельной поверхностью, и не характерна для порошков микронных размеров.

Характер прессуемости порошков определяется не только средним размером их частиц и удельной поверхностью, но также существенным образом зависит от спектра распределения частиц по размерам и состояния их поверхности (адсорбируемые вещества, дефектность, агломерация). В случае прессования агломерированных нанопорошков на диаграмме уплотнения можно выделить две характерные стадии с точкой перегиба, отличающиеся сжимаемостью. Начальная стадия с высокой сжимаемостью соответствует преимущественно упаковке агломератов. На второй стадии происходит разрушение агломератов и дальнейшее уплотнение частиц. Характерные давления разрушения агломератов зависят от их прочности и могут колебаться в очень широких пределах от десятых долей до единиц гигапаскалей. Агломераты могут быть сложные: двух-, трехуровневые. Порошок, состоящий из плотных агломератов с сильными связями между частицами, проблематично уплотнить до однородной укладки наночастиц. Такие порошки неперспективны для создания наноматериалов, поскольку неустраненные прессованием межагломератные полости при последующем спекании превращаются в устойчивые поры, которые стягиваются только при очень высоких температурах.

Высокие требования при консолидации нанопорошков предъявляются к чистоте материала на всех стадиях процесса. При этом нежелательно использование пластифицирующих временных добавок, и с поверхности порошка должны быть удалены адсорбированные вещества. В частности, при удельной поверхности

порошка  $Al_2O_3$  60 м<sup>2</sup>/г количество адсорбированных веществ может достигать 5 вес.%, что в объемном отношении составляет 15 - 20 %. Такое количество посторонних веществ (влага и атмосферные газы) мешает достижению высокой плотности прессовок и на финишной стадии может попасть в закрытые поры. Состав и количество веществ, адсорбированных на поверхности порошков, являются индивидуальной характеристикой порошка и зависят от вида химического соединения, формы частиц и дисперсного состава. Как правило, удаление адсорбированных веществ производится путем нагревания порошков в вакууме с контролируемым нагревом. Для выбора режима дегазации (времени и температуры прогрева) необходимо проводить термогравиметрическое исследование.

По отмеченным выше причинам пороговая плотность прессовок может быть недостижима даже при очень высоких статических давлениях. Уплотнение агломерированного порошка еще более затруднено из-за существенно разной величины сил взаимодействия частиц внутри прочных агломератов и межагломератного взаимодействия. Ввиду неоднородности сжатия неагломерированного порошка агломераты могут формироваться непосредственно в процессе прессования. Очевидно, что только применение воздействий, способствующих повышению подвижности наночастиц, может привести к получению высокоплотных и однородных прессовок в результате холодного компактирования. Таковыми воздействиями, безусловно, являются способы приведения порошковой среды в колебательное или поступательное движение. Эти способы реализуются соответственно в статическом прессовании с наложением вибраций и в методах импульсного прессования.

## **Положительные особенности динамического сжатия порошков**

Привлекательность использования интенсивных импульсных воздействий для консолидации наноразмерных порошков обусловлена эффектом повышенной подвижности частиц в движущейся порошковой среде, разогревом в результате адиабатического сжатия и также возможностями генерации более высоких давлений в импульсных условиях по сравнению со статическими. Из известных импульсных способов для компактирования керамических порошков широко применялись ударно-волновые методы сжатия с использованием взрывчатых веществ или высокоскоростного метания. Эти методы характеризуются высокими импульсными давлениями, от единиц до сотен гигапаскалей, и сильным разогревом порошка при ударном сжатии до температур, сравнимых с температурой плавления. Результатами столь интенсивной обработки керамических порошков являются высокие плотности прессовок, необычные фазовые превращения, повышение дефектности структуры порошков. Однако метод имеет весьма существенные недостатки, связанные с крутыми перепадами давления при ударно-волновом сжатии, что может приводить к сильному агломерированию порошков и развитию трещин в волнах разгрузки или при снятии термомеханических напряжений.

Основной физической идеей применения мягких импульсных волн сжатия для уплотнения наноразмерных порошков является использование положительных аспектов динамического сжатия: кинетический механизм уплотнения порошков и интенсивная механическая активация - приводящие к получению плотных и активных к спеканию прессовок. Одновременно за счет плавных фронтов нагрузки и разгрузки давления в мягкой волне реализуется локально механически-равновесное нагружение на масштабах много

больших размеров частиц, что исключает их агломерацию, типичную для ударно-волнового воздействия. При мягком нагружении оказывается проще создать условия для получения макроскопически однородных прессовок, свободных от трещин, и решить проблему многоразового использования пресс-инструмента. Такое воздействие на порошок удачно реализуется при использовании магнитно-импульсного метода в качестве инструмента генерирования прессующего усилия.

Особенности прессуемости нанопорошков демонстрируются ниже на примере компактирования нанопорошка  $Al_2O_3$ , который перспективен для получения однородных компактов благодаря низкой агломерированности частиц. Одноосное статическое прессование порошка проводилось на гидравлическом прессе путем нагружения известной силой в диапазоне 0 - 250 кН с выдержкой в течение 1 минуты. На рис. 1 представлены зависимости плотности получаемых прессовок  $Al_2O_3$  от амплитуды прикладываемого давления при статическом и динамическом компактированиях. При статическом сжатии исследованы три режима, отличающиеся тем, что в процессе подготовки порошка дегазация с вакуумированием проводилась при разных температурах: 20, 350 и 450 °С.

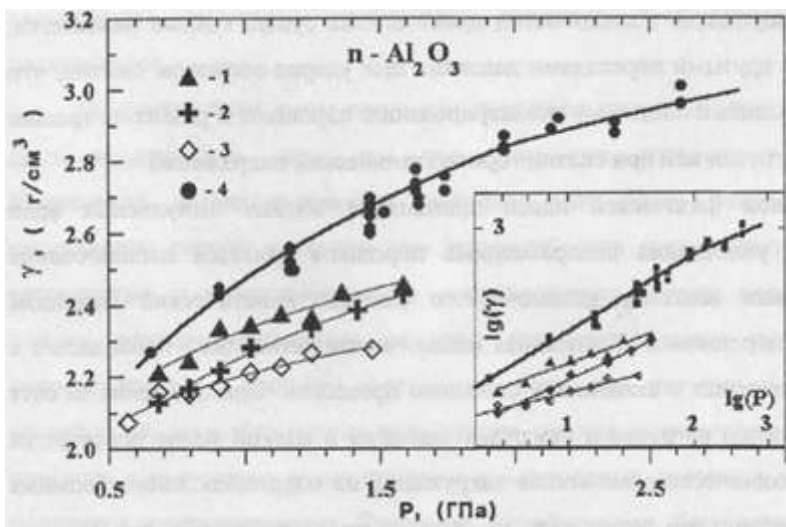


Рис. 1. Плотность прессовок нанопорошка  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-A2}$  в зависимости от прикладываемого давления: 1 - 3 - при статическом одноосном прессовании с дегазацией порошка при разных температурах  $T = 20^\circ\text{C}$  (1);  $350^\circ\text{C}$  (2);  $450^\circ\text{C}$  (3); 4 - при магнитно-импульсном прессовании с дегазацией при температуре  $450^\circ\text{C}$ ; ( $\gamma_0 = 0,7 \text{ г/см}^3$ ;  $h_0 = 4 \text{ мм}$ ). Кривыми дана интерполяция данных степенной функции. На вставке те же данные представлены в логарифмических координатах

Кривые, отвечающие температурам 20 и  $450^\circ\text{C}$ , имеют существенно разный уровень плотностей во всем диапазоне давлений до 1,6 ГПа, но сходны по характеру выхода на насыщение. Кривая, соответствующая температуре  $350^\circ\text{C}$ , занимает некоторое промежуточное положение, приближаясь при низких и высоких давлениях к кривым 3 и 1 соответственно. В целом, статическим сжатием не удастся достигнуть плотностей выше  $2,45 \text{ г/см}^3$  в исследуемом диапазоне давлений, что, по крайней мере, на 10-15 % ниже плотностей импульсного эксперимента. Причем наибольшие плотности статического компактирования достигнуты для порошка, вакуумируемого при 20 и  $350^\circ\text{C}$ . Такое поведение логично объясняется усилением сил адгезионного сцепления частиц в порошке, обработанном при более высокой температуре, что



коррелирует с динамикой очистки поверхности частиц от адсорбированных веществ и, следовательно, повышением сил адгезии. Хотя прессовки, полученные без предварительного прогрева порошка, имеют более высокую плотность в сравнении с другими статическими данными, они оказываются непрочными и часто содержат трещины.

Заметим, что все опыты по динамическому компактированию (рис. 1) выполнены с предварительной дегазацией порошка в оптимизированном режиме: 1,5 часа прогрева при 450 °С с непрерывной вакуумной откачкой. Для исходной относительной плотности укладки порошка 0,20 получены образцы в форме диска диаметром 15 мм и высотой 1,5 - 2 мм. При амплитуде импульсов давления до 2,6 ГПа достигнута плотность прессовок 0,82 по отношению к величине рентгеновской плотности. Разительное преимущество импульсного компактирования в достижении более высоких плотностей прессовок свидетельствует о значительном снижении роли сил адгезии в условиях импульсного сжатия, т.е. при быстром перемещении частиц порошка. Полученные зависимости плотности прессовок от давления для импульсного и статического случаев представлены в логарифмических координатах  $\lg y - \lg P$  на вставке рис. 1. Здесь статические данные (изотермическое сжатие) хорошо описываются линейной зависимостью  $\lg y = n \cdot \ln P + C$ , где  $n$  - обратная величина показателя прессования, в соответствии с классической теорией статического прессования порошков. Для случаев предварительной дегазации порошка при разных температурах: 20, 350 и 450 °С величина  $n$  составила соответственно 0,124; 0,161 и 0,094. Данные импульсного адиабатического сжатия порошка в логарифмических координатах аппроксимируются двумя линейными отрезками с показателями  $n = 0,206$  и  $n = 0,145$  при давлениях ниже и выше 1,96 ГПа соответственно. Это свидетельствует о разных механизмах уплотнения порошков на двух выделенных стадиях. Более высокое значение  $n$  для импульсного

прессования нанопорошка  $Al_2O_3$  по сравнению со статическим при одинаковых давлениях формально указывает на большую эффективность магнитно-импульсного метода.

Влияние условий подготовки порошка исследовалось также и при импульсном прессовании. Для одинаковых параметров засыпки порошка и напряжения генератора тока магнитно-импульсного прессы на рис. 2 даны временные зависимости прессующего давления при разных условиях подготовки порошка.

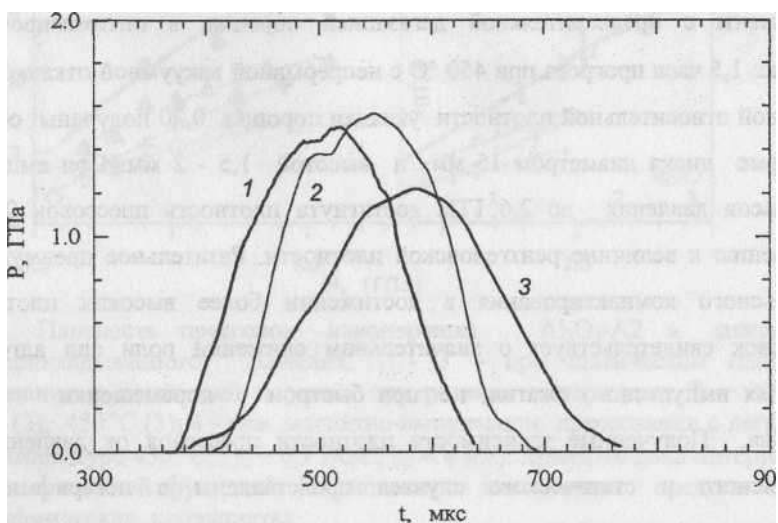


Рис. 2. Временные зависимости давления в процессе магнитно-импульсного компактирования нанопорошка  $Al_2O_3$ -A2 при плотности засыпки  $\gamma_0 = 0,7 \text{ г/см}^3$  и варьировании условий подготовки образцов: 1 - вакуумная откачка без прогрева; 2 - без откачки и прогрева; 3 - вакуумная откачка (1 Па) и прогрев (450 °C)

Амплитуда импульса давления оказывается больше и его передний фронт круче, когда применяется только вакуумная откачка без прогрева (кривая 1), и откачка с прогревом не используется (кривая 2). Кривая 3 соответствует компактированию с оптимальным режимом дегазации. Более высокая амплитуда импульсов и более быстрое торможение пуансона в опытах 1, 2, по сравнению с 3 можно объяснить более высокими силами адгезии (высокое внутреннее

трение в порошке) после удаления адсорбированных веществ в случае 3. Как и при статическом прессовании, в импульсных условиях адсорбированные вещества препятствуют получению консолидированной прессовки, свободной от трещин (опыты 1 и 2).

Еще одной важной отличительной особенностью динамического прессования является зависимость плотности прессовок от исходной плотности укладки порошка в матрице  $\gamma_0$ . Плотности получаемых прессовок для случаев варьирования исходной плотности и высоты засыпки порошка  $h_0$  представлены на рис. 3 в зависимости от амплитуды импульсов давления. Очевидно, что варьирование плотности укладки порошка (символы 2) в сравнении с варьированием высоты (символы 3) более значительно влияет на плотность получаемых прессовок. Представляет интерес сравнить, как группируются данные по плотности прессовок на плоскости  $\gamma - P$  (рис. 3) для случаев варьирования трех параметров:  $\gamma_0$ ,  $h_0$  и зарядного напряжения накопителя  $U_0$ . Видно, что изменение исходной плотности дает разброс

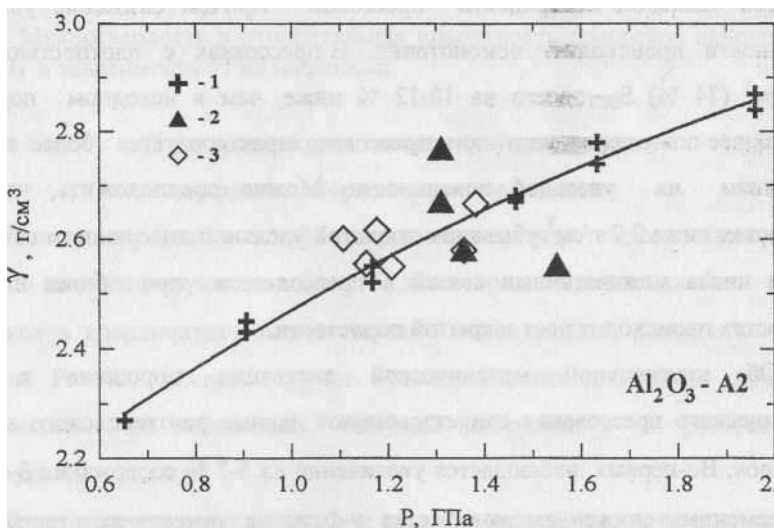


Рис. 3. Зависимость плотности прессовок нанопорошка  $Al_2O_3$ -A2 от амплитуды импульса давления приваривании: 1 – напряжения накопителя в диапазоне  $U_0 = 2,5 - 3,8$  кВ;  $\gamma_0 = 0,7$  г/см<sup>3</sup>;  $h_0 = 4$  мм; 2 -плотности засыпки в диапазоне  $\gamma_0 = 0,4 - 1,37$  г/см<sup>3</sup>; при  $U_0 = 3,3$  кВ;  $h_0 = 4$  мм; 3-высоты засыпки порошка в диапазоне  $h_0 = 2,8 - 7,0$  мм при  $U_0 = 3,3$  кВ;  $\gamma_0 = 0,7$  г/см<sup>3</sup>. Кривая аппроксимирует данные (1)

данных в направлении, перпендикулярном разбросу данных при изменении напряжения накопителя.

Приведенные данные, очевидно, свидетельствуют о том, что исходная плотность является чувствительным параметром, изменяющим характер межчастичных сил при импульсном сжатии нанопорошка. Плотность прессовок возрастает, т.е. действие межчастичных сил, препятствующих сжатию, ослабевает при уменьшении плотности укладки порошка. Это коррелирует с эффектом усиления разогрева при адиабатическом сжатии пористой среды по мере уменьшения ее исходной плотности.

Для широкого диапазона плотностей прессовок из нанопорошка  $Al_2O_3$ , полученных при импульсных давлениях до 2,7 ГПа, на рис.4 представлены данные по микротвердости  $H_v$  и удельной поверхности по отношению к удельной поверхности исходного порошка  $S_{ВЕТ}/S_{ВЕТ}^0$ . По мере увеличения плотности имеет место почти линейный рост микротвердости и снижение открытой удельной поверхности прессовок. Причем снижение удельной

поверхности происходит немонотонно. В прессовках с плотностью около  $2,7 \text{ г/см}^3$  (74 %)  $S_{\text{ВЕТ}}$  всего на 10-12 % ниже, чем в исходном порошке. Дальнейшее повышение плотности прессовок характеризуется более крутым снижением их удельной поверхности. Можно предположить, что при плотностях ниже  $2,7 \text{ г/см}^3$  убывание открытой удельной поверхности связано с ростом числа межчастичных связей в прессовке, а при более высоких плотностях происходит рост закрытой пористости.

Об интенсивной механической активации порошков в ходе динамического прессования свидетельствуют данные рентгеновского анализа прессовок. Во-первых, наблюдается увеличение на 5-7 % содержания  $\delta$ -фазы с одновременным снижением количества  $\gamma$ -фазы в прессовках с плотностью  $2,6-2,7 \text{ г/см}^3$  в сравнении с исходным порошком. Во-вторых, на дифрактограммах прессовок замечено появление и усиление пиков  $\theta$ -фазы. Содержание  $\theta$ -фазы возрастает с увеличением амплитуды прессующего давления. В наиболее плотных прессовках  $\sim 2,7 \text{ г/см}^3$  наблюдалось некоторое усиление линий  $\alpha$ -фазы, детектируемой также на уровне следов.

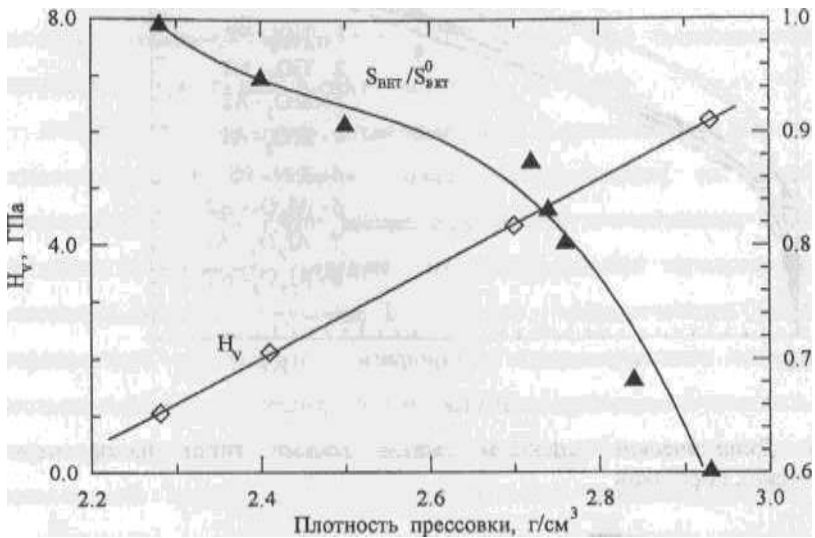


Рис. 4. Микротвердость и относительная поверхность прессовок нанопорошка из  $Al_2O_3$  в зависимости от их плотности

### О механизме динамического уплотнения твердых наноразмерных порошков

Различия в динамической прессуемости разных типов нанопорошков наглядно демонстрируются на рис. 5, где представлены адиабаты сжатия порошков в координатах гомологическая (относительная) плотность  $\gamma / \gamma_R$  - давление  $P$ . В каждом случае гомологическая плотность прессовок определялась по отношению текущей плотности к их рентгеновской плотности  $\gamma_R$ .

Переход от стадии с высокой к стадии с низкой сжимаемостью для всех порошков происходит при давлениях вблизи 0,1 ГПа. Причем этому переходу соответствует гомологическая плотность двух типов порошков  $TiO_2$  порядка 0,52, значительно превышающая аналогичную величину для всех других

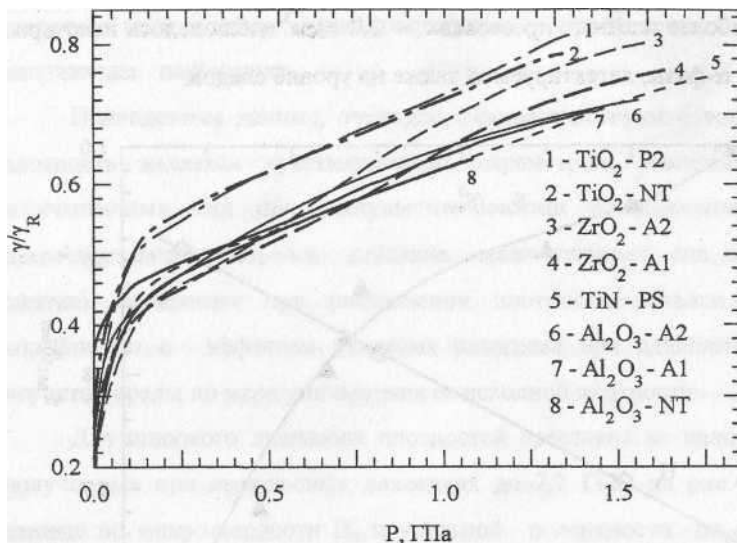


Рис. 5. Динамические адиабаты сжатия восьми типов наноразмерных керамических порошков

нанопорошков - 0,42 - 0,46. Более высокую уплотняемость порошков TiO<sub>2</sub> в сравнении с порошками Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и TiN в области высоких давлений можно связать с меньшей твердостью оксида титана и, следовательно, большей роли эффектов пластической деформации частиц. Для расположения адиабат сжатия нанопорошков ZrO<sub>2</sub> характерна их близость к адиабатам Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при низких давлениях и приближение к адиабатам порошков TiO<sub>2</sub> в области давлений порядка 1 ГПа. Данное поведение коррелирует с полным превращением тетрагональной фазы в менее твердую моноклинную в результате импульсного сжатия нанопорошков чистого ZrO<sub>2</sub>.

В группах нанопорошков каждого из оксидов наибольшие степени уплотнения достигнуты для менее агломерированных порошков: ZrO<sub>2</sub> - A2, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -A2, TiO<sub>2</sub> -P2. Процессы импульсного сжатия всех порошков сопровождаются значительным адиабатическим разогревом на  $\Delta T = 200- 470$  °С. Наибольший разогрев  $\sim 400$  °С характерен для прессования слабо агломерированных порошков TiO<sub>2</sub> -P2, TiO<sub>2</sub> -NT и ZrO<sub>2</sub> - A2, для которых относительные плотности прессовок составляют порядка

0,80. В этих случаях имели место значительное снижение открытой удельной поверхности  $\Delta S_{\text{вст}}$  и фазовые превращения в стабильное состояние. Столь высокие плотности прессовок, очевидно, могли быть достигнуты при существенной роли пластической деформации частиц порошка.

Высокая прессуемость наноразмерных керамических порошков в процессах мягкого импульсного сжатия в сравнении со статическим прессованием с нашей точки зрения объясняется кинетическим характером уплотнения. Объяснение исходит из классических представлений о прессовании твердых порошков. В процессе механического уплотнения наноразмерных, так же, как и микронных, порошков можно выделить две качественно различные стадии. На первой стадии происходит упаковка частиц без изменения их формы и целостности до некоторой предельной плотности, составляющей порядка 0,6-0,7 от теоретической плотности. Вторая стадия характеризуется дальнейшим повышением плотности прессовки в значительной мере за счет изменения формы частиц. Именно первой стадией уплотнения можно характеризовать представленные выше данные по импульсному прессованию наноразмерных порошков  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  и  $\text{TiN}$  до относительных плотностей 0,6-0,7. В пределах этой стадии происходит значительное снижение сжимаемости при уплотнении порошков в диапазоне относительных плотностей 0,42-0,52, что можно связать с усилением роли межчастичного взаимодействия за счет сближения частиц и роста их координационного числа. Последующая стадия уплотнения со значительной трансформацией формы частиц имела место в наших экспериментах при достижении более высоких плотностей прессовок, в частности, прессовок с относительной плотностью около 0,80 для порошков  $\text{TiO}_2$  и  $\text{ZrO}_2$ . Отсутствие четкой границы на кривых сжатия между двумя предполагаемыми стадиями характерно для полидисперсных порошков. При импульсном сжатии такая



граница может быть размыта также за счет понижения порога пластичности частиц в связи с монотонным адиабатическим нагревом. На первой стадии сжатия благодаря малому размеру частиц процесс уплотнения контролируется силами межчастичной адгезии. Характерное расстояние действия адгезионного потенциала  $\Delta \sim 5$  нм сравнимо с размером наночастиц  $d \sim 20$  нм. Поэтому процесс прессования наноразмерного порошка можно представить как движение частиц в коллективном неоднородном поле адгезионных потенциалов. При этом разрыв адгезионной связи означает преодоление барьера, а образование новой адгезионной связи - попадание в минимум потенциальной кривой вдоль траектории движения частицы. По мере уплотнения порошка возрастает число связей у каждой частицы и, следовательно, возрастает величина перепада между максимумами и минимумами потенциала (рис.6).

Различие между статическим и динамическим уплотнением порошка объясняется разными механизмами преодоления барьеров адгезионного

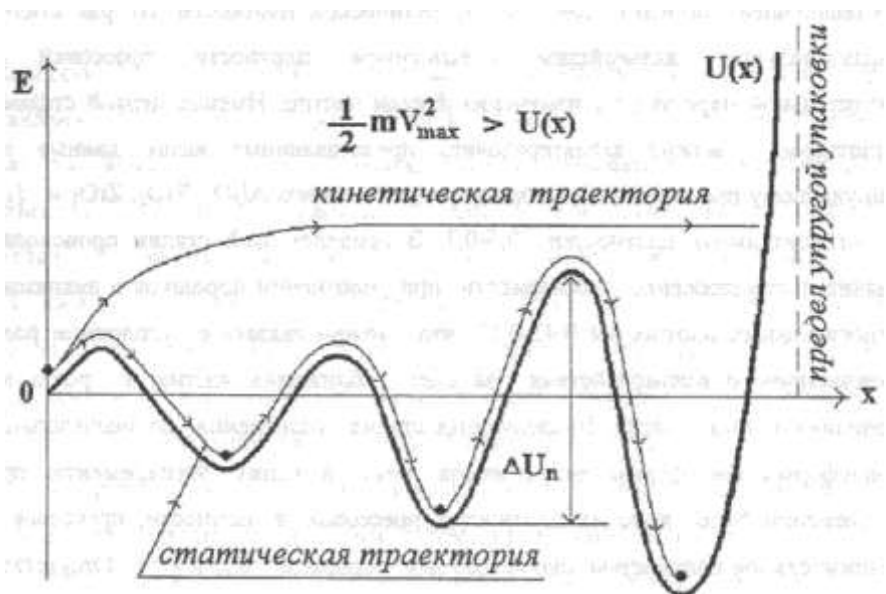


Рис. 6. Типичное движение частицы в коллективном поле адгезионных потенциалов в процессе компактирования

потенциала. В статическом случае частицы имеют малые скорости, и их перемещение происходит путем силового преодоления потенциальных барьеров с фиксацией позиций в минимумах. Напротив, динамическое прессование характеризуется быстрым движением порошковой среды ( $v \sim 10$  м/с), благодаря чему частицы также имеют высокие относительные скорости. При скоростях движения частиц выше определенной критической  $v > v_{\text{кр}}$  возможно надбарьерное преодоление адгезионных сил притяжения без фиксации положений в минимумах потенциала. Это означает повышение подвижности частиц или на макроуровне - анизотропное снижение вязкости среды в направлении течения. Таким образом прессование импульсными давлениями сочетает как силовой, так и кинетический механизмы преодоления потенциальных барьеров. Это способствует достижению более высоких плотностей прессовок в сравнении со статическим прессованием при том же уровне давлений.

Значение величины критической скорости может быть

оценено из отношения максимальной кинетической энергии частицы массой  $M$  и средней энергии адгезионной связи как  $v_{кр} = \sqrt{2E_s/M}$ . Для определения энергии связи двух частиц использовали известную аппроксимацию произведением поверхностной энергии  $\sigma_n$  на площадь их контакта. В случае двух одинаковых частиц диаметром  $d$  применимо выражение для энергии связи

$$E_s = [3.0 \cdot \pi^3 \sigma_n^3 d^4 (1 - \nu^2)/E^2]^{1/3},$$

где  $\nu$  и  $E$  - коэффициент Пуассона и модуль Юнга соответственно. В частности, для частиц  $Al_2O_3$  диаметром 20 нм данная оценка дает величину энергии  $E_s = 10^{-17}$  Дж, чему соответствует величина критической скорости  $v_{кр} = 30$  м/с. Это значение совпадает по порядку величины со скоростями движения пресс-инструмента при магнитно-импульсном прессовании.

Заметим, что с увеличением размера частиц одновременно уменьшается как критическая скорость пропорционально  $d^{-5/6}$ , так и отношение эффективного объема, в котором действует адгезионный потенциал, к объему частиц пропорционально  $\Delta/d$ . Оба фактора способствуют уменьшению роли обсуждаемого кинетического механизма уплотнения при переходе к более крупнодисперсным порошкам. В частности, при импульсном компактировании нанопорошка TiN-PS ( $d = 80$  нм) роль адгезионных сил должна быть менее существенна, чем в случае более мелких порошков оксидов ( $d = 20$  нм).

## 2. Описание экспериментальной установки

**Цель работы:** Освоение способа магнитно-импульсного прессования наноразмерных порошков твердых материалов, определение

основных параметров процесса. Изучение прессуемости модельного нанопорошка.

Блок-схема экспериментальной установки представлена на рис. 7. Перед прессованием порошок в пресс-форме проходит процедуру удаления газов и адсорбированных веществ путем длительного прогрева до определенной температуры из диапазона 20-600 °С при форвакуумной откачке до остаточного давления порядка 1 Па. Данная процедура, называемая дегазацией, производится с помощью блока дегазации 7 (см. рис. 7) в следующем порядке. Пресс-форма с уложенным порошком устанавливалась в вакуумную камеру 4, которая посредством гибкого вакуумпровода 12 соединена с системой форвакуумной откачки. При непрерывной откачке камера с пресс-формой внутри первоначально устанавливалась в гнездо шахтной печи 4а, где обрабатывалась по определенному температурновременному режиму. Далее камера перемещалась в гнездо водоохлаждаемого холодильника 4б, где выдерживалась необходимое время для снижения температуры до уровня, близкого к комнатной температуре. И только после этого вакуумная камера с пресс-формой устанавливалась в позицию для прессования 4. Причем напуск атмосферного воздуха в камеру производился перед выпрессовкой образца. Таким образом, блок дегазации объединяет функции вакуумирования, нагрева и охлаждения пресс-форм. Для повышения производительности эксперимента в блоке предусмотрены по три позиции для нагрева и охлаждения.

Полный маршрут получения прессовок на МИ установке содержит пять следующих этапов, на каждом из которых необходимо контролировать определенные параметры образца.

Этап 1. Укладка порошка в цилиндрический канал матрицы диаметром  $D$  с определением высоты  $h$  и плотности засыпки  $\gamma$ . Однородность распределения порошка в матрице достигается утряской на вибростенде с частотой 40-400 Гц. Далее пресс-форма с уложенным порошком помещается в вакуумную камеру.

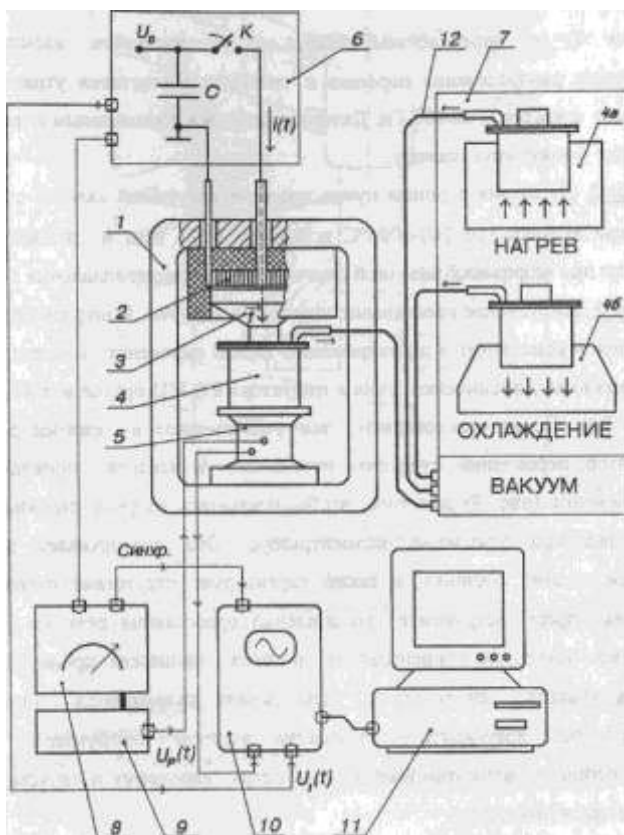


Рис. 7. Блок схема установки для МИ прессования порошков:

1-одноосный магнитно-импульсный пресс; 2-спиральный индуктор; 3- концентратор; 4,4а, 4б-вакуумируемые прессформы; 5-датчик давления; 6-генератор импульсных токов; 7-блок дегазации; 8- пульт управления; 9- электронный блок датчика давления; 10- цифровой запоминающий осциллограф; 11-персональный компьютер стандарта IBM.

Этап 2. Дегазация порошка путем прогрева вакуумной камеры с пресс- формой при температуре 200-600 °С в течение 0,5-1 часа и последующее охлаждение при непрерывной вакуумной откачке до остаточного давления 1-2 Па.

Этап 3. Импульсное прессование порошка в вакууме. Контроль процесса прессования осуществляется по напряжению заряда емкостного накопителя  $U_0$  и по временным зависимостям

тока в индукторе  $i(t)$  МИ пресса и давления в образце  $P(t)$ . Перед прессованием все участвующие в сжатии детали: концентратор, переходник, пуансоны, наковальня и месдоза - приводятся в соприкосновение (рис. 8) для того, чтобы исключить ударное столкновение твердых тел при ускорении концентратора. Это обеспечивает мягкое импульсное сжатие порошка, а также гарантирует отсутствие откольного разрушения пресс-инструмента до давлений прессования порядка 2 ГПа. Эффективное ускорение концентратора в таких процессах происходит на начальном участке перемещения, где высока сжимаемость порошка. Прессование без предварительного участка разгона инструмента перед сжатием порошка возможно именно благодаря короткому пути ускорения концентратора в МИ методе.

Этап 4. Термообработка спрессованного образца, находящегося в пресс-форме. Температурно-временной режим обработки обеспечивает снижение механических напряжений в образце до уровня, достаточного для сохранения его целостности при последующей выпрессовке.

Этап 5. Выпрессовка образца с соблюдением определенной последовательности действий, в которой важно первоначальное освобождение боковой поверхности прессовки от сжимающего действия.

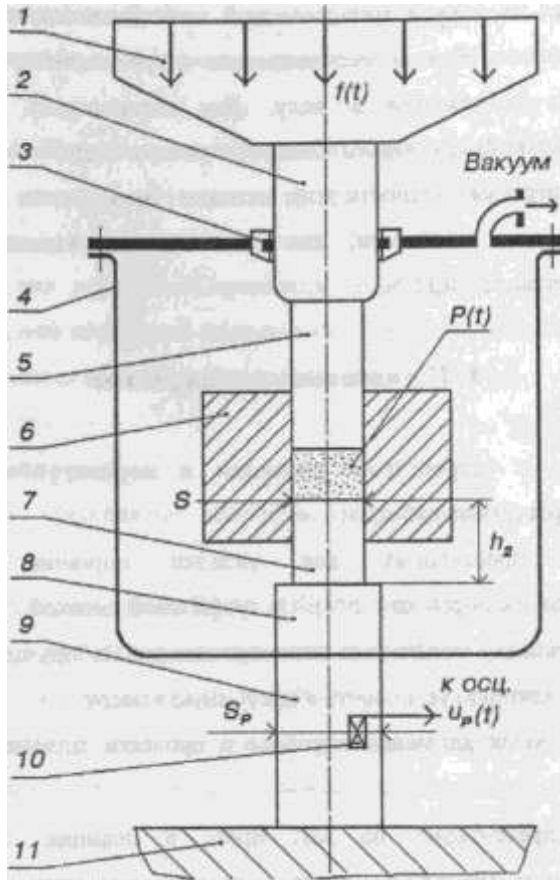


Рис. 8. Схема измерения давления в процессе магнитно-импульсного прессования порошка, (1- концентратор; 2- переходник; 3- сальниковое уплотнение; 4- вакуумная камера; 5, 7 - верхний и нижний пуансон; 6- матрица; 8- наковальня; 9-месдоза; 10,13- тензорезисторы; 11-опора)

Плотность получаемых прессовок измеряют методом погружения в дистиллированную воду. Предварительно образец обволакивается тонкой пленкой нитроцеллюлозы для предотвращения проникновения воды в поры и подвешивается на тонкой металлической нити. В соответствии с принятой методикой плотность образца рассчитывалась по результатам взвешиваний на воздухе и при погружении в воду. Для взвешивания использовались аналитические весы ВЛР-200g-М. Следует иметь в виду, что относительная погрешность измерения плотности этим методом уменьшается с увеличением массы образца и, в частности, для прессовок из нанопорошков  $Al_2O_3$  массой 0,5 г составляет 0,15%.

### **3. Порядок выполнения работы**

1. Ознакомиться с устройством установки и мерами, обеспечивающими безопасное проведение работы.
2. Подготовить пресс-форму для укладки порошка; поверхности, контактирующие с порошком, покрыть графитовой смазкой.
3. Произвести укладку модельного нанопорошка (по выбору преподавателя) в пресс-форму, которую установить в вакуумную камеру.
4. Подготовить блок дегазации к работе и провести дегазацию порошка в пресс-форме.
5. Установить пресс-форму на МИ пресс в позицию прессования с возможностью измерения импульсного давления прессования.
6. Подготовить пульт управления и осциллограф к регистрации импульсных сигналов с датчиков тока и давления.



7. При заданном преподавателем напряжении конденсаторной батареи произвести прессование с измерением сигналов с датчиков тока и давления.
8. Выполнить термический отпуск и последующую выпрессовку заготовки.
9. Определить плотность полученного образца методом погружения.
10. Повторить описанную процедуру для 4-6 давлений прессования, задавая режим прессования выбором зарядного напряжения накопителя.
11. Построить диаграмму сжатия порошка в координатах плотность - амплитуда давления прессования.
12. Проанализировать полученные результаты.

#### **4. Научно-исследовательская работа студентов**

Определить показатель степени степенной аппроксимации для диаграммы сжатия порошка. Определить величину давления, при котором наблюдается резкое изменение сжимаемости порошка. Оценить давления, при которых достигаются степени уплотнения порошка 0,7 и 0,8.

#### **Контрольные вопросы**

1. Особенности прессования наноразмерных порошков при импульсных нагрузках.
2. Цели, достигаемые термообработкой исследуемого порошка до и после прессования. Как выбрать режимы этих обработок?
3. Последовательность операций при МИ прессовании нанопорошков.
4. Методика определения плотности прессовок погружением. Получить выражение для определения погрешности этих измерений.

## Список литературы

1. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение. М.: Металлургия, 1991. 205 с.
2. Эффективность динамического метода уплотнения наноразмерных порошков / Иванов В.В., Паранин С.Н., Вихрев А.Н., Ноздрин А.А. // Материаловедение. 1997. №5. С.49-55.
3. Миронов В.А. Магнитно-импульсное прессование порошков. Рига: Зинатне, 1980. 196 с.
4. Иванов В.В., Ноздрин А.А., Вихрев А.Н. Датчик для измерения силы в магнитно-импульсном прессе // Приборы и техника эксперимента. 1997. №2. С.126-130.
5. Злобин Г.П. Формование изделий из порошков твердых сплавов. М.: Металлургия, 1980. 224 с.
6. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1979. 480