

*На правах рукописи*  
УДК 621.7.043:666.3:539.374+621.762.824

Кандидат технических наук  
**ЕРШОВ Андрей Николаевич**

**Разработка научных основ обработки давлением  
керамических материалов в состоянии сверхпластичности**

Специальности: 05.03.05 - Технология и машины обработки давлением  
01.02.04 - Механика деформируемого твердого тела

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
доктора технических наук



Москва  
2001 г.

Научный консультант – заслуженный деятель науки РФ,  
действительный член РАЕН,  
доктор технических наук,  
профессор О.М. Смирнов



Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор А.Г. Овчинников  
доктор физико-математических наук, профессор Р.А. Васин  
доктор технических наук, профессор Н.Д. Лукашкин

Ведущее предприятие – ОАО «НПО Композит»

Защита состоится «16» мая 2001 г. в 14-30 часов на  
заседании диссертационного совета Д212.141.04 при МГТУ им. Н.Э.Баумана по  
дом 5.

ться в библиотеке МГТУ им.

экземпляре, заверенный печатью,  
лефон для справок 267-09-63.

\_\_\_\_\_ 2001 г.

1572655

ит

В.И.Семенов

## Общая характеристика работы

Актуальность работы. Интенсивное развитие ряда отраслей промышленности неразрывно связано с созданием новых материалов и прогрессивных методов их обработки для получения изделий заданной формы с необходимыми эксплуатационными свойствами. К числу наиболее перспективных конструкционных материалов, позволяющих существенно расширить условия эксплуатации современной техники, относится новая керамика, которая определяется как новое поколение керамических материалов, получаемых из синтетического сырья строго заданного качества с использованием специальных технологий, обладающих заданными свойствами и используемых в различных областях новой техники. Новая керамика появилась как промышленный материал примерно в 50-е годы XX столетия для удовлетворения особых требований в отношении прочности и стойкости в широком интервале температур. С этого времени исследования, разработки и освоение этих материалов получили бурное развитие. Объем выпуска новых керамических изделий постоянно возрастает и в настоящее время исчисляется миллиардами долларов.

Однако на пути реализации уникальных возможностей керамики стоит проблема преодоления ряда ее недостатков: хрупкости, малой надежности, трудности обработки. Традиционная керамическая технология, основанная на спекании порошков при высокой температуре, не всегда обеспечивает требуемый уровень эксплуатационных свойств и достаточную точность получаемых изделий, а последующая механическая обработка трудоемка и дорога в связи с высокой твердостью керамики. Важной проблемой получения качественных керамических деталей является обеспечение максимальной плотности материала для повышения его надежности, трещиностойкости и вязкости. Одним из самых перспективных способов решения указанных проблем в последнее десятилетие становится сверхпластическое деформирование. Способность достигать огромных деформаций без разрушения представляет интерес не только с научной точки зрения. Возможность использования эффективных способов традиционной обработки давлением, разработанных для малопластичных и труднодеформируемых металлов и сплавов, может существенно расширить номенклатуру изделий из конструкционной керамики, обладающих высокими эксплуатационными показателями и надежностью. В настоящее время имеются все предпосылки для продвижения процессов сверхпластического деформирования керамических материалов в сферу новых технических разработок и промышленного производства. Достигнуты значительные успехи в области синтеза субмикронных и нанокристаллических керамических порошков с необходимой для сверхпластического деформирования микроструктурой. Изучены основные аспекты физической природы сверхпластической деформации керамики. Исследовано проявление сверхпластичности для ряда керамических материалов и показаны принципиальные возможности деформирования керамики различными способами.

Однако с технологической точки зрения сверхпластичность керамики изучена пока еще недостаточно. Отсутствуют теоретические разработки и

С.С.Г. ДА.С.В.

технологические рекомендации по вопросам, решаемым традиционной обработкой материалов давлением при производстве готовых изделий.

*В связи с этим **проблема, решаемая в настоящей диссертационной работе, связана с разработкой научных основ обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности.***

Работа выполнялась в соответствии с государственной научно-технической программой «Технологии, машины и производства будущего», проект 0.06.01.0014, а также с Основными научными направлениями фундаментальных исследований Московского государственного института стали и сплавов (направление 9 «Материалы с аморфной, нанокристаллической и ультрамелкозернистой структурой»).

**Цель работы:** на основе теоретического и экспериментального изучения феноменологических, реологических и структурно-кинетических закономерностей вязкопластической деформации керамических материалов с субмикронной структурой разработать методы решения задач и принципы рационального построения технологических процессов обработки давлением таких материалов в состоянии сверхпластичности для получения деталей сложной формы с повышенными эксплуатационными свойствами.

Для достижения поставленной цели в работе были поставлены и решены следующие **задачи исследования:**

1. Экспериментально и теоретически изучить влияние температурно-скоростных и структурно-кинетических факторов на характеристики высокотемпературной деформации керамических материалов с субмикронным зерном и на этой основе определить термомеханические режимы их обработки давлением в состоянии сверхпластичности.
2. Разработать реологическую модель вязкопластической среды, адекватно описывающую процесс высокотемпературной деформации сверхпластичных керамических материалов и отражающую особенности их физической природы и структурного состояния.
3. Разработать методику математического моделирования процессов сверхпластического деформирования керамики с учетом сжимаемости среды и изменяющихся в процессе деформации параметров структуры.
4. Исследовать и теоретически проанализировать основные технологические процессы обработки давлением сверхпластичной керамики.
5. Сформулировать принципы разработки технологии обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности для получения деталей заданной формы с повышенными эксплуатационными свойствами.

**Автором выносятся на защиту** реологическая модель нелинейно-вязкой среды, отражающая специфику процессов сверхпластической деформации и структурного состояния керамических материалов с субмикронным зерном; результаты исследований термомеханических режимов высокотемпературной деформации, закономерностей вязкого течения сверхпластичной керамики и обобщения феноменологических особенностей сверхпластиче-

ской деформации керамики с субмикронной структурой; математические модели процессов деформации сверхпластичных керамик, учитывающие структурно-кинетические особенности материала; результаты теоретического и экспериментального анализа технологических процессов обработки давлением керамических материалов; технологические рекомендации по режимам и принципу построения технологии обработки керамики давлением в состоянии сверхпластичности. В совокупности, перечисленные положения составляют научные основы обработки давлением керамических материалов с субмикронной структурой в состоянии сверхпластичности.

### **Научная новизна.**

1. Установлено существование трех скоростных областей на кривой сверхпластичности (зависимости напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах), которые характеризуются разными значениями показателя скоростной чувствительности  $m$ , причем на третьем высокоскоростном участке значение  $m$  увеличивается до единицы, а область перехода от второго к третьему участку является верхней границей скоростного интервала сверхпластичности керамических материалов.
2. Получены новые данные о характеристиках высокотемпературной деформации ряда керамических материалов с субмикронной структурой и установлены общие закономерности влияния на эти характеристики температуры деформации, структуры и плотности материала, примесей и микродобавок.
3. Количественные характеристики структурных изменений и пористости в процессе консолидации и сверхпластического деформирования керамики с субмикронной структурой обобщены в форме феноменологических моделей. Установлено, что приращение объема структурных составляющих пропорционально длительности высокотемпературного воздействия, а скорость приращения объема зерен возрастает с увеличением скорости и температуры деформации; изменение пористости в процессе уплотнения описывается обратной экспоненциальной зависимостью от времени, а при деформации растяжением – прямой экспоненциальной зависимостью от деформации.
4. Разработана реологическая модель нелинейно-вязкой среды, отражающая специфику процессов сверхпластической деформации и структурного состояния поликристаллических керамических материалов с субмикронным зерном, включающая определяющее уравнение связи между компонентами тензоров напряжения и скорости деформации с двумя реологическими коэффициентами вязкости и структурно-кинетические уравнения для параметров размера зерна и пористости. Модель построена в виде иерархического графа реологических коэффициентов вязкости, описывающих механизмы деформации на разных структурных уровнях.
5. Разработана методика математического моделирования процессов формирования сверхпластичной керамики, основанная на решении связанной задачи вязкого течения сжимаемой среды со структурно-кинетическими параметрами с использованием метода конечных элементов.
6. Установлены закономерности изменения вязкости керамики в процессе

деформации и показано, что основными факторами, определяющими эти изменения, являются рост размера структурных составляющих и изменение пористости материала в процессе деформирования. При растяжении основным фактором, определяющим развитие локализации деформации, является уменьшение величины коэффициента сдвиговой вязкости, обусловленное развитием микропористости, приводящие к разрушению керамики.

7. Предложены схемы разработки и теоретического анализа процессов сверхпластической формовки керамики, включающие расчет геометрических параметров, времени деформирования и выбор способа формовки на основе классификатора типовых деталей.

8. Разработаны основы построения и анализа процессов сверхпластической объемной штамповки, включающие методику расчета полей напряженно-деформированного состояния, распределения структурных характеристик и плотности поковки, определение энергосиловых параметров процесса, выбор на основе классификатора поковок способа деформирования.

9. Установлены особенности изменения плотности исходно пористых заготовок при осадке и показано, что процесс сверхпластического деформирования является высокоэффективным способом получения плотных керамических заготовок.

10. Сформулированы общие принципы разработки технологии обработки давлением в состоянии сверхпластичности керамических материалов с субмикронной структурой, включающие технологические рекомендации и алгоритмы выбора способа и режимов консолидации заготовки, схем и режимов сверхпластического деформирования, требования к оборудованию, оснастке и штамповым материалам, оценке качества поковок и технико-экономической эффективности технологии.

### **Практическая значимость и реализация результатов.**

Экспериментально опробованы технологические процессы обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности:

- процесс открытой штамповки тонких пластин для заготовок хирургического скальпеля из тетрагонального диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, 3,4 мол.%  $Y_2O_3 - ZrO_2$  (Y-TZ);
- процесс выдавливания ребер при закрытой штамповке керамики Y – TZ;
- процесс обратного выдавливания деталей типа стакан из керамики Y – TZ;
- процесс прямого выдавливания штифтов из биоактивной керамики гидроксиапатита кальция  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ .

Разработанные технологические рекомендации были использованы при получении опытных образцов изделий медицинского назначения для МГП «Ультраформ», заготовок высокоплотной керамики на основе диоксида циркония для ГУП «НПО Техномаш», НПО Машиностроения и НПО «Факт».

**Апробация работы.** Материалы диссертации докладывались и обсуждались на четырех Всесоюзных конференциях по сверхпластичности металлов и неорганических материалов: Москва - 1981 г., Тула - 1986 г., Уфа - 1989

г., Уфа - 1992 г.; 3-х международных конференциях по сверхпластичности перспективных материалов: 1991 г. - ICSAM-91, Осака, Япония; 1994 г. - ICSAM-94, Москва, Россия; 1997 г. - ICSAM-97, Бангалор, Индия; на международной конференции "100 лет российскому автомобилю", Москва, 1996 г.; на 2-х советско-китайских семинарах по теории и технологии кузнечно-штамповочного производства: 1990 г. – Воронеж; 1990 г. – Пекин, КНР; на конференциях "Бернштейновские чтения по ТМО металлических материалов", Москва, 1996 г.; "Теория и технология процессов пластической деформации", Москва, 1996; на международном симпозиуме по материаловедению и технологии ISMST'2000, Харбин, Китай.

**Публикации.** Основные результаты диссертации отражены в 52 публикациях: 4 брошюрах, 24 статьях, 23 тезисах докладов.

**Объем диссертации.** Работа изложена на 362 стр., состоит из введения, семи глав, заключения, 4 приложений, содержит 181 рисунок, 15 таблиц, список использованной литературы включает 415 наименований.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**В первой главе** проведен анализ перспективы использования обработки давлением керамических материалов для получения точных деталей с повышенными эксплуатационными свойствами, рассмотрены вопросы физической природы сверхпластической деформации, сформулирована проблема и обоснованы основные задачи работы. Рассмотрены направления совершенствования четырех основных этапов керамической технологии: получения исходного порошка, консолидации его в плотную заготовку, заключительной обработки и контроля керамического изделия. Формообразование керамической заготовки, максимально приближающее ее к форме готового изделия, должно быть завершено до этапа завершающей обработки. Отсюда вытекает определяющая роль технологического этапа консолидации (процесса получения связанного твердого тела) в производстве керамических изделий, при котором большое значение имеют процессы обработки давлением, обеспечивающие высокие показатели физико-механических свойств и надежности за счет улучшения структурных характеристик и уменьшения остаточной пористости. Среди процессов обработки давлением большой интерес представляет сверхпластическое деформирование керамики, что во многом связано с успехами технологии синтеза субмикронных и нанокристаллических порошков контролируемого состава и совершенствованием методов спекания под давлением в 80-е годы. Плотные заготовки, полученные из таких порошков, имеют все предпосылки для проявления эффекта сверхпластичности при условии сохранения субмикронных зерен на всех этапах обработки.

Сверхпластическая деформация (СПД) определяется как вязкопластическое течение поликристаллического материала в особом структурном состоянии при определенных температурно-скоростных условиях. Эффект проявляется в способности материала деформироваться с очень большими удлинениями до разрушения и характеризуется высокой чувствительностью на-

пряжения к изменению скорости деформации  $m = d \lg \sigma / d \lg \dot{\epsilon} > 0,3$ .

Обзор исследований СПД керамики, проведенных в 80-90-е годы Дж.Хартом, А.Чакледером, Дж.Крампоном, Б.Эскейгом, К.Кэрри, А.Мосселином, Ф.Вакаи, Дж.-Г.Ваном, Р.Раджем, Т.Лэнгдоном, Т.Дж.Ни, Дж.Вадсвортом, О.Д.Шерби и др., показал, что сверхпластичность керамик во многом феноменологически подобна сверхпластичности металлических материалов, что позволяет считать это явление универсальным для ультрамелкозернистых поликристаллических материалов, включая металлические, ионные и ковалентные поликристаллы. Определяющим фактором проявления структурной сверхпластичности является размер структурных составляющих. У металлов и интерметаллидов сверхпластическое поведение значительно наблюдается при размере зерен менее 10 мкм, у керамических материалов - не более 1 мкм, при условии стабильности такой структуры в процессе деформации.

Основными механизмами деформации при СПД поликристаллических материалов, по мнению большинства исследователей, являются зернограницное скольжение (ЗГС), диффузионный массоперенос и внутризеренная дислокационная ползучесть (ВДП). Их проявление, различные сочетания и конкретная реализация на уровне атомных механизмов деформации зависят от скоростного интервала и температуры деформирования, физической природы и особенностей структуры сверхпластичного материала. Для керамики типичны ионные и ковалентные типы связи, характеризующиеся высокой прочностью и четкой направленностью, что ограничивает подвижность электронов и атомов и препятствует ВДП. В результате при низких гомологических температурах пластическая деформация в керамике отсутствует (материал хрупкий). С повышением температуры возрастает роль диффузионных процессов, что проявляется в высокотемпературной ползучести керамики, а с уменьшением размеров структурных составляющих возрастает роль границ зерен и фаз, появляется возможность деформации за счет ЗГС. Именно ЗГС и диффузионная ползучесть играют основную роль при СПД керамики. Среди остальных процессов, сопутствующих ЗГС, необходимо особо отметить порообразование. Роль пористости при СПД керамики особенно важна: с одной стороны, поры способствуют ЗГС, с другой стороны, пористость является одной из причин разрушения материала.

Теоретические основы процессов обработки давлением, используемых в традиционной порошковой и керамической технологии, разработаны в работах Р.Грина, Г.Я.Гуна, Б.А.Друянова, Г.Н.Ждановича, М.С.Ковальченко, В.Е.Перельмана, Г.Л.Петросяна, Р.Я.Попильского, Ю.Е.Пивинского, В.В.Скоорохода, М.Б.Штерна, С.Шимы и др. К таким процессам относятся различные способы прессования порошковых материалов, холодное и горячее изостатическое прессование порошковых и пористых тел. В работах Ф.Вакаи, Дж.Виттенауера, Т.Дж.Ни, Дж.Вадсворса, К.Кэрри, И-Вэй Чена, М.Майо и др. проведено экспериментальное опробование ряда технологических процессов СПД керамических материалов и отмечено, что при использовании сверхпластичности для получения изделий из ультрамелкозернистой керами-

ки могут быть применены различные способы горячей обработки давлением.

Особенности СПД керамических материалов: различие в действующих механизмах СПД, в частности, в ограниченной возможности ВДП (чисто пластической деформации), сильная зависимость СПД от примесей, влияющих на физические и микроструктурные характеристики материала, пористость, которая при СПД металлов практически не рассматривается, - требуют их учета и соответствующей корректировки в процессах высокотемпературной деформации керамики. Развитие теории обработки давлением в состоянии сверхпластичности керамических материалов с субмикронной структурой без учета отмеченных особенностей невозможно. Реологическое направление как основа такой теории представляется наиболее важным, поскольку в рамках реологической теории появляется возможность количественной описания особенностей сверхпластичности керамики.

Во второй главе приведены и обобщены результаты исследований термомеханических режимов СПД керамических материалов.

Аналогично сверхпластичным металлическим материалам определим *сверхпластичную керамику* как керамический материал со стабильной ультрамелкозернистой структурой, проявляющий сверхпластичность при определенных температурно-скоростных условиях деформации в течение технически приемлемого времени. Укрупнено можно выделить два основных типа сверхпластичной керамики: однофазные материалы и композиты.

Структура керамики первого типа представляет собой совокупность равноосных субмикронных зерен, разделенных, как правило, высокоугловыми границами. К этому типу относится конструкционная керамика на основе диоксида циркония 3 мол. %  $Y_2O_3 - ZrO_2$  (принятое обозначение 3Y-TZ), которой принадлежат "мировые" рекорды максимального удлинения для керамических материалов. Керамические композиционные материалы имеют структуру двух видов: микродуплексную, состоящую из двухфазной смеси керамических кристаллитов (композиты  $ZrO_2/Al_2O_3$  с объемной долей оксида алюминия 10–95%), или матричную с включениями второй фазы различной формы (материалы на основе  $Si_3N_4$  и SiC).

В результате собственных экспериментальных исследований высокотемпературной деформации, проведенных автором на керамиках 3,4Y-TZ (молярная доля  $Y_2O_3$  3,4%) и гидроксипатите кальция, а также сопоставления и обобщения данных Ф.Вакаи, Дж.Вадсуорта, Дж.Виттенауэра, К.Кэрри, Т.Лэнгдона, М.Майо, В.С.Мурти, Т.Дж.Ни, К.Окады, Д.М.Оуэна, Р.Раджа, Т.Роксела, Т.Сакумы, О.Флечера, И-Вей Чена, А.Х.Чокши, О.Д.Шерби и др., полученных для керамических материалов разных структурных типов, были определены количественные характеристики параметров деформации (напряжения течения  $\sigma$ , скорости деформации  $\dot{\epsilon}$ , показатели скоростной чувствительности  $m$  и ползучести  $n$ ) и структуры материала (размер зерна  $d$ , показатель структурной чувствительности  $p$ , пористость  $P$ ) и влияние на эти характеристики температуры  $T$ , исходного размера зерна  $d_0$  и пористости  $P_0$ , а также их изменение в процессе деформации. Полученные результаты позво-

лили сформулировать феноменологические особенности СПД керамических материалов, являющиеся основой для выбора температурно-скоростных режимов их деформирования в процессах обработки давлением.

Принципиальное различие СПД металлов и керамики, не относящееся непосредственно к феноменологии сверхпластичности, однако значительно влияющее на параметры деформации, связано со структурными характеристиками керамических материалов. Размер структурных составляющих, необходимых для проявления эффекта сверхпластичности в керамике, составляет 0,1 – 1 мкм, что в десять раз меньше, чем в сверхпластичных металлах и сплавах. Получение керамических заготовок для последующей СПД с таким размером зерна осуществляется из нанокристаллических порошков способами высокотемпературной консолидации. Наиболее важными процессами, определяющими рост размера зерна, являются спекание, когда нанокристаллический порошок за счет диффузионных процессов консолидируется в твердое тело, и процесс деформации при формообразовании плотной керамики.

Из экспериментальных данных для однофазной керамики 3,4Y-TZ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 0,1 \text{ мас.}\% \text{ MgO}$ , гидроксиапатита кальция  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , композитов  $\text{ZrO}_2/20 \text{ мас.}\% \text{ Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3/10 \text{ мас.}\% \text{ ZrO}_2$  установлено, что значительное увеличение среднего размера зерна происходит на начальной стадии спекания в течение первого часа, при этом с увеличением температуры рост зерна происходит быстрее и увеличивается дисперсии зерен по размерам. Приращение объема зерен пропорционально длительности спекания, а скорость приращения объема зерен при спекании является термоактивируемой величиной с энергией активации  $Q_s = 215 \text{ кДж/моль}$ . СПД увеличивает скорость роста зерен. Приращения объема зерен линейно зависят от времени деформирования. Скорость приращения объема зерен возрастает с увеличением скорости деформации и температуры, а энергия активации  $Q_g = 250 \text{ кДж/моль}$ .

Количественно структурные изменения при консолидации и СПД керамики с субмикронным зерном описываются уравнение структурной эволюции

$$d^q - d_0^q = (A_s + A_d \xi^{1/n}) \exp(-Q_g / RT) (t - t_0), \quad (1)$$

где  $A_s$ ,  $A_d$ ,  $q$ ,  $n$  – константы материала,  $R$  – универсальная газовая постоянная.

В процессе консолидации наряду с изменением размера зерна происходит увеличение плотности керамики. Плотность  $\rho$ , близкая к теоретической  $\rho_t$ , достигалась спеканием исходного порошкового компакта из 3,4Y-TZ с начальной плотностью  $0,5\rho_t$ , (после холодного прессования) при температуре  $1573 - 1673 \text{ К}$  в течение  $1 - 2$  часов. Изменение пористости  $P = 1 - \rho/\rho_t$  при спекании описано обратной экспоненциальной зависимостью от времени

$$P = P_0 \exp(-K_s t), \quad (2)$$

где  $K_s$  – константа, зависящая от температуры,  $t$  – длительность спекания. СПД значительно повышает скорость уплотнения, при этом плотность  $\rho/\rho_t \approx 1$  достигается при деформации  $0,3-0,5$ , величина которой зависит от температуры, скорости деформации и исходной плотности. Энергия активации при уплотнении 3,4Y-TZ  $Q_s = 254 \text{ кДж/моль}$ . Сопоставление энергий активации

процессов роста зерен и уплотнения при спекании и СПД керамики 3,4Y-TZ позволяет сделать вывод, что они, вероятно, обусловлены одним механизмом - самодиффузией катионов по границам зерен ( $Q=290$  кДж/моль).

Зависимость напряжения течения от скорости деформации в координатах  $\log \sigma - \log \dot{\xi}$  (кривая сверхпластичности) для сверхпластичных керамических материалов имеет линейный вид в достаточно широком интервале скоростей деформации. Однако, существовавшие утверждения о том, что на кривой сверхпластичности керамики есть только одна линейная область, следует признать несостоятельными. Экспериментально показано существование трех скоростных областей на кривой сверхпластичности, характеризующихся разными значениями показателя скоростной чувствительности  $m$ : на 1-ом низкоскоростном интервале ( $\dot{\xi} < 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ ) значения показателя  $m = 0,33$ ; на 2-ом интервале СПД ( $10^{-6} - 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) показатель  $m = 0,33 - 0,5$ ; на 3-м высокоскоростном интервале показатель  $m \rightarrow 1$  (для металлических материалов показатель  $m$  на этом интервале уменьшается до  $0,2 - 0,3$ ). При этом показатели пластичности керамики в 3-ей области скоростей деформации резко снижаются. Существование трех скоростных областей на кривой сверхпластичности керамики объяснено сменой механизмов деформации, контролирующих скорость сверхпластического течения. Напряжение и скорость деформации, соответствующие области перехода к 3-му высокоскоростному интервалу, зависят от размера зерна керамики ( $\sigma$  и  $\dot{\xi}$  тем меньше, чем больше размер зерна) и химического состава (уменьшаются с увеличением объемной доли второй фазы). Область перехода от показателя  $m = 0,33 - 0,5$  к  $m = 1$  предложено считать верхней границей скоростного интервала СПД керамики.

Определены количественные характеристики высокотемпературной деформации (напряжения течения, скорости деформации, показатели ползучести и скоростной чувствительности) керамики Y-TZ,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  и композитов системы  $\text{ZrO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$  и влияние на эти характеристики деформации, температуры, исходной структуры и относительной плотности. Влияние деформации связано в основном со структурными изменениями в керамике, что проявляется в характере упрочнения, связанного с уплотнением материала, содержащего начальную пористость, и со структурными изменениями, обусловленными деформационно-стимулированным ростом зерен: при одинаковой температуре и скорости деформации напряжение течения тем выше, чем выше плотность и больше размер зерна. При низких скоростях деформации происходит упрочнение материала, обусловленное ростом зерен керамики, наиболее значимо наблюдаемое при самых низких скоростях деформации. Разупрочнение материала при скорости деформации выше  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  очевидно связано с образованием пор и трещин на свободной поверхности образца.

Температурный интервал СПД керамики находится в пределах от температуры начала рекристаллизации ( $0,5 T_{\text{нп}}$ ) до температур начала собирательной рекристаллизации ( $0,8 - 0,9 T_{\text{нп}}$ ). Самый низкий интервал гомологических температур сверхпластичности имеют керамики на основе Y-TZP ( $0,5 - 0,7 T_{\text{нп}}$ ). Более высокие значения гомологических температур СПД ( $0,9 T_{\text{нп}}$ )

керамических материалов на основе  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  связаны, по всей видимости, с необходимостью присутствия стеклообразной фазы, образующей на поверхности зерен жидкую прослойку, способствующую СПД. Увеличение температуры способствует повышению сверхпластических свойств: напряжение течения уменьшается, скорость  $\dot{\epsilon}$  и пластичность материала увеличиваются. При низких температурах происходит заметное разупрочнение материала в процессе деформации, однако, степень деформации до разрушения образца мала. При более высоких температурах преобладают процессы упрочнения, связанные с ростом зерен. Зависимость напряжения течения от температуры представлена уравнением Аррениуса

$$\sigma = C_{\sigma} \xi^m \exp(Q_{\sigma} / RT), \quad (3)$$

где  $Q_{\sigma}$  - кажущаяся энергия активации. Для керамики 3,4Y-TZ значение  $Q_{\sigma} = 265$  кДж/моль, причем  $Q_{\sigma}$  практически не зависит от  $\xi$  и размера зерна.

Зависимость напряжения от размера зерна в двойных логарифмических координатах имеет линейный вид, что позволяет описать ее в форме степенной зависимости. Используя уравнение нелинейно-вязкой среды, описывающее СПД керамических материалов в виде

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^p \exp(-Q_{\dot{\epsilon}} / RT), \quad (4)$$

где  $p$  – показатель структурной чувствительности материала. Значение  $p=2$  наблюдалось для многих керамических материалов на основе Y-TZP, композитов YTZ/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%TiO<sub>2</sub>. Для ряда керамик значения  $p = 3$  (для 2Y-TZP, YTZP+муллит, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%ZrO<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%HfO<sub>2</sub>,  $\beta$ -сподумен, Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) и  $p = 1$  (для 2Y-TZP+0,3%CuO, YTZP/20%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Разница в значениях показателя  $p$  может быть связана с влиянием химического состава и условиями СПД, т.е. с разными механизмами, контролирующими ЗГС.

В нанокристаллическом и субмикронном интервале размеров зерен их величина мало влияет на величину показателя  $m$  (или  $n$ ) в керамических материалах (для металлов  $n$  также слабо зависит от размера зерна в интервале 1 – 10 мкм). Однако с увеличением размера зерна в керамике более 1 мкм показатель  $n$  увеличивается до единицы (в металлах с увеличением размера зерна более 10 мкм величина  $n$  уменьшается). Увеличение показателя  $n$ , вероятно, связано с уменьшением вклада ЗГС и основным механизмом деформации керамики становится диффузионная ползучесть, при этом пластичность материала уменьшается.

Отличительной особенностью СПД керамики является сильная зависимость от примесей в материале. В металлах роль малых концентраций примесей слабо сказывается на характере зависимости " $\lg \sigma - \lg \dot{\epsilon}$ " и, следовательно, на величинах  $m$  и  $\sigma$  во 2-ой скоростной области. Для керамик, напротив, роль чистоты материала весьма высока, что связано с влиянием примесей на структуру межзеренных границ: с появлением межзеренных стеклообразных и аморфных фаз; изменением энергии границ зерен; изменением энергии активации объемной диффузии катионов в твердом растворе. Степень влияния зависит от величины заряда и относительного размера катиона примеси: ка-

тионы с меньшей валентностью могут выделяться на границе, образуя пространственно заряженное облако и уменьшая подвижность границы; подвижность больших катионов меньше, чем катионов малого размера.

Существенное различие имеется в поведении металлов и керамики при разрушении. Максимальное удлинение металлов наблюдается при скоростях деформации, соответствующих 2-ой области, максимальное удлинение керамики наблюдается при самых медленных скоростях, достигаемых в эксперименте, что связано с разным характером порообразования при СПД: порообразование наиболее сильно проявляется в керамиках при высоких скоростях, а в металлах, наоборот, при самых низких скоростях деформации.

**В третьей главе** сформулированы реологические основы СПД керамики. На основе анализа феноменологических особенностей проявления сверхпластичности керамических материалов определены требования к модели СПД, которая должна отражать следующие реологические особенности керамики с субмикронной структурой: 1) характерную линейную форму зависимости напряжения течения от скорости деформации в двойных логарифмических координатах в широком интервале температур и скоростей деформации ( $10^{-6} - 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) и изменение наклона этой зависимости, обусловленное изменением показателей скоростной чувствительности  $m$  и ползучести  $p$ ; 2) зависимость напряжения течения (или скорости деформации) от размера зерна, учитывающая структурную чувствительность керамики; 3) зависимость напряжения течения (или скорости деформации) от температуры, отражающая термически активируемую природу СПД; 4) соотношения, связывающие параметры деформации с изменением структурных характеристик (размера зерна, пористости) и уравнивания, описывающие изменение этих характеристик в процессе деформации; 5) влияние примесей и добавок на реологические характеристики материала.

При построении реологической модели СПД были приняты допущения: 1) постулат макрофизической определимости А.А. Ильюшина; 2) материал изотропен; 3) сжимаемость материала обусловлена наличием структурных дефектов, которые распределены равномерно. Основное функциональное соотношение для СПД вязкопластичных материалов имеет вид:

$$T_{\sigma} = \mathfrak{Z}(T_{\xi}) \quad \text{или} \quad T_{\xi} = \mathfrak{Z}^{-1}(T_{\sigma}), \quad (5)$$

где  $T_{\sigma} = [\sigma_{ij}]$  и  $T_{\xi} = [\xi_{ij}]$  – соответственно тензоры напряжений и скоростей деформации. Основными свойствами вязкопластической среды, к которой с реологической точки зрения относятся сверхпластичные материалы, являются пороговый характер течения и пропорциональность скоростей деформации величине превышения напряжений над уровнем, определяемым поверхностью текучести. Оценка на основе экспериментальных данных величины порогового напряжения  $\sigma_{th}$ , ниже которого сверхпластичная керамика не течет, показала, что  $\sigma_{th}$  более чем на порядок меньше характерных для СПД напряжений течения, т.е. пластическим сопротивлением среды можно пренебречь и сверхпластическое течение материала рассматривать как вязкое. Реологические свойства такой среды определяются коэффициентами сдвиговой  $\eta$  и

объемной  $\zeta$  вязкости и их изменением в процессе деформации, а основное реологическое уравнение имеет вид

$$\text{а) } \xi_{ij} = \frac{\tau_{ij}}{2\eta} + \frac{\sigma_0}{3\zeta} \delta_{ij}, \quad \text{или} \quad \text{б) } \sigma_{ij} = 2\eta \xi_{ij} + \zeta \xi_v \delta_{ij}, \quad (6)$$

где  $\tau_{ij}$ ,  $\zeta_{ij}$  – компоненты девиаторов напряжений и скоростей деформации,  $\sigma_0$  – среднее напряжение  $\sigma_0 = \sigma_{ij} \delta_{ij} / 3$ ,  $\xi_v = \xi_{ij} \delta_{ij}$  – деформация объема,  $\delta_{ij}$  – символ Кронекера. Определение функциональной зависимости коэффициентов вязкости  $\eta$  и  $\zeta$  от параметров термомеханического процесса и структуры материала проводили в рамках интегрированной реологической модели вязкости сверхпластичных материалов.

На феноменологическом уровне с позиции микрореологии дисперсных систем, содержащих в вязкой среде дисперсную фазу в виде пор, были определены зависимости коэффициентов сдвиговой и объемной вязкости от коэффициента сдвиговой вязкости твердой фазы  $\eta_t$  и относительной плотности материала  $\rho_{rel}$ . Вязкость  $\eta_t$  определяли на основе анализа связанных и независимых механизмов деформации, контролирующих СПД. Формализовано, такой подход к анализу вязкости был представлен в виде иерархического графа, отражающего всю совокупность различных комбинаций вязких процессов на разных структурных уровнях. Поэтапный анализ вязкости проводился до тех пор, пока известные данные о механизмах деформации дают основание для дальнейшей детализации.

Объемная вязкость, связанная с процессами последействия и релаксации при деформации объема, для керамических материалов, обладающих пористостью, выражена достаточно ярко. Решая задачу о деформации под действием внешнего приложенного давления  $p$  элемента среды радиуса  $R_2$ , содержащий расположенную в центре пору радиуса  $R_1$ , при допущении, что объемное течение среды обусловлено только наличием пор ( $\Pi = R_1^3 / R_2^3$ ), а деформация направлена по радиусу и зависит только от радиуса, получили выражение для кажущегося коэффициента объемной вязкости в виде

$$\zeta_{app} = 4\eta \cdot (1 - \Pi) / 3\Pi = 4/3 \cdot \eta_{rel} / (1 - \rho_{rel}), \quad (7)$$

Аналогичные выражения ранее были получены Дж. Маккензи и В.В. Скороходом. Для определения коэффициента сдвиговой вязкости использовали подход Эшелби – Маккензи, основанный на анализе полей деформации в среде, содержащей точечные дефекты. Для случая вязкого течения сплошной среды с коэффициентом вязкости  $\eta_t$ , содержащей включение с коэффициентом вязкости  $\eta'$ , сдвиговая вязкость системы определяется уравнением

$$\eta_{rel} = \frac{\eta}{\eta_t} = 1 + c_v \frac{\eta' - \eta}{\eta_t - \beta(\eta_t - \eta')}, \quad (8)$$

где  $\beta = 2/15 \cdot (4 - 5\nu_\xi) / (1 - \nu_\xi)$ ,  $\nu_\xi$  – коэффициент поперечного течения,  $c_v$  – объемная концентрация включений. Когда включение является порой  $\eta' = 0$ , а  $c_v = \Pi$ , получили

$$\eta_{rel} = 1 - 15\Pi \cdot (1 - \nu_\xi) / (7 - 5\nu_\xi). \quad (9)$$

Уравнение (9) является вязким аналогом уравнения Маккензи, полученного для упругой сплошной среды с дисперсией сферических полостей.

Коэффициент поперечного течения, являющийся вязким аналогом коэффициента Пуассона, также зависит от плотности материала

$$\nu_{\xi} = \frac{1}{2} \cdot \frac{3\zeta - 2\eta}{3\zeta + \eta} = \frac{3\rho_{\text{rel}} - 1}{3\rho_{\text{rel}} + 1} = \frac{2 - 3\Gamma}{4 - 3\Gamma}. \quad (10)$$

Соотношения (7) – (10) однозначно определяют вязкие характеристики среды на феноменологическом уровне деформации при заданных значениях  $\eta_{\tau}$  и плотности  $\rho_{\text{rel}}$  ( $1/3 < \rho_{\text{rel}} < 1$ ). При  $\rho_{\text{rel}} \rightarrow 1$   $\zeta/\eta_{\tau} \rightarrow \infty$ , т.е. вязкую деформацию объема при таких плотностях можно не учитывать. В этом случае вместо уравнения (6) используя уравнение М.Рейнера

$$\sigma_{ij} = 2\eta\zeta_{ij} + (K\varepsilon_v + \zeta\xi_v)\delta_{ij}, \quad (11)$$

где  $\varepsilon_v$  – деформация объема,  $K = 4/3 \cdot \mu\rho_{\text{rel}}/(1 - \rho_{\text{rel}})$  – объемный модуль упругости,  $\mu = 0,5E/(1 + \nu_{\xi})$  – модуль сдвига,  $E$  – модуль Юнга,  $\nu_{\xi}$  – коэффициент Пуассона. По данным об упругих свойствах керамики Y-TZP была определена температурная зависимость модуля Юнга  $E$  и зависимость объемного модуля упругости  $K$  от  $\rho_{\text{rel}}$ . При температуре деформации 1573 К значения упругих модулей составили:  $E = 110$  ГПа,  $\mu = 40$  ГПа,  $\nu_{\xi} = 0,32$ .

Для анализа экспериментальных данных о влиянии различных факторов на феноменологическую вязкость сверхпластичных керамик использовали коэффициент Трутона  $\lambda_{\tau} = \sigma_x/\xi_x = 9\zeta\eta/(3\zeta + \eta) = 12\eta\rho_{\text{rel}}/(1 + 3\rho_{\text{rel}})$ , характеризующий вязкость материала при одноосной деформации с учетом его относительной плотности. Было установлено, что коэффициент  $\lambda_{\tau}$  на начальном этапе осадки возрастал, а затем после некоторой критической величины истинной деформации происходило его монотонное убывание. Значение критической деформации определяло полное уплотнение, что было подтверждено прямым изменением плотности образцов. Значение критической деформации зависело от исходной плотности материала, температуры и скорости деформации. По данным значения коэффициента вязкости Трутона и относительной плотности материала были вычислены значения коэффициента сдвиговой вязкости твердой фазы  $\eta_{\tau}$  для разных значений температуры, напряжения и размера зерна.

С увеличением температуры сдвиговая вязкость керамического материала убывает в соответствии с законом Аррениуса, что полностью согласуется с термически активируемым характером вязкого течения. С увеличением напряжения течения и уменьшением размера зерна вязкость также уменьшается, подчиняясь степенным законам. Были получены обобщенные диаграммы зависимости сдвиговой вязкости керамики 3,4Y-TZ, 2,5Y-TZ, 3Y-TZ и  $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{ZrO}_2$  от напряжения, температуры и размера зерна. С учетом полученных данных уравнение вязкости было представлено в виде

$$\eta_{\tau} = A_{\eta} \frac{d^p}{\sigma_{\xi}^N} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (12)$$

где  $N$  - показатель закона вязкости,  $A_\eta$  - коэффициент вязких свойств.

На основе анализа многочисленных экспериментальных данных были определены параметры уравнения для большого числа керамических материалов с субмикронным зерном. Было установлено, что величина показателя  $N$  варьируется от 0 до 2, а показателя  $p$  - от 1 до 3. На величины этих параметров влияет в первую очередь физико-химические характеристики материала (количество примесей и добавок, наличие или отсутствие аморфных зернограницных фаз и т.п.), а также температурный интервал деформации и в меньшей степени интервал действующих напряжения и размеров зерна.

Указанные особенности реологического поведения керамических материалов были объяснены с точки зрения действующих при СПД механизмов деформации и их смены при изменении температурных условий деформирования. В связи с этим, для дальнейшего развития реологической модели СПД керамики был проведен анализ механизмов деформации, контролирующих сверхпластическое течение керамических материалов с разными типами структур границ зерен. В зависимости от наличия примесей, формирующих стеклоподобную фазу по границам зерен (ГЗ), или примесей, сегрегированных вдоль ГЗ, их объемной доли, размера зерна и уровня напряжений, разработан алгоритм выбора параметров уравнения вязкости для различных механизмов деформации (рис.1).

Реологическое уравнение вязкости для процесса ЗГС керамического материала может быть представлено с позиций двух связанных механизмов, контролирующих деформацию, в виде

$$\eta_{згс}^4 = A_D d^3 + A_{IR} d / \sigma, \quad (13)$$

а в случае сильной сегрегации примесей вдоль границы, в виде

$$\eta_{згс}^4 = A_D d^2 / \sigma^2 + A_{IR} d^2 / \sigma. \quad (14)$$



Рис.1. Алгоритм выбора реологического уравнения вязкости, показатель закона вязкости  $N$  и структурной чувствительности  $p$  в зависимости от структурных и фазовых характеристик керамики:  
 $V_c$  - объемная доля стеклообразующей фазы,  
 ГЗ - граница зерен

Такой характер реологического поведения был подтвержден данными, полученными из результатов исследования СПД Y-TZ с разным содержанием  $Y_2O_3$ . При большей сегрегации оксида иттрия (4 мол.%) сдвиговая вязкость материала описывается уравнением (14), при меньшей (2,9 мол.%) – уравнением (13). Данные для керамики 2,9Y-TZP демонстрируют смену механизма, контролирующего ЗГС в соответствии с уравнением (13): при больших напряжениях контролирующим механизмом деформации является диффузия по границам зерен и сдвиговая вязкость не зависит от напряжения, при меньших напряжениях – реакция на межфазной поверхности (сдвиговая вязкость обратно пропорциональна напряжению). Влияние температуры деформации и размера зерна на выбор параметров реологического уравнения вязкости было представлено в виде карты механизмов деформации керамики Y-TZ.

Анализ изменения вязкости в процессе СПД показал, что увеличение вязкости керамики обусловлено динамическим ростом зерен при СПД и возможной сменой механизмов деформации, также обусловленной ростом структурных составляющих. Снижение темпов увеличения коэффициента сдвиговой вязкости и последующее снижение его величины, наблюдаемое при значительной деформации растяжения ( $\epsilon > 1,0$ ), объясняется развитием микропористости при ЗГС. Из уравнений вязкости (9) и (10) следует, что изменение вязкости в процессе деформации, обусловленное развитием микропористости при растяжении, может быть оценено выражением

$$\eta/\eta_r = 1 - \frac{5\Pi}{3 - \Pi}. \quad (15)$$

Предсказанное по такой формуле снижение вязкости на 17% при пористости 10%, хорошо согласуется с экспериментальными данными, полученными при растяжении 3Y-TZ до удлинения 400 %.

Анализ экспериментальных зависимостей объемной доли пустот (пористости) от истинной деформации показал, что пористость экспоненциально возрастает с увеличением деформации. К такому же результату приводит теоретическая модель, основанная на степенном законе роста пор Ханкока

$$dr/d\epsilon = r, \quad (16)$$

где  $r$  – радиус сферической поры. С учетом очевидного соотношения между величиной радиуса пор и пористостью  $d\Pi/\Pi = 3 \cdot dr/r$ , было получено уравнение для описания эволюции пористости в процессе СПД при растяжении

$$\Pi = A_n (\exp 3\epsilon - 1), \quad (17)$$

где  $A_n$  – параметр, в общем случае зависящий от температуры, скорости деформации и исходного размера зерна.

Таким образом, базовая система уравнений интегрированной реологической модели СПД керамических материалов включает определяющее уравнение в форме (6) или (11), феноменологические уравнения вязкости (7)–(10), уравнения вязкости (12), (13) или (14), уравнение структурной эволюции (1), уравнение уплотнения (2) или уравнения эволюции микропор (15) и (17). Совместно с уравнениями равновесия

$$\partial \sigma_{ij} / \partial x_j = 0, \quad (18)$$

и соотношениями Навье – Коши

$$\xi_{ij} = 0,5(\partial v_i / \partial x_j + \partial v_j / \partial x_i), \quad (19)$$

эти уравнения образуют математическую модель СПД керамических материалов. С учетом начальных и граничных условий, формулируемых для конкретных процессов высокотемпературного деформирования керамического материала с субмикронной структурой, а также данных о реологических и структурно-кинетических параметрах материала, модель составляет краевую задачу вязкопластического течения сжимаемой сплошной среды. Решение ряда краевых задач для типовых процессов СПД керамики проводили на основе известных численных методов.

**В четвертой главе** сформулирована методика моделирования процессов формоизменения сверхпластичной керамики. Математическое моделирование, основанное на подходах механики вязкопластических сред, проводили с целью определения механического состояния тела в совокупности с внутрискруктурным состоянием. Т.к. СПД керамических материалов реализуется при малых скоростях деформации и их изменение при деформировании происходит достаточно медленно, весь временной интервал разбивали на малые отрезки  $\Delta t$ , в пределах которых считали, что изменение скорости перемещения не происходит. В условиях изотермической деформации граничные условия сводились к механическим, когда на ограничивающей тело поверхности задавались векторы перемещений или скоростей перемещений (кинематические условия), напряжений (силовые условия) или их комбинация (граничные условия смешанного типа).

При условии  $3\eta \geq \sigma_e / \dot{\xi}_e \geq d\sigma_e / d\dot{\xi}_e > 0$  математическая модель СПД сводится к системе уравнений эллиптического типа, причем решение системы с заданными граничными условиями существует, если существует решение соответствующей задачи о движении линейной сжимаемой вязкой среды.

Определяющее уравнение было представлено в виде

$$\sigma_{ij} - \sigma_0 \delta_{ij} = 2\eta(\eta_r, \rho_{rel})(\dot{\xi}_{ij} - \dot{\xi}_0 \delta_{ij}), \quad (20)$$

где  $\dot{\xi}_0 = \dot{\xi}_v / 3$ , а среднее напряжение, в соответствии с уравнением (11),

$$\sigma_0 = K(\mu_r, \rho_{rel}) \cdot \epsilon_v + \zeta(\eta_r, \rho_{rel}) \cdot \dot{\xi}_v = \int_0^t K \dot{\xi}_v dt + \zeta \dot{\xi}_v. \quad (21)$$

Для одного малого шага по времени, с учетом сделанных допущений, среднее напряжение будет равно

$$\sigma_0 = \sum_0^{k-1} K \Delta t \dot{\xi}_v + (K \Delta t + \zeta) \dot{\xi}_v = \sigma^* + (K \Delta t + \zeta) \dot{\xi}_v, \quad (22)$$

где  $\sigma^*$  - накопленное к предыдущему  $(k-1)$ -му шагу деформации гидростатическое напряжение. Этот прием позволяет свести интегро-дифференциальные уравнения равновесия к дифференциальным уравнениям того же порядка. После соответствующих подстановок в уравнение (20) получили уравнение, которое матричной форме имеет вид

$$\{\sigma\} = [H]\{\xi\} + \{\sigma_0\}, \quad (23)$$

где  $\{\sigma\} = \{\sigma_x \ \sigma_y \ \sigma_z \ \sigma_{xy} \ \sigma_{yz} \ \sigma_{xz}\}^T$ ,  $\{\xi\} = \{\xi_x \ \xi_y \ \xi_z \ \xi_{xy} \ \xi_{yz} \ \xi_{xz}\}^T$ ,  $\{\sigma_0\} = \{\sigma^* \ \sigma^* \ \sigma^* \ 0 \ 0 \ 0\}^T$  - векторы-столбцы напряжений, скоростей деформации и накопленного гидростатического напряжения,  $[H]$  - матрица реологических коэффициентов

$$[H] = \begin{bmatrix} H_1 & 0 \\ 0 & H_2 \end{bmatrix}, [H_1] = \begin{bmatrix} 2\eta + K_\eta & K_\eta & K_\eta \\ K_\eta & 2\eta + K_\eta & K_\eta \\ K_\eta & K_\eta & 2\eta + K_\eta \end{bmatrix}, [H_2] = \begin{bmatrix} 2\eta & 0 & 0 \\ 0 & 2\eta & 0 \\ 0 & 0 & 2\eta \end{bmatrix},$$

$K_\eta = K\Delta t + \zeta - 2\eta/3$  - коэффициент объемной вязкоупругости.

На каждом малом шаге деформации элементы матрицы  $[H]$  считали постоянными, а в процессе деформации их значения изменялись от одного шага к другому. Во-первых, такое изменение обусловлено зависимостью реологических коэффициентов от относительной плотности (или  $\Pi$ ) материала:

$$\eta = \eta_\tau \left(1 - \frac{5\Pi}{3 - \Pi}\right), \quad K_\eta = \frac{2}{3} \frac{1 - \Pi}{\Pi} \left(2\mu\Delta t + \eta_\tau \frac{1 - 2\Pi}{3 - \Pi} \frac{2 - 5\Pi}{1 - \Pi}\right), \quad (24)$$

где выражение для  $K_\eta$  получено с учетом выражений (7), (9) - (11). При  $\Pi \rightarrow 0$  выражение для  $K_\eta$  будет стремиться к бесконечно большой величине, в связи с этим в модели вводили ограничение на минимальный уровень пористости (при  $\Pi < 10^{-6}$ ). В качестве уравнения эволюции пористости использовали уравнения (2) при сжатии или (17) при растяжении. Во-вторых, изменение реологических коэффициентов в процессе деформации связано с изменением величины  $\eta_\tau$ , обусловленным изменением размера зерна; в соответствии с (12)  $\eta_\tau \sim d^p$ . Уравнение структурной эволюции (1) в рамках математической модели было представлено в виде

$$d_i = d_{i-1} + (A_s^Q + A_d^Q \xi^m) d_{i-1}^{1-q} / q \cdot \Delta t, \quad (25)$$

где  $d_i, d_{i-1}$  - размеры зерен на текущем и предыдущем шаге по времени, а коэффициенты  $A_s^Q = A_s \exp(-Q_g / RT)$  и  $A_d^Q = A_d \exp(-Q_g / RT)$  являются константами при температуре деформации.

Решение системы уравнений (23) выполняли, используя метод конечных элементов (МКЭ). В случае осесимметричной задачи использовали элементы в виде треугольных в сечении торцов. Решение системы уравнений относительно узловых скоростей перемещений можно получить, используя принцип минимума полной энергии, согласно которому работа внешних сил, совершаемая на заданных произвольных (виртуальных) узловых перемещениях, равна работе, внутренних сил и напряжений на этих же перемещениях.

Компьютерная реализация интегрированной реологической модели базировалось на программном комплексе SPLEN (разработчик комплекса -

проф. Е. Н. Чумаченко), предназначенном для расчетов полей напряжений, деформаций и других параметров процесса деформирования при формоизменении материалов под действием нагрузки с помощью МКЭ. Дополнительно в программный комплекс, содержащий препроцессор, ядро пакета и постпроцессор, была включена библиотека исходных и объектных файлов, формирующих модули интегрированной реологической модели и база данных о реологических и структурно-кинетических параметрах керамических материалов. На основе объектных модулей реологической модели и файлов механико-математических моделей комплекса компоновались прикладные программы моделирования процессов СПД керамики.

Выбор варианта реологической модели производили в соответствии с алгоритмом рис.1. Значения реологических коэффициентов выбирали из базы реологических данных или на основе аппроксимации экспериментальных данных с использованием метода наименьших квадратов. Аналогично определяли значения структурно-кинетических параметров уравнений (1), (2) и (19). Тип контактных условий выбирали, исходя из задач моделирования. Внесение кинематических граничных условий осуществляли в соответствии с методикой, программно реализованной в ядре пакета SPLEN, которая позволяла не нарушать симметрию и ленточную структуру матрицы жесткости.

Вычислительная процедура ядра пакета строилась на основе метода секущих модулей. На первом шаге считали, что коэффициенты  $\eta^e$  постоянны во всей области деформируемого образца. Далее находили из реологических соотношений второе приближение поэлементного распределения поля вязкости  $\eta^e(\xi_e)$ , как функции координат  $\eta^e(x,y)$ . Полученные значения подставлялись в матрицу жесткости и вычисления повторяли до тех пор, пока не выполнялось условие  $|\eta_i^e - \eta_{i-1}^e| < \delta(\eta)$ , где  $i$  – номер итерации,  $\delta(\eta)$  – заданная точность.

**В пятой главе** приведены результаты анализа процессов обработки давлением сверхпластичной керамики в условиях растяжения. Одной из важнейших отличительных особенностей СПД по сравнению с традиционными процессами обработки давлением является возможность реализации больших деформаций растяжения. При реализации эффекта сверхпластичности можно выделить типовые процессы, которые можно осуществить применительно формообразованию растяжением керамических материалов: гибка и вытяжка листовых заготовок, сверхпластическая формовка (СПФ) листовой и трубной заготовки и совмещенный процесс СПФ и диффузионной сварки (СПФ/ДС).

Для изучения стабильности деформации и оценки критерия разрушения под действием растягивающих напряжений был проведен анализ процесса одноосного растяжения образцов из сверхпластичной керамики, основанный на критерии Харта. При растяжении с  $\xi = \text{const}$  условие стабильности деформации было записано относительно коэффициента сдвиговой вязкости:

$$\partial \ln \eta / \partial \varepsilon = \partial \ln \eta_T (d) / \partial \varepsilon + \partial \ln \phi(\Pi) / \partial \varepsilon \geq (n-1)/n, \quad (26)$$

где  $\phi(\Pi) = 1 - 5\Pi/(3-\Pi)$ . Анализ изменения величины  $\partial \ln \eta / \partial \varepsilon$  в процессе деформации, проведенный на основе экспериментальных данных для керамики

ЗУ-ТЗ, показал, что с увеличением деформации  $\epsilon$  она всегда убывает от некоторой начальной величины, в пределе стремясь к нулю. При этом абсолютная величина  $d\ln\eta/d\epsilon$  тем больше, чем выше температура и ниже скорость деформации. Это объясняет тот факт, что максимальные удлинения до разрыва для керамических материалов были получены при высоких температурах и низких скоростях деформации (для ЗУ-ТЗР 800% при 1823 К  $8,3 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ ).

Таким образом, потеря стабильности деформации при растяжении в основном обусловлена развитием пористости. С этим процессом также связано и разрушение сверхпластичной керамики. Из уравнения (17) следует

$$\epsilon_f = \ln(\Pi_f / \Pi_0)^{1/3}, \quad (27)$$

где  $\epsilon_f$  – деформация при разрушении образца,  $\Pi_f$  – соответствующая этой деформации пористость. Используя известное соотношение механики разрушения для критического коэффициента интенсивности разрушения  $K_c$  в виде  $K_c = \sigma \sqrt{\pi C_f}$ , где  $C_f$  – критический размер трещины, а также полагая, что  $C_f$  прямо пропорционально зависит от пористости  $\Pi$ , получили:

$$\epsilon_f = \ln(A_f \sigma^{-2/3}), \quad (28)$$

где  $A_f \sim K_c^{2/3}$  – параметр, характеризующий разрушение материала. Сопоставление соотношения (28) с существующими экспериментальными данными показало хорошее соответствие для целого ряда керамических материалов. Следует отметить, что допущение о прямой пропорциональности величин  $C_f$  и  $\Pi_f$  является лишь первым приближением и требует в дальнейшем более детального анализа.

Численное моделирование процесса растяжения керамических образцов с использованием компьютерной реализации реологической модели позволило получить картину развития геометрической неоднородности вдоль оси образца, а также характер структурных изменений и развития пористости. Распределение размеров зерен вдоль оси образца, которое в рамках модели соответствовало накопленной локальной деформации по сечению образца, имело максимум в сечении разрыва. Расчетная величина среднего размера зерна составила 0,92 мкм (по экспериментальным данным – 0,9 мкм), расчетная пористость в сечении разрыва – 10%.

Анализ процесса СПФ на основе теории безмоментных сферических оболочек из изотропного материала был проведен с целью определения соотношений между геометрическими параметрами заготовки, давлением и временем деформирования с учетом реологических особенностей СПД керамики. С учетом известных допущений были получены уравнения распределения толщины оболочки, деформации, напряжений по меридиональному сечению и зависимость времени деформирования до заданной высоты оболочки. Расчетные зависимости показали хорошее совпадение с экспериментальными данными Дж.Виттенауэра, полученными при СПФ сферических оболочек из керамики ЗУ-ТЗР и  $\text{ZrO}_2/20\%\text{Al}_2\text{O}_3$ . Представленные результаты показывают, что геометрические параметры СПФ керамических материалов феноменологически подобны характеристикам формоизменения сверхпластичных метал-

лических сплавов, а время формовки определяется реологическими характеристиками керамики. Анализ процесса СПФ заготовок более сложной формы проводили с использованием конечно-элементной модели. В результате числительных экспериментов были определены значения геометрических параметров ряда типовых деталей (допустимые соотношения размеров, углов полостей и выступов), которые в дальнейшем нашли отражение в классификаторе деталей для процесса СПФ керамических материалов. Полученные результаты показали, что при СПФ керамики можно использовать те же способы формообразования, что и для металлических материалов. При этом предварительное профилирование заготовки на стадии консолидации позволяет существенно снизить разнотолщинность стенок формируемых деталей.

В шестой главе проведен анализ процессов сверхпластической объемной штамповки керамических материалов.

При использовании режимов СПД для керамики могут быть применены практически все виды горячей обработки давлением, включая операции осадки в открытых и закрытых штампах, открытой и закрытой штамповки, обратного (прошивки в закрытой матрице) и прямого выдавливания (прессование). На основе сопоставления реологических характеристик сверхпластичных металлических и керамических материалов, опыта использования сверхпластической изотермической штамповки труднодеформируемых и малопластичных сплавов с учетом особенностей СПД керамики была выделена перспективная номенклатура керамических поковок для объемной штамповки.

Анализ процессов осесимметричной осадки цилиндрического образца и плоской осадки прямоугольного бруса был проведен для количественной оценки влияния различных факторов деформации на характер изменения полей интенсивности деформаций, скоростей деформации, плотности и структуры в условиях сжатия керамических заготовок. Данные об основных закономерностях этих полей при разных температурно-скоростных режимах и для разного структурного состояния материала показывают, что в процессе осадки керамической заготовки имеет место существенная неоднородность деформации, вызванная контактными условиями и изменением плотности образца. Это особенно проявляется при истинных деформациях 0,6 и выше. Так, интенсивности деформаций и скоростей деформации изменялись по объему образца на конечной стадии деформации в 2 и более раза при осадке цилиндрического образца, и в 5 и более раз при осадке бруса. В отличие от металлических материалов, важным фактором, определяющим неоднородность деформации при осадке керамики, является исходная пористость заготовки и связанный с ней процесс неравномерного уплотнения образца. Наиболее значимо влияние изменения плотности образца проявлялось при истинных деформациях 0,6 и выше. Плотность в первую очередь увеличивалась в центре образца, и при деформации 1,2 и более  $\rho/\rho_0 \rightarrow 1$  во всем объеме образца, но при этом наблюдалось появление растягивающих напряжений в областях, прилегающих к свободной поверхности. Такой характер распределения плотности был подтвержден электронно-микроскопическими исследованиями,

показавшими наличие пор в этой области. Некоторые из этих пор выходили на поверхность образца, образуя сетку мелких порообразных трещин по боковой поверхности. Очевидно, что это необходимо учитывать при разработке технологических процессов объемной штамповки керамики.

Решение проблемы получения высококачественных керамических деталей с повышенными эксплуатационными свойствами связано соблюдением двух необходимых условий: обеспечением высокой плотности и сохранением ультрамелкозернистой (субмикронной) структуры заготовки. Одним из способов реализации двух вышеуказанных условий является использования совмещенного процесса спекания под давлением. Можно выделить два метода спекания под давлением: при всестороннем сжатии, которое может осуществляться под воздействием изостатического давления при горячем изостатическом прессовании (ГИП) или при горячем прессовании в закрытом контейнере, и при сжатии с макросдвигами, которое происходит в процессе осадки.

Исследования влияние ГИП на структуру и плотность предварительно спеченных заготовок из керамики 3,4Y-TZ показали, что по сравнению со спеканием без приложения давления, скорость укрупнения структурных составляющих в процессе ГИП выше, что связано с деформационно-усиленным ростом зерен. В то же время скорость уплотнения при ГИП в исследованном интервале температур (1473 – 1673 К) была недостаточно высокой, хотя также выше, чем при спекании. С учетом полученных результатов можно сделать вывод, что ГИП следует рассматривать как процесс получения плотных заготовок при высоких температурах, когда требование сохранения ультрамелкозернистой структуры не ставится.

Второй метод по своей сути является процессом СПД предварительно спеченной керамической заготовки. В отличие от спекания без приложения давления, при котором основной механизм уменьшения пористости материала связан с диффузионным массопереносом вакансий из пор к границе зерен, механизм уплотнения при спекании в процессе СПД связан с закрытием пор, обусловленным пластическим течением. По результатам анализа уплотнения керамических заготовок в процессе одноосного сжатия были определены значения деформации одноосного сжатия, необходимой для получения плотных заготовок из керамики 3,4Y-TZ при различных температурных режимах СПД для заготовок с разной исходной плотностью. Эти данные показывают, что с увеличением скорости деформации и повышением температуры процесс уплотнения происходит более интенсивно и требует меньшей деформации образца для полного уплотнения. Это связано с тем, что при более высоких температурах уплотнение при спекании в процессе осадки, так же как и спекание без давления, происходит более интенсивно. В результате осадки образцов с исходной пористостью (спекание в процессе осадки) были получены практически плотные образцы ( $\rho_{rel} > 0,99$ ) с размером зерна после деформации 0,35 мкм, в то время как при обычном спекании и спекании в процессе ГИП образцы с такой же плотностью имели размер зерна более 0,45 мкм. Большая эффективность влияния деформации на процесс уплотнения при осадке по

сравнению с ГИП, по всей видимости, связана с благоприятным влиянием сдвиговых компонентов деформации на процесс закрытия пор. Таким образом, осадка заготовок с исходной пористостью (спекание в процессе осадки) является одним из самых эффективных способов получения керамических заготовок с высокой плотностью и ультрамелкозернистой структурой.

Технологические режимы СПД при осадке керамики 3,4Y-TZ опробовали применительно к получению тонких пластин с высокой плотностью, которые являются заготовками для получения лезвий режущего инструмента, в частности, лезвия скальпеля. На основе численного моделирования был разработан режим осадки заготовки с исходной относительной плотностью 0,75, обеспечивающий получение в керамической поковке 100-процентную относительную плотность в основном объеме заготовки. Участки с меньшей относительной плотностью (90 – 95%) располагались по контуру заготовки в прилегающей к свободной поверхности области, занимая не более 20% объема заготовки. В последствии эти участки заготовки удалялись обработкой резанием по контуру в размер готового изделия. Разрушения заготовок в экспериментах не происходило. По боковой поверхности осажденных изделий иногда наблюдали мельчайшие неглубокие и короткие трещины типа сплюснутых пор. Форма полученных пластин из более коротких заготовок приближалась к овалу, т.е. характер формоизменения соответствовал классическому по закону кратчайших нормалей. Результаты исследования микротвердости осаженной в режиме СПД поковки в сравнении с данными, полученными для заготовок после спекания при той же температуре, показали, что твердость по всей длине поковки превышает показатели спеченной заготовки.

Процесс штамповки ребер исследовали, моделируя затекание в щель с уклоном  $2^\circ$  заготовки из 3,4Y-TZ диаметром 25 мм и высотой 30 мм в штамповой оснастке из графита марки В1. Штамповку осуществляли в изотермической вакуумной камере при температуре 1627 К со скоростью 0,07 мм/мин. Высота выдавленного ребра составила 15 мм в центре и 7 – 8 мм по краям. На заготовке после выдавливания имелся кольцевой периферический заусенец, образовавшийся в результате затекания керамического материала в зазор 0,1 – 0,2 мм между вставкой и матрицей, что свидетельствует о весьма высокой деформационной способности керамики в состоянии сверхпластичности. Конечное давление штамповки составляло 80 - 90 МПа.

Обратное выдавливание заготовок типа «стакан» из 3,4Y-TZ проводили в графитовом штамповом инструменте, включающем матрицу с опорной вставкой и конический пуансон высотой 30 мм с конусностью  $13^\circ$ . Цилиндрическую заготовку  $\varnothing$  25 мм и высотой 30 мм штамповали со скоростью деформирования 0,07 мм/мин в изотермических условиях при температуре 1350  $^\circ\text{C}$  в вакууме 13 Па. Зависимость усилия выдавливания от рабочего хода пуансона аналогична такой же зависимости при выдавливании тонких ребер. Конечное давление при обратном выдавливании не превышало 90 МПа.

Проведенное опытное опробование операций выдавливания показывает возможность осуществления закрытой штамповки для производства точных

изделий из керамики в режиме сверхпластичности. Феноменологически сверхпластическая закрытая штамповка керамики имеет полное сходство с закрытой штамповкой металлических материалов и открывает огромные перспективы для производства точных керамических деталей с повышенными эксплуатационными свойствами.

Процесс прямого выдавливания был опробован при штамповке штифтов зубного протеза из биоактивной керамики на основе гидроксиапатита кальция  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Результаты исследований СПД гидроксиапатита кальция послужили основой для разработки опытной технологии прямого выдавливания заготовок штифта зубного протеза из этой керамики. После спекания порошковой заготовки с размером кристаллитов 15 – 40 нм при 1323 К, 1 ч были получены цилиндрические образцы с исходным размером зерна 0,26 мкм и относительной плотностью 0,9. Прямое выдавливание проводили при 1323 – 1373 К со скоростью деформирования 0,05 мм/мин. Коэффициент вытяжки составлял 2,94. Давление штамповки по схеме прямого выдавливания составило 60 – 70 МПа. Были получены плотные заготовки с отсрочком Ø3,5 мм, демонстрирующие принципиальную возможность получения штифтов зубных протезов из гидроксиапатита кальция методами СПД.

**В седьмой главе** сформулированы основные принципы разработки технологии обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности.

При выборе материала детали основными управляющими факторами являются химический и фазовый состав, размер кристаллитов и частиц порошка. Возможность управления химическим составом ограничена контролируемым микролегированием с целью изменения структуры границ зерен и фазового состава консолидированной заготовки и соответственно реологических свойств керамики при СПД. Направления такого воздействия сводятся к следующему: 1) изменение микролегированием энергии границ; 2) формирование стеклообразных и аморфных межзеренных фаз; 3) изменение содержания стабилизирующих добавок в однофазной керамике или соотношения фазообразующих компонентов в керамических композитах; 4) избирательное микролегирование отдельных объемов заготовки для избирательного управления ее формоизменения. Последний способ для производства точных деталей сложной формы является одним из самых перспективных. Разработанная методика моделирования процесса формоизменения тел с исходным заданным распределением реологических характеристик позволяет решать подобные задачи для конкретных приложений.

Общие принципы проектирования керамической заготовки для СПД основаны на выборе ее рациональной формы, структуры и исходной плотности. В большинстве случаев, когда преобладает схема сжатия, необходимо стремиться к минимальному размеру зерна, чтобы обеспечить требуемый ресурс пластичности. Предложены способы решения этой задачи. Разработан алгоритм выбора способа консолидации исходной заготовки, учитывающий основные факторы управления технологическим процессом (рис.2).

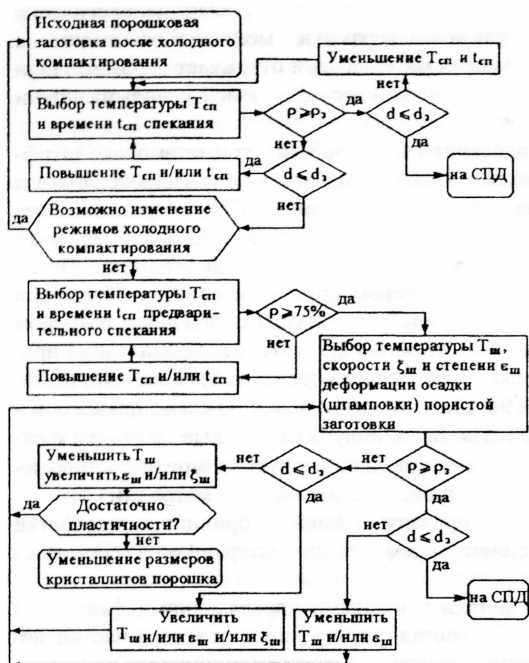


Рис.2. Алгоритм выбора способа и режимов консолидации керамической заготовки для последующей обработки давлением в состоянии сверхпластичности



Рис.3. Технологические схемы процессов обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности

В зависимости от механической схемы деформации и сложности формы детали выделены четыре основных технологических схемы процесса обработки давлением керамики в состоянии сверхпластичности (рис.3). Выбор схемы (один или два технологических перехода) обусловлен ресурсом пластичности материала, эксплуатационными свойствами поковки после СПД и запасом прочности штамповой оснастки. В случае использования двух технологических переходов штамповки, на первом переходе предварительное фор-

моообразование совмещается со спеканием в условиях деформации сжатия. Выбор формы заготовки после первого перехода обусловлен критерием оптимизации  $\epsilon_p \leq \epsilon_c < \epsilon_f$  по всему объему поковки, где  $\epsilon_p$  – деформация, обеспечивающая необходимую плотность,  $\epsilon_f$  – допустимая деформация до разрушения образца. Разработан алгоритм выбора режимов СПД в процессах обработки давлением керамики, обобщающий основные принципы разработки технологии с учетом влияния факторов деформации на реологические свойства и структуру керамического материала (рис.4).

Рассмотрены состав и требования к оборудованию и оснастке для процессов обработки давлением керамики с использованием СПД. Применительно к сверхпластической объемной штамповке керамики, с учетом размерно-весовой шкалы керамических изделий, для которых СПД является наиболее привлекательным процессом, оценка требуемых скоростей деформирования дает интервал 0,01 – 1 мм/мин. При этом требуемые усилия деформирования составляют 50 – 1000 кН. В большинстве случаев штамповку можно осуществлять на гидравлических прессах с малой скоростью рабочего хода ползуна. Установки для СПФ принципиально обличаются от установок для штамповки тем, что основным деформирующим элементом является газ, подаваемый в полость штамповой оснастки под давлением 1–3 МПа, а механическое усилие прилагается к штамповой оснастке для ее удержания в сомкнутом состоянии.

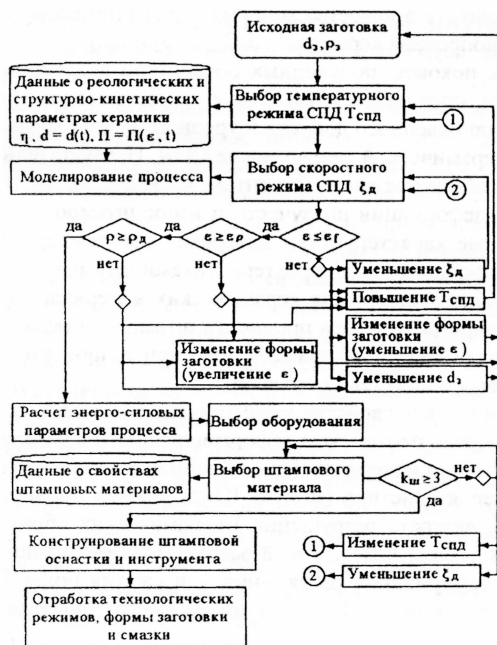


Рис.4. Алгоритм выбора технологических режимов обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности

Важнейшим компонентом оборудования для СПД керамики является изотермический блок, обеспечивающий требуемую температуру деформации и поддержание ее в течение всего процесса формообразования. Конструкции таких блоков для работы в окислительной атмосфере (на воздухе) выполнены аналогично типовым изотермическим блокам сопротивления, при соблюдении более жестких требований к теплоизоляционным материалам и нагревательным элементам, которые обусловлены более высокими температурами деформирования, составляющими для большинства керамических материалов 1573 – 1873 К. В качестве нагревательных элементов для блоков, работающих в окислительной атмосфере, могут быть использованы силитовые, а для вакуумных блоков – молибденовые или графитовые нагреватели.

Основная проблема при разработке штампового инструмента для СПД керамики состоит в выборе материала штампов. При этом рекомендовано руководствоваться следующим правилом: предел текучести штампового материала должен не менее чем в три раза превышать напряжение течения обрабатываемого материала при температуре СПД. Для керамики на основе диоксида циркония и оксида алюминия этим требованиям при температуре деформации 1573 – 1873 К удовлетворяют нитрид кремния и некоторые марки силалона, а при штамповке в вакууме – вольфрам, молибден и высокопрочный графит. Достаточно удовлетворительные контактные условия в порядке уменьшения контактного трения при штамповке обеспечивают  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Мо и графит. При СПД гидроксипатита в качестве материала для штампа может быть использована любая жаропрочная керамика ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  и др.).

Качество керамических поковок, полученных обработкой давлением в состоянии сверхпластичности, определяется точностью геометрических размеров поковки в пределах установленного допуска и уровнем механических и эксплуатационных свойств керамической детали после СПД. Применительно к керамическим поковкам наиболее важным моментом, определяющим точность ее размеров, являются деформации ползучести и износ штамповой оснастки, поскольку прочностные характеристики материала при температуре деформации сопоставимы с прочностными характеристиками штампа. Обобщение имеющихся данных показало, что для керамических материалов при обеспечении требования трехкратного запаса прочности штамповой оснастки возможно использовать систему допусков, применяемую при точной изотермической штамповке титановых и никелевых сплавов.

Влияние СПД на механические свойства керамических поковок и деталей обусловлено в первую очередь плотностью деформированного в условиях высокотемпературной деформации материала. При деформации сжатия практически все механические характеристики (модуль Юнга, предел прочности при изгибе, микротвердость, вязкость разрушения) керамических образцов возрастают, при растяжении – снижаются. Такой эффект значительно начинает проявляться при истинных деформациях растяжения или сжатия более 0,5, причем при деформациях сжатия более 1,2 – 1,5 имеет место тенденция к

снижению ряда механических характеристик (в частности, микротвердости).

Технико-экономическая оценка эффективности использования обработки давлением в состоянии сверхпластичности для получения изделий из керамических материалов на основе анализа структуры себестоимости деталей из тетрагонального диоксида циркония и гидроксипатита кальция показала, что основными статьями, определяющими себестоимость технологии обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности, являются стоимость материала и штамповой оснастки.

## ОБЩИЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе сформулирована и решена актуальная научно-техническая проблема создания научных основ обработки давлением керамических материалов в состоянии сверхпластичности. Решение проблемы основано на развитии реологической теории СПД керамических материалов, количественно описывающей феноменологические закономерности высокотемпературной деформации керамики с субмикронной структурой, и разработке на ее базе методов решения задач обработки таких материалов давлением.

1. Теоретически и экспериментально исследовано влияние параметров деформации и структурных факторов на реологическое поведение керамики при высокотемпературной деформации и получены новые данные о термомеханических режимах обработки давлением в состоянии сверхпластичности керамических материалов с субмикронной структурой:

- Установлены количественные характеристики структурных изменений и уплотнения в процессах консолидации и СПД керамики с субмикронной структурой, обобщенные в форме феноменологических моделей уплотнения и структурной эволюции, позволяющих оценивать параметры размера зерна и плотности на всех этапах получения плотной керамической заготовки из нанокристаллического порошкового тела. Установлено, что приращение объема структурных составляющих (зерен) пропорционально длительности высокотемпературного воздействия, а скорость приращения объема зерен возрастает с увеличением скорости деформации и температуры. Изменение пористости керамики описывается обратной экспоненциальной зависимостью от времени. Энергии активации процессов роста зерен и уплотнения керамики сопоставимы с энергией активации самодиффузии по границам зерен.

- Выявлены характерные феноменологические особенности СПД керамики. Показано и обосновано существование трех скоростных областей на кривой сверхпластичности (зависимости  $\log \sigma - \log \dot{\xi}$ ), характеризующихся разными значениями показателя скоростной чувствительности  $m$ . Причем, в отличие от металлов и интерметаллидов, 3-я высокоскоростная область характеризуется увеличением показателя  $m$  до единицы и уменьшением показателей пластичности материала. Область перехода  $m = 0,33 - 0,5$  к  $m = 1$  предложено считать верхней границей скоростного интервала СПД для керамики.

- Определены новые количественные характеристики высокотемпературной деформации (напряжения течения, скорости деформации, показатели ползу-

чести и скоростной чувствительности) тетрагонального диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия ( $3,4 \text{ мол. \% } \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ ), гидроксиапатита кальция ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) и керамических композитов системы  $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ . Установлены общие закономерности влияния на эти характеристики температуры деформации, исходной структуры и относительной плотности, их изменение в процессе деформации, а также влияние примесей и микродобавок в зависимости от валентности, размера катиона и типа примеси.

2. Разработана реологическая модель вязкопластической среды, включающая определяющее уравнение связи между компонентами тензоров напряжения и скорости деформации и структурно-кинетические уравнения для параметров размера зерна и плотности. От ранее известных модель отличается тем, что построена в виде иерархического графа реологических коэффициентов вязкости, описывающих механизмы деформации на разных структурных уровнях. Вершина графа определяет сдвиговую и объемную вязкости как функции сдвиговой вязкости твердой фазы и плотности материала, а физически нелинейный коэффициент сдвиговой вязкости твердой фазы вычисляется на основе анализа независимых и связанных механизмов деформации, действующих на структурных уровнях фаз, зерен и структурных дефектов. Модель позволила обобщить известные данные о физической природе высокотемпературной деформации структурно-чувствительных поликристаллических материалов и описать феноменологические особенности сверхпластической деформации керамических материалов разных структурных типов.

- На основе микрореологии описаны процессы вязкого течения среды с двумя коэффициентами вязкости (сдвиговой и объемной) и предложены уравнения, связывающие параметры вязкости с плотностью материала.
- Разработан алгоритм выбора уравнений вязкости для различных механизмов деформации в зависимости от особенностей структуры межзеренных границ при отсутствии или формировании аморфных стеклоподобных фаз.
- Установлены основные закономерности изменения вязкости керамики в процессе деформации и показано, что основными факторами, определяющими эти изменения, являются рост размеров структурных составляющих и изменение микропористости в процессе деформирования. Получены новые данные о реологических коэффициентах для большого числа керамических материалов различных структурных типов.

3. Разработана методика математического моделирования процессов СПД керамики, основанная на решении связанной задачи вязкого течения сжимаемой среды со структурно-кинетическими параметрами. Для этого был использован один из наиболее эффективных численных методов решения задач механики сплошных сред – МКЭ. Отличительной особенностью модели являлось то, что сжимаемость среды учитывалась коэффициентом объемной вязкоупругости, выраженным через коэффициент сдвиговой вязкости, модуль сдвига и текущую пористость материала, а размер зерна и пористость определялись из уравнений роста структурных составляющих и уплотнения. Методика была реализована в виде интегрированного пакета программ для расчета полей

напряженно-деформированного и структурного состояния, энергосиловых и других параметров процесса СПД керамических материалов.

4. Разработаны научные основы процессов обработки давлением сверхпластичной керамики в условиях растяжения:

- В рамках модели одноосного растяжения проведен анализ стабильности СПД и установлено, что основными факторам, определяющими развитие локализации деформации, являются уменьшение величины коэффициента сдвиговой вязкости, вызванное развитием микропористости. Дана оценка влияния микропористости на характеристики разрушения керамики при растяжении.

- На основе теоретического анализа сверхпластической формовки плотных листовых керамических заготовок в сопоставлении с экспериментальными данными показано, что геометрические параметры процесса (распределение деформаций по меридиональному сечению) для керамических материалов феноменологически подобны характеристикам формоизменения сверхпластичных металлических материалов, а время формовки определяется реологическими параметрами керамики.

- На базе теоретических исследований и экспериментальных данных разработан классификатор типовых деталей из керамических материалов, перспективных для изготовления методами сверхпластической формовки.

5. Разработаны научные основы процессов сверхпластической объемной штамповки керамических материалов:

- На основе сопоставления реологических характеристик сверхпластичных металлических и керамических материалов с учетом особенностей сверхпластической деформации керамики предложена классификация керамических поковок, получаемых сверхпластической объемной штамповкой, включающая пять типовых групп, каждая из которых разбита на несколько подгрупп в зависимости от сложности поковок.

- В результате моделирования процессов осесимметричной и плоской осадки определены поля напряженно-деформированного состояния, структурных изменений, распределения плотности и энергосиловые параметры процесса деформирования керамики. Показано, что неоднородность деформации при осадке обусловлена как контактными условиями, так и неравномерным уплотнением пористого образца.

- Установлены особенности изменения плотности исходно пористых заготовок и показано, что процесс сверхпластического деформирования является высокоэффективным способом получения заготовок с плотностью, близкой к теоретической. Разработаны режимы сверхпластической осадки для получения плотных керамических заготовок из образцов с исходной пористостью.

- Экспериментально исследован процесс открытой штамповки тонких пластин для заготовок хирургического скальпеля из керамики 3,4 мол.%  $Y_2O_3 - ZrO_2$ . Показано, что в результате СПД получают заготовки высокой плотности, имеющие микротвердость, на 30 – 40% выше, чем заготовки, полученные по традиционной керамической технологии спеканием.

- Опробованы технологические операции прямого и обратного выдавлива-

ния при закрытой штамповке керамики  $3,4 \text{ мол.}\% \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ . Показана высокая эффективность сверхпластической закрытой штамповки для получения керамических поковок с тонкими ребрами и поковок типа «стакан».

- Разработан и опробован процесс прямого выдавливания цилиндрических высокоплотных заготовок из биоактивной керамики  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  для изготовления штифтов зубных протезов.

6. Сформулированы общие принципы разработки технологии обработки давлением в состоянии сверхпластичности керамических материалов с субмикронной структурой на основе анализа основных факторов управления технологическим процессом:

- Разработаны технологические рекомендации по выбору заготовки для последующего СПД. Показано, что управляющими факторами для оптимизация всего процесса СПД на этой стадии являются исходный размер порошка (субмикронный или нанометрический), характеристики структуры границ зерен, возможность изменения которых обусловлена контролируемым микролегированием, режимы холодного компактирования и спекания, обеспечивающих минимальный рост структурных составляющих в процессе консолидации при получении достаточной плотности заготовки. Разработан алгоритм выбора способа и режимов консолидации керамической заготовки для обработки давлением в состоянии сверхпластичности.

- Разработаны технологические рекомендации по выбору типовой схемы СПД и алгоритм выбора технологических режимов процессов обработки керамики давлением в состоянии сверхпластичности. Сформулированы требования к оснастке и штамповым материалам. Показано, что при сверхпластической штамповке конструкционной керамики  $3,4 \text{ мол.}\% \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$  и керамических композитов системы  $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  может быть использована штамповая оснастка из нитрида и карбида кремния (при штамповке на воздухе) или из молибдена и высокопрочного графита (в вакууме), обеспечивающая более чем в три раза запас прочности при температурах СПД.

- Обобщены оценки показателей качества поковок из керамики после СПД. Показано, что сверхпластическая объемная штамповка повышает практически все основные механические характеристики керамических поковок (предел прочности на изгиб, модуль Юнга, микротвердость, вязкость разрушения), обеспечивая их геометрическую точность, сопоставимую с точностью поковок из титановых и никелевых сплавов.

Содержание диссертационной работы опубликовано в 52 работах: 4 брошюрах, 24 статьях, 23 тезисах докладов международных и всесоюзных конференций, 1 методической рекомендации. Основные из них:

1. Анализ реологического уравнения связи для сверхпластичных материалов методом теории размерностей / М.А.Цепин, Н.Н.Карпилянский, А.Н.Ершов, А.М.Африкантов //Теория и технология обработки металлов давлением: Научные труды МИСиС. - 1982. - № 142- С.126-129.

2. Анализ силового режима деформирования при осадке в состоянии сверх-

- пластичности / М.А.Цепин, О.М.Смирнов, А.Н.Ершов, Д.В.Юхтанов // Пластическая деформация металлов: Научные труды МИСиС. -1982. - №140.- С.224-227.
3. Статистический анализ точности описания зависимости напряжения течения от скорости деформации в состоянии сверхпластичности различными феноменологическими уравнениями /В.В.Бойцов, М.А.Цепин, Н.Н.Карпилянский, А.Н.Ершов // Изв. вузов. Цветная металлургия. – 1982. - № 5. - С.69-74.
4. Исследование релаксационных характеристик сверхпластичного материала с ультрамелким зерном / М.А.Цепин, В.К.Портной, А.Н.Ершов, А.С.Х.Хамза // Изв. вузов. Цветная металлургия. – 1984. - № 5. – С.98-100.
5. Цепин М.А., Ершов А.Н., Юхтанов Д.В. Определение реологических коэффициентов сверхпластичных материалов // Изв. вузов. Черная металлургия. – 1985. - № 3. - С.67-71.
6. Оценка работоспособности штамповых материалов при изотермическом деформировании / В.К.Портной, М.А.Цепин, В.В.Бойцов, А.Н.Ершов и др. //Технология легких сплавов: Бюлл. ВИЛС. – 1985. - № 3. – С.71-76.
7. МР 252-31-86. Определение показателей сверхпластичности: Методическая рекомендация /Сост.: В.К.Портной, А.А.Алалыкин, А.Н.Ершов и др. – М.:ВИЛС, 1986. – 22 с.
8. Исследование реологии сверхпластичных материалов с использованием сглаживающих сплайн-функций / М.А.Цепин, А.Н.Ершов, А.А.Алалыкин, К.М.Семенко // Обработка металлов давлением: Научные труды МИСиС. - М.: Металлургия, 1987. – С.71-77.
9. Совмещенный процесс сверхпластической формовки и диффузионной сварки /А.Н.Ершов, О.В.Егоров, М.А.Цепин и др. - М.: ЦНТИ "Поиск".-1989.- 75 с.
10. Технологические решения и процессы сверхпластического формообразования и диффузионной сварки / Д.А.Семенов, В.Н.Чудин, О.В.Егоров, А.Н.Ершов и др.. - М.: ЦНТИ "Поиск", 1989. - 65 с.
11. Ершов А.Н., Цепин М.А., Егоров О.В. Реологические свойства сверхпластичных сплавов. - М.: ЦНТИ "Поиск", 1989. - 53 с.
12. Егоров О.В., Ершов А.Н., Цепин М.А. Специализированное оборудование и оснастка для процессов сверхпластической формовки и диффузионной сварки. - М.: ЦНТИ "Поиск", 1990. - 78 с.
13. Механико-математическая модель сверхпластической деформации и возможность ее применения для расчетов процессов ОМД/ А.Н.Ершов, М.А.Цепин, О.М.Смирнов, А.Р.Таупов // Труды 1-го Советско-китайского семинара по теории и технологии кузнечно-штамповочного производства. - Воронеж, 1990.- С.27-31.
14. Смирнов О.М., Ершов А.Н. Развитие теории и технологии процессов обработки металлов давлением в состоянии сверхпластичности в СССР // Труды 2-го Китайско-советского семинара по теории и технологии кузнечно-штамповочного производства. - Пекин, 1990. - С.7-12.
15. Ершов А.Н., Цепин М.А. Принципы создания автоматизированных систем для разработки процессов ОМД в состоянии сверхпластичности // Труды 2-го

Китайско-советского семинара по теории и технологии кузнечно-штамповочного производства. - Пекин, 1990. - С.13-15.

16. Application of the finite elements method for analysis of superplastic deformation / M.A.Tsepin, A.N.Yershov, A.R.Tayupov, O.M.Smirnov // Superplasticity in Advanced Materials: Proc.Int.Conf. ICSAM-91. - Osaka, 1991. - P.743-747.

17. Цепин М.А., Ершов А.Н. Феноменологические закономерности структурной сверхпластичности //Изн.вузов. Черная металлургия.-1991.-№11.-С.47-49.

18. Использование эффекта сверхпластичности при штамповке заготовок режущего инструмента из керамики на основе диоксида циркония / О.М.Смирнов, С.Бенния, А.Н.Ершов, М.А.Цепин //Кузнечно-штамповочное производство. – 1993. - № 3.- С.2 - 3.

19. Miad A. R., Tsepin M.A., Yershov A.N. Computer program set for superplastic material creep test simulation // Superplasticity in Advanced Materials: Proc. Int. Conf. ICSAM-94. - Moscow, 1994. - P.663-668. – (Mat. Sci. Forum; v.170-172).

20. Ершов А.Н. Процессы обработки давлением сверхпластичных керамик //Теория и технология процессов пластической деформации: Труды научн.-техн. конф. - М., 1997. - С.353 – 358.

21. Влияние комбинированного нагружения на параметры штамповки плоских дисков в состоянии сверхпластичности / О.М.Смирнов, А.Н.Ершов, В.А.Кропотов, Н.Беррабах // КШП.–1997.-№1.-С.7-9.

22. Ершов А.Н. Технологические процессы обработки давлением керамических материалов //Кузнечно-штамповочное производство.-1997.-№1.-С.13-17.

23. Смирнов О. М, Ершов А. Н., Цепин М. А. Деформирование металлических и керамических материалов с субмикронным зерном в состоянии сверхпластичности // Научные школы МИСиС. 75 лет. Становление и развитие. – М., 1997. – С.183 - 187.

24. Yershov A. N. An integrated rheological model of superplastic deformation // Superplasticity in Advanced Materials: Proc. Int. Conf. ICSAM-97. - Bangalore, 1997. - P.71 - 76. – (Mat. Sci. Forum; v. 243 – 245).

25. Методика анализа напряженно-деформированного состояния в процессах осесимметричной штамповки с кручением / О.М.Смирнов, А.Н.Ершов, С.Н.Чумаченко, В.А.Кропотов //КШП. – 1998. - №6. – С.9-12.

26. Ершов А.Н. Процессы обработки сверхпластичных керамических материалов давлением //Огнеупоры и техническая керамика.– 1998.-№5.-С.15–20.

27. Ершов А.Н. Реологические особенности сверхпластической деформации керамических материалов с субмикронной структурой // Кузнечно-штамповочное производство. – 1998. - №9. - С.3 - 5.

28. Yershov A.N., Jeong Seung. Rheology of Superplastic Ceramics // Mater.Sci. and Technology: Proc. Int.Symp.ISMST'2000.– Harbin, 2000.- V.2.– P.123 – 124.

---

Подписано в печать

Заказ 825

Объем

Формат

Тираж 100

---

Отпечатано в типографии Издательства «Учеба»

Московского государственного института стали и сплавов,  
ул. Орджоникидзе, 8/9, тел. 954-1922, 954-7394