

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
«ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»**

**Геворкян Едвін Спартакович**

УДК 620.22+546.07+541.18

**ЩІЛЬНІ ТА ПОРУВАТІ КОНСТРУКЦІЙНІ МАТЕРІАЛИ З НАНО- ТА  
СУБМІКРОННИХ ПОРОШКІВ WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> і SiC ПОЛІФУНКЦІОНАЛЬНОГО  
ПРИЗНАЧЕННЯ**

05.17.11- Технологія тугоплавких неметалічних матеріалів

Автореферат  
дисертації на здобуття наукового ступеня  
доктора технічних наук

**Харків-2008**

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана на кафедрі матеріалів та технології виготовлення виробів транспортного призначення Української державної академії залізничного транспорту Міністерства транспорту і зв'язку України, м. Харків.

Науковий консультант: доктор технічних наук, професор  
**Тимофєєва Лариса Андріївна**,  
Українська державна академія залізничного  
транспорту, м. Харків,  
завідувач кафедри матеріалів та технології виготовлення  
виробів транспортного призначення ;

Офіційні опоненти : доктор технічних наук, професор  
**Семченко Галина Дмитрівна**,  
Національний технічний університет «Харківський політехнічний  
інститут» м. Харків, професор кафедри технології кераміки,  
вогнетривів, скла та емалей ;

доктор технічних наук, старший науковий співробітник  
**Пашенко Євген Олександрович**,  
Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,  
м. Київ, завідувач лабораторії ;

доктор технічних наук, професор  
**Криль Ярослав Антонович**,  
Івано-Франківський Національний технічний університет нафти і  
газу, м. Івано-Франківськ, завідувач кафедри зносостійкості та  
відновлення деталей ;

Захист відбудеться 14.02.2008 р. о 12 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д  
64.050.03 у Національному технічному університеті «Харківський політехнічний інститут»  
за адресою: 61002, м. Харків, вул. Фрунзе, 21

З дисертацією можна ознайомитись в бібліотеці Національного технічного університету  
«Харківський політехнічний інститут».

Автореферат розіслано 11.01.2008 р.

Вчений секретар  
спеціалізованої вченої ради

Шабанова Г.М.

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** Композиційні керамічні матеріали широко використовуються в сучасній техніці як конструкційні та інструментальні, що працюють в екстремальних умовах. Вони виготовляються методом гарячого пресування із порошків з розміром частинок близько 1 мкм. Проте, як відомо, властивості композиційних матеріалів у значний мірі залежать від дисперсності їхніх фазових складових, оскільки у зернах величиною менш 100 нм генерування і рух дислокацій є неможливим, розміри частинок є меншими величини петлі дислокації.

Як відомо, в процесі високотемпературної консолідації розміри зерен значно збільшуються, тому основною проблемою отримання композиційних керамічних матеріалів з високою міцністю є забезпечення умов консолідації, за якими величини зерен фазових складових залишаються на рівні 100 нм. Це є дуже складним завданням, оскільки при попередньому пресуванні зразків зі звичайних порошків тугоплавких сполук можна одержати щільність 60 % від теоретичної, але при пресуванні нанопорошків (частинки яких мають специфічну голкову форму) ця щільність становить 20–30 %. При подальшому спіканні відбувається значне зростання зерен, в підсумку розмір зерен отриманих матеріалів не тільки не залишається на нанорівні, але й перевищує 1 мкм.

Нанодисперсні матеріали знаходять все більше застосування при виробництві керамічних і композиційних матеріалів конструкційного та інструментального призначення. Вагоме місце серед цих матеріалів посідають нано- та субмікронні порошки таких тугоплавких сполук, як монокарбід вольфраму, оксид алюмінію та карбід кремнію. Створення на основі нанопорошків цих сполук вискоелективних функціональних матеріалів (наприклад, тріщиностійких матеріалів, що використовуються для обробки важкооброблюваних матеріалів, чи поруватих матеріалів для очищення рідини) є актуальною технологічною задачею та має перспективи для господарського використання.

Великий науковий і практичний інтерес мають технології одержання тонкодисперсних структур методом гарячого пресування прямим пропусканням струму (електроконсолідації), дослідження структуроутворення, кінетики росту зерна в процесі створення композиційних матеріалів з тугоплавких сполук, а також процеси формування та спікання поруватих матеріалів із цих частинок. Фундаментальні властивості традиційних матеріалів у нанодисперсному стані суттєво змінюються, це стосується, наприклад, температури початку плавлення, теплоти випаровування, енергії іонізації, роботи виходу електронів та інших властивостей. Про інтенсивність досліджень процесів створення та застосування наноматеріалів в розвинених країнах свідчать численні публікації. У нашій країні великий

внесок у дослідження нанопорошкових технологій внесли роботи А.П.Шпака В.В. Скорохода, М.В. Новікова, П.С. Кислого, Рагулі А.В., Семченко Г.Д. та ін.

З огляду на перспективність створення виробів з наноконпозиційних матеріалів очевидною є необхідність досліджень матеріалів, одержаних з порошків різних виробників (російських, американських, японських, австрійських тощо). На жаль, досі немає вітчизняного серійного виробника субмікронних і нанопорошків таких матеріалів, як карбід вольфраму, оксид алюмінію, карбід кремнію. Дослідження процесів спікання, гарячого пресування порошків різного виробництва дозволяє з'ясувати загальні закономірності їхньої консолідації, визначити необхідні режими термообробки. Такі дослідження дозволяють одержати матеріали з новим рівнем фізико-механічних властивостей, інтенсифікувати процес одержання матеріалів за рахунок зростання швидкості підвищення температури, зменшення самої температури спікання та тривалості витримки. Результатом такої термообробки є зменшення зростання зерна, що в підсумку сприятливо впливає на фізико-механічні характеристики отриманих матеріалів.

Основними тенденціями в сучасних розробках високих технологій є змішування компонентів на молекулярному рівні та створення композиційних матеріалів з нанодисперсних порошків із субмікронними або волокнистими включеннями. Одним із найперспективніших напрямків одержання кераміки, стійкої проти розтріскування, є створення наноконполімерів і дисперсійнозміцнених матеріалів. Аналіз технічної літератури свідчить про постійний розвиток досягнень в області технічної та конструкційної кераміки, знання яких може свідчити про перспективність розвитку керамічного матеріалознавства. Тому розробка наукових і практичних основ одержання композиційних матеріалів із заданими властивостями на основі таких нанодисперсних і субмікронних порошків сполук як WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC є важливим завданням, вирішенню якого присвячена дана робота.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дана дисертаційна робота виконувалася на кафедрі матеріалів та технології виготовлення виробів транспортного призначення Української державної академії залізничного транспорту у рамках міжнародних, держбюджетних та госпдоговірних досліджень. Здобувач був науковим керівником міжнародного проекту Українського науково-технічного центру «Розробка високоефективних очищувачів з тугоплавких сполук» (STCU № 2605); відповідальним виконавцем науково-дослідних робіт держбюджетних МОН України «Дослідження формування покриттів на керамічних матеріалах і вплив їх на фізико-механічні властивості» (ДР№ 010U003234); «Розробка принципів одержання керамічного конвертора для очищення відпрацьованих газів транспортних засобів» (ДР № 0107U00342); госпдоговірної теми «Розробка та впровадження нового складу ріжучого інструменту для обточування колісних

пар при їхньому відновленні» Придніпровської залізниці (м. Дніпропетровськ) (№14 ПД/НТО); міжнародного проекту Українського науково-технічного центру “Розробка низьковитратної технології наноочищення порошкових вуглецевих матеріалів для застосування в електрохімічних системах накопичування енергії та технології процесу електроконсолідації“ ( STCU P-154.).

**Мета і завдання дослідження.** Метою роботи є розв’язання науково-практичної проблеми одержання щільних і поруватих композиційних матеріалів із заданими властивостями з нано- і субмікронних порошоків тугоплавких сполук (монокарбиду вольфраму, оксиду алюмінію, карбиду кремнію) зі застосуванням електроконсолідації та реакційного спікання.

Для досягнення поставленої мети були визначені наступні **завдання:**

- обґрунтувати вибір матеріалів і методів одержання композиційних матеріалів інструментального призначення з нанопорошків монокарбиду вольфраму та оксиду алюмінію, а також методів одержання поруватих матеріалів із субмікронних порошоків карбиду кремнію та сумішей на основі оксиду алюмінію з добавками;

- розробити математичну модель розрахунку щільності матеріалів у процесі гарячого пресування прямим пропусканням електричного струму (електроконсолідацією);

- виявити основні закономірності та механізми спікання електропровідних нанопорошків монокарбиду вольфраму ;

- виявити основні закономірності кінетики спікання діелектричних нанопорошків оксиду алюмінію, визначити оптимальні структуроутворюючі режими спікання в залежності від електричних параметрів спікання. З’ясувати особливості структуроутворення із сумішей нанопорошків оксиду алюмінію та монокарбиду вольфраму, знайти раціональний фазовий склад та режими гарячого пресування прямим пропусканням електричного струму;

- дослідити закономірності одержання поруватих структур із субмікронних порошоків оксиду алюмінію із субмікронними активуючими добавками. Розробити технологію формування фільтрів з використанням спінених полімерних матеріалів та органічних в’язучих речовин. Визначити оптимальніші добавки та температурні режими прискореного спікання фільтрів;

- дослідити закономірності реакційного спікання субмікронних порошоків карбиду кремнію в атмосфері азоту та вплив середовища спікання на властивості отриманого поруватого матеріалу, розробити технологію формування та одержання трубчастого фільтру, що призначено для очищення від сажі викидів дизельних двигунів;

- впровадити отримані результати на підприємствах України.

**Предмет дослідження-** процеси консолідації нанопорошків при гарячому пресуванні

(електроконсолідації) і спіканні субмікронних порошків тугоплавких сполук.

**Об'єкт дослідження-** нанопорошки монокарбиду вольфраму, оксиду алюмінію, субмікронні порошки карбиду кремнію та оксиду алюмінію, експериментальні зразки та вироби.

**Методи досліджень.** Для вивчення нанопорошкових матеріалів використовували методи просвічуючої електронної мікроскопії (ПЕМ), скануючої електронної мікроскопії (СЕМ). Дослідження фізико-хімічних, механічних властивостей, структурні дослідження, математичне моделювання були використані для визначення структури, властивостей матеріалів з різною щільністю, визначення функціонального зв'язку між технологічними параметрами одержання матеріалів та їхніми фізико-механічними властивостями. Вимір електричних параметрів в експериментах і статистична обробка результатів були використані для визначення показників фізико-механічних властивостей та виявлення зв'язку між параметрами електроконсолідації та структурою отриманих матеріалів. Спільний аналіз модельних та емпіричних уявлень забезпечив досягнення мети, а порівняння результатів досліджень властивостей та структури, отриманих оптичною та електронною мікроскопією, рентгенівськими методами аналізу, фізико-механічними випробуваннями доводять достовірність результатів досліджень.

**Наукова новизна отриманих результатів.** Вперше з'ясовано механізми структуроутворення матеріалів, отриманих з нанорозмірного монокарбиду вольфраму в процесі гарячого пресування прямим пропусканням змінного струму з промисловою частотою 50 Гц. Досліджено кінетику росту зерна та визначено оптимальні режими спікання, що обмежують швидке зростання нанозерен. З'ясовано, що для одержання оптимальної структури матеріалу з нанопорошків WC необхідно проводити гаряче пресування з контрольованою швидкістю нагрівання. Виявлено, що в процесі електроконсолідації щільність струму навколо пор різна. Навколо великих пор щільність струму більша, біля маленьких пор щільність менша, в результаті чого кількість великих пор зменшується і вони не зростають за рахунок поглинання маленьких, як відбувається при звичайному спіканні. Збільшення тріщиностійкості викликане зсувним переміщенням нанокристалічних зерен відносно одне одного при навантаженні, а відсутність при цьому порушення міжзеренного зв'язку можна пояснити ефективним дифузійним переміщенням атомів у приповерхневому шарі наночастинок.

Вперше виявлені особливості структуроутворення матеріалів на основі нанопорошків оксиду алюмінію та суміші оксид алюмінію – монокарбід вольфраму в процесі гарячого пресування прямим пропусканням струму. Визначено, що процес ущільнення нанодисперсних порошків оксиду алюмінію здійснюється за рахунок зернограничного

ковзання та дислокаційної повзучості. Застосування змінного електричного поля сприяє очищенню поверхні нанопорошків, що спечені електричними розрядами. Чистіша поверхня наночастинок забезпечує однорідність морфології та більшу міцність міжфазових границь. Дослідження фізико-механічних властивостей матеріалів на основі різних сумішей оксиду алюмінію з монокарбідом вольфраму показали, що найбільшу в'язкість руйнування має матеріал зі вмістом компонентів у співвідношенні 1:1.

Вперше досліджено закономірності формування та одержання поруватих матеріалів трубчастої форми з субмікронних порошоків карбіду кремнію при спіканні в середовищі азоту. Визначено, що збільшення відносного вмісту азоту в пічній атмосфері зменшує електричний опір фільтра. Цей факт дозволяє корегувати електричний опір фільтрів та виготовляти фільтри з різним, навіть напередзаданим, електричним опором, температура спікання зменшується з 2000 °С (як при використанні звичайних порошоків SiC) до 1700 °С.

**Практичні значення отриманих результатів.** Отримано новий інструментальний матеріал на основі монокарбіду вольфраму без в'язких речовин. Цей матеріал, що захищений патентом №6617271 США та отримав торгівельну марку «ВолКар», здатний конкурувати з кубічним нітридом бору при обробці важкооброблюваних сталей і сплавів. Твердість ( $HV_{10}$ ) матеріалу становить 26,4 ГПа, тріщиностійкість ( $K_{Ic}$ ) дорівнює  $10,9 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ .

Розроблено новий інструментальний матеріал на основі суміші нанодисперсних частинок оксиду алюмінію (50 мас. %) і монокарбіду вольфраму (50 мас. %), що може ефективно використовуватись для обробки надтвердих сталей і сплавів і замінити оксидно-карбідну кераміку ВOK71, якої через зупинку Світловодського заводу твердих сплавів не вистачає промисловим підприємствам України. Стійкість створеного інструменту на 30–40 % вища за стійкість ВOK71.

На основі результатів дисертації розроблено технологію та налагоджено виробництво пінистих керамічних фільтрів для очищення розплавів металів та сплавів від механічних домішок. Проведені випробування показали, що отримані фільтри з пінистою структурою можуть використовуватись як керамічний носій каталізатора для очищення шкідливих газових викидів автомобілів замість традиційних стільникових, які характеризуються великою трудомісткістю виготовлення.

Розроблено технологію виготовлення пінистих проникнених матеріалів на основі субмікронних порошоків оксиду алюмінію та його сумішей. З'ясовано, що в порівнянні з технологією одержання пінистих фільтрів з водорозчинних солей чи з використанням різних піноутворювачів, більш ефективною промисловою технологією є метод одержання пінистих структур з використанням поліуретанової губки. Виявлено, що суміш субмікронних

порошків  $\text{Al}_2\text{O}_3$  з 2 мас. %  $\text{MnO}_2$ , 2 мас. %  $\text{TiO}_2$ , 10 мас. %  $\text{AlPO}_4$  дозволяє отримати матеріал, температура спікання якого нижча за температуру розкладення поліуретанової губки в процесі нагрівання. Визначено найоптимальніший режим спікання: від 0 до 150 °С – нагрівання зі швидкістю 60 °С за годину, витримка 2 години, нагрівання до 350 °С зі швидкістю 30 °С за годину, нагрівання від 350 °С до 900 °С зі швидкістю 180 °С за годину, нагрівання від 900 °С до 1350 °С зі швидкістю 360 °С за годину, витримка 1 година – охолодження з піччю.

На основі субмікронних порошків карбіду кремнію отримано фільтруючий матеріал, що використовується при підвищених температурах для очищення від сажі викидів автомобілів і захисту різних приміщень від шкідливих вірусів і бактерій. Розроблено технологію формування та обрано оптимальні режими спікання в азоті фільтрів, що можуть нагріватись під дією відносно невеликої напруги (до 50 В).

Результати даної роботи апробовано та впроваджено у ВАТ «Новомосковський трубний завод» (м. Новомосковськ, Дніпропетровська обл.), ТТ завод «Електробритва», (м. Харків), на заводі «Штампів і прес-форм» (м. Харків), ТОВ «Промкерам-фарфор» (м. Слов'янськ), ТОВ «Кермет У» (м. Харків), УкрНДІтранспроект (м. Київ), депо «Жовтень» (м. Харків).

Наукові положення та результати дисертаційної роботи використовуються в навчальному процесі при викладанні курсів «Нові матеріали, технології та методи неруйнуючого контролю», «Матеріалознавство і технологія конструкційних матеріалів», а також ввійшли в підручник нового покоління «Технологія конструкційних матеріалів і матеріалознавство», за котрою одержано свідоцтво про реєстрацію авторського права на твір №21208 від 12.07.2007.

**Особистий внесок здобувача.** Всі наукові та практичні результати досліджень, які виносяться на захист, отримано здобувачем особисто. Серед них:

- ◆ обґрунтування вибору порошків і методів одержання наноструктурних композиційних матеріалів інструментального призначення з нанопорошків монокарбіду вольфраму та оксиду алюмінію, а також методів одержання поруватих матеріалів із субмікронних порошків карбіду кремнію та сумішей на основі оксиду алюмінію;
- ◆ дослідження механізмів структуроутворення матеріалів на основі нанопорошків оксиду алюмінію та його сумішей з монокарбідом вольфраму в процесі гарячого пресування прямим пропусканням струму;
- ◆ дослідження структуроутворення пінистих проникливих матеріалів на основі субмікронних частинок оксиду алюмінію і деяких його сумішей;



- ◆ визначення особливостей формування та одержання пінистих структур з субмікронних частинок тугоплавких порошків, основних закономірностей їхнього спікання та оптимальних режимів.

У співавторстві розроблено теоретичну модель для визначення безпосереднього впливу параметрів спікання на щільність матеріалу, що одержано з тугоплавких нанопорошків, розробка спеціальної номограми з метою оцінки проникненості різних фільтруючих елементів.

**Апробація результатів дисертації.** Матеріали дисертаційної роботи доповідались та обговорювались на: 5-та міжнародна науково-технічна конференція «Фізичні та комп'ютерні технології в народному господарстві» (м. Харків, 2002 р.); XI міжнародна науково-практична конференція «Інформаційні технології: наука, техніка, технологія, освіта, здоров'я» (м. Харків, 2003 р.); Міжнародна науково-виробнича конференція «100 років виробничої та наукової праці центральної лабораторії ДП «Завод ім. В.А. Малишева» (м. Харків, 2003 р.); 8-ма міжнародна науково-технічна конференція «Фізичні і комп'ютерні технології» (м. Харків, 2003 р.); 12-й міжнародний науково-технічний семінар «Високі технології: тенденції розвитку» (м. Алушта, 2003 р.); 13-й міжнародний науково-технічний семінар «Високі технології: тенденції розвитку» (м. Алушта, 2004 р.); 10 міжнародна науково-технічна конференція «Транспорт, екологія - сталий розвиток» (м. Варна, Болгарія, 2004 р.); 12-та міжнародна науково-практична конференція «Інформаційні технології: наука, техніка, технологія, освіта, здоров'я» (м. Харків, 2004 р.); 9-та міжнародна науково-технічна конференція «Фізичні і комп'ютерні технології» (м. Харків, 2004 р.); 10-та міжнародна науково-технічна конференція «Нові конструкційні сталі та сплави і методи їхньої обробки для підвищення надійності та довговічності виробів» (м. Запоріжжя, 2005 р.); 5-й міжнародний науково-технічний семінар «Сучасні проблеми підготовки виробництва, заготівельного виробництва, обробки та зборки в машинобудуванні та приладобудуванні» (м. Свалява, 2005 р.); 14-й міжнародний науково-технічний семінар «Високі технології: тенденції розвитку» (м. Алушта, 2005 р.); 25-та міжнародна конференція «Композиційні матеріали в промисловості» (м. Ялта, 2005 р.); 5<sup>th</sup> International Conference «Research Development in Mechanical Industry» RaDMI 2005, Vrnjancka Banja, Serbia and Montenegro; 3 міжнародна науково-технічна конференція «Важке машинобудування. проблеми та перспективи розвитку» (м. Краматорськ, 2005 р.); 15-й міжнародний науково-технічний семінар «Високі технології: тенденції розвитку», 2006 р., Харківська нанотехнологічна асамблея (м. Харків, 2007 р.).

**Публікації.** Основні положення та наукові результати дисертаційної роботи

опубліковано в 52 роботах, з них 33 статті в фахових виданнях ВАК України, 4 патента України, 1 патент США, 1 патент ЕС.

**Структура та обсяг роботи.** Дисертація складається з вступу, 6 розділів, висновків, додатків. Повний обсяг дисертації складає 289 сторінок, 64 ілюстрації по тексту, 12 ілюстрацій на 10 сторінках, 26 таблиць по тексту, 6 таблиць на 7 сторінках, 9 додатків на 13 сторінках, 211 найменувань використаних літературних джерел на 20 сторінках.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

**У вступі** обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, її мету та задачі досліджень, визначено наукову новизну, теоретичну і практичну цінність результатів досліджень.

**У першому розділі** ґрунтовно досліджено основні способи та особливості одержання нових наноконпозиційних матеріалів. Розглянуто розмірні ефекти в консолідованих наноматеріалах. Виявлено взаємозв'язки різних властивостей з характерними розмірами об'єктів. Аналіз літературних даних показав, що, незважаючи на численні публікації та дослідження, практично не вивченими залишаються процеси консолідації високощільних матеріалів з нанодисперсних порошків тугоплавких сполук, зокрема процеси ущільнення та механізми спікання при гарячому пресуванні прямим пропусканням струму. Відомо, що при гарячому пресуванні ущільнення досягається швидше, ніж при звичайних умовах спікання. Під впливом температури та тиску за короткий проміжок часу можна одержати матеріал теоретичної щільності. Розглянуто результати досліджень механізмів ущільнення нанодисперсних і субмікронних порошків.

Аналіз літературних джерел показав, що механізм ущільнення при гарячому пресуванні має складний характер, і для кількісної оцінки ущільнення необхідно проводити цілеспрямовані дослідження для кожного матеріалу окремо. Для середовищ із наночастинок ці механізми протікають трохи інакше і для їхнього вивчення необхідні ретельні додаткові дослідження. Недостатньо вивчено також питання міграції вакансій границями зерен, зокрема при електроконсолідації, що становить значний як теоретичний, так і практичний інтерес.

Літературний огляд також вміщує аналіз різних способів одержання нанопорошків та особливостей консолідації цих порошків.

Розглянуто особливості одержання дрібнозернистих структур при використанні різних способів консолідації. Зокрема встановлено, що метод гарячого пресування прямим пропусканням струму (електроконсолідації) дозволяє отримувати вироби з високими фізико-

механічними характеристиками. Наведено деякі порівняльні характеристики процесів консолідації порошків.

Великий інтерес становить процес одержання конструкційної проникненої кераміки з субмікронних порошків. У більшості випадків при експлуатації поруватої кераміки використовуються як конструкційні, так і функціональні можливості матеріалу. Оптимальне сполучення цих властивостей, що обумовлене багато в чому мікроструктурою матеріалу, дозволяє одержувати необхідні експлуатаційні показники різних виробів. Такі властивості матеріалів, як адсорбція, проникненість, здатність до розподілу речовин, тощо залежать від поруватості. При цьому необхідно забезпечити даним матеріалам такі механічні властивості, у першу чергу, міцність, які можуть забезпечити потрібну працездатність і функціональність. З погляду на це актуальними є проблеми одержання проникненої конструкційної кераміки з субмікронних частинок з порами великого розміру. Для отримання таких матеріалів бажано значне зниження температури спікання та скорочення тривалості технологічного процесу.

Проведений аналіз дозволив припустити, що використання субмікронних частинок порошків тугоплавких сполук у створенні проникненої фільтруючої кераміки дозволить створити вироби з високим рівнем функціональності та фізико-механічних характеристик. Ці вироби можуть знайти застосування в різних галузях промисловості.

**В другому розділі** наведено опис розробленого та виготовленого устаткування для здійснення технологічного процесу гарячого пресування з прямим пропусканням струму, принципу та особливостей його роботи. Наявний опис нанопорошків, що використовувались при дослідженнях, в тому числі порошків різних виробників: монокарбіду вольфраму виробництва австрійської компанії Wolfram, гранулометричний склад якого наведено на рис. 1, нанопорошків оксиду алюмінію виробництва компанії «Infarmat» (США) з розміром зерен 60 – 80 нм, субмікронних порошків оксиду алюмінію та карбіду кремнію виробництва ЗАТ «ВНИИОС НК» (м. Самара, Росія). Ці порошки (рис. 2) надавалися в рамках виконання міжнародних наукових проектів.

В розділі наведено опис розробленої математичної моделі визначення щільності матеріалів в процесі гарячого пресування прямим пропусканням змінного струму (рис. 3). Приводяться методики дослідження фізико-механічних властивостей розроблених матеріалів.

На рис. 4 надано залежності щільності зразків від температури спікання нанопорошків  $Al_2O_3$ . Ефективний коефіцієнт дифузії в полікристалі з середнім розміром зерна можна визначити за формулою:

$$D_{\text{эф}} = D_{\text{об}} + (h/G)D_3 \quad (1)$$

де:  $D_{\text{об}}$  та  $D_3$  – відповідно коефіцієнти об'ємної та зернограничної дифузії,  $h$  – товщина границі, нм.,  $G$  - розмір зерна, нм.

Рис.1. Гранулометричний склад нанодисперсного монокарбіду вольфраму виробництва компанії Wolfram (Австрія)

Рис. 2. Вихідні нанопорошки монокарбіду вольфраму (а) і оксиду алюмінію (б), РЕМ,  $\times 20000$

Рис.3. Блок-схема програми розрахунку карт гарячого пресування нанопорошків при прямому пропусканні змінного електричного струму

У третьому розділі досліджено закономірності спікання нанопорошків електропровідного монокарбіду вольфраму і структуроутворення в отриманих матеріалах.

З'ясовано, що високі фізико-механічні властивості отриманих матеріалів з вихідних нанодисперсних порошків монокарбіду вольфраму забезпечуються зсувним відносним переміщенням нанокристалічних зерен при механічному навантаженні без порушення зв'язку між зернами нанопорошку. Відсутність порушення міжзеренного зв'язку при цьому можна пояснити ефективним дифузійним перенесенням атомів у приповерхневому шарі частинок.

Як правило, при гарячому пресуванні за методом впливу активованими електричними полями (Field Activated Sintering Technic - FAST) електричний струм, що проходить через зразок, містить постійну складову, що сприяє виділенню тепла за законом Джоуля–Ленца, і високочастотну складову, що є джерелом створення іскрового розряду. В роботі замість традиційної постійної складової струму використовувався низькочастотний струм промислової частоти 50 Гц, що дозволило спростити схему електричної частини устаткування за рахунок ліквідації спеціальних генераторів імпульсного струму та сприяти промислового впровадженню установок подібного типу. Проведені дослідження показали, що пряме пропускання змінного струму прискорює початкове припікання наночастинок і більше сприяє зростанню щільності та її рівномірності по об'єму, чим інший електричний вплив. Такий ефект можна пояснити утворенням так званого скін-ефекту при використанні змінного струму. Проведені А.І. Райченком дослідження металевих порошків показали, що відбувається вирівнювання температури по перетину зразка. У результаті цього щільність матеріалу по перетину зразка є однорідною. Аналогічний ефект спостерігається в випадку гарячого пресування електропровідних нанодисперсних порошків монокарбіду вольфраму. Виявлено, що при електроконсолідації велике значення мають часові залежності механічного та електричного впливу та їхній взаємозв'язок. Найпростішим прикладом змінного механічного впливу є збільшення навантаження при повільному зустрічному русі електродів-пуансонів. При цьому остаточний тиск пресування прикладається при температурі, вищій за 1100 °С, що дозволяє повністю видалити утворені в процесі спікання газу. Процес електроконсолідації складається з двох стадій:

Перша - пропускання електричного струму через слабо спресований зразок (механічний тиск < 10 МПа). При цьому в міжчастинкових контактах виникає іскріння та утворюються відносно слабкі контактні зв'язки, що при протіканні струму спричиняє виникнення просторового розряду в порошкових частинках зразка.

Друга - збільшені сила струму і тиск. Температура досягає максимуму (1650 °С) в кінці періоду підвищеного тиску (45 МПа), витримка в цих умовах – 2 хвилини. Після цього – відключення струму та зменшення тиску при охолодженні установки.

Залежність відносної щільності горячепресованого монокарбіду вольфраму від режимів спікання показана на рис. 5.

На першій стадії щільність струму становить декілька ампер на квадратний сантиметр, під час другої, так званої стадії консолідації, вона сягає 300 А/см<sup>2</sup>. Головною рушійною силою спікання є вільна поверхнева енергія. Величину цієї рушійної сили можна оцінити з урахуванням розміру частинок, з яких сформовано вироби.

На початку нагрівання між частинками утворюється фізичний контакт, а надалі - розгалужена система границь, тобто спочатку вільна

Рис. 5. Залежність відносної щільності матеріалу з наночастинок монокарбіду вольфраму від температури та тиску гарячого пресування

поверхнева енергія ініціює ущільнення системи, а також витрачається на створення границь, надлишкова енергія яких є надалі рушійною силою процесу спікання. Утворення розгалуженої системи границь відбувається в результаті термічно активованого відносного ковзання зерен на початку спікання. У результаті швидкого нагрівання по механізму термічно активованого ковзання зерен спресованої заготовки поверхня розподілу границь в 10–100 разів зменшується в порівнянні з поверхнею частинок вихідного порошку, тому подальше ущільнення пресованої заготовки протікає на 10–20 % повільніше за механізмом повзучості відповідно до рівняння П.С. Кислого:

$$\dot{\varepsilon} = A P^{\nu} \exp(-E_{an}/RT) \quad (2)$$

де  $A, \nu$  – сталі;  $P$  – ефективний тиск; н/м<sup>2</sup>;  $E_{an}$  – енергія активації повзучості, кДж/моль;  $R$  – газова константа ;  $T$  - температура, К.

На процес спікання впливає також енергія недосконалостей кристалічної ґратки.

При електроконсолідації в момент проходження електричного струму в зонах міжчастинкових контактів виникає підвищення температури, що призводить до активізації поверхні порошоків, що спечені (рис. 5).

На рис. 6 показано характер зсідання в залежності від швидкості нагрівання.

Ущільнення при спіканні електричним струмом розраховано на основі рівняння Рагулі А.В. з урахуванням відповідних коефіцієнтів, визначених в ході експериментів по спіканню WC.

При підборі коефіцієнтів було враховано, що при електроконсолідації нанопорошків WC у початковій і проміжній стадіях спікання гранична дифузія переважає над об'ємною. Через це рівняння ущільнення набуває вигляду:

Рис. 6. Залежність відносної усадки при гарячому пресуванні зразків з нанопорошків WC від швидкості нагрівання при  $P = 45$  МПа,  $T = 1400$  °С, тиск поступово збільшувався від 10 МПа при 400 °С до 45 МПа при 1700 °С

$$d\Theta/dT = k e^{-(Q-5/3 Q_1/RT)/H} H^{-2/3} \quad (3)$$

де  $\Theta$  – поруватість,  $Q$ ,  $Q_1$  – енергії активації усадки та росту зерна, кДж;  $H$  – швидкість нагрівання, °С/сек.

Як видно з рівняння (3) швидкість ущільнення монокарбиду вольфраму пропорційна швидкості нагрівання. У цьому випадку показник ступеня ущільнення порошку дорівнював 5, а показник ступеня росту зерна дорівнював 3. Зближення центрів частинок, тобто ущільнення суміші, відбувається в результаті дії зовнішнього механічного тиску з одночасною дією електричного струму. На відміну від звичайного спікання при електроконсолідації виникає неоднорідність розподілу температурного поля навколо пор (рис. 8) подібно опису Райченка (рис. 8 б).

В результаті щільність струму біля пор великого розміру вища, ніж біля дрібних. Завдяки різниці щільності струму біля великих і малих пор при електроконсолідації великі пори не збільшуються за рахунок маленьких, як відбувається при звичайному спіканні.

У четвертому розділі досліджено процеси електроконсолідації нанодисперсних діелектричних порошків оксиду алюмінію і сумішей оксиду алюмінію з карбідом вольфраму. Досліджені нанопорошки засипалися в графітові пресформи без в'язучих речовин. Нагрівання порошків проводили до 1400 °С з різною швидкістю (50 ; 250 та 500 °С за



хвилину). Тривалість високотемпературної витримки – 2 хвилини. Деякі порівняльні характеристики при спіканні порошків оксиду алюмінію та карбиду вольфраму наведено в табл. 1.

Рис. 8. Схема проходження струму (а) і зміни щільності електричного поля в районі великих і малих пор (б).

Таблиця 1

Щільність і розміри зерна зразків з  $Al_2O_3$  та WC в залежності від швидкості нагрівання при спіканні

Швидкісне спікання обмежує зростання зерна. Швидке зменшення пористості на границях зерен збільшує їх мобільність. Це робить зразки з нанодисперсних порошків оксиду алюмінію чутливими до нагрівання при спіканні.

Процес призводить до утворення значної кількості дрібних пор. Ці пори створюють незначні перешкоди на границях зерен, що може сприяти швидкому зростанню зерна. Тому підбір оптимальної швидкості нагрівання в процесі гарячого пресування при прямому пропусканні змінного струму має суттєве значення для уповільнення зростання зерен (рис. 9).

Встановлено, що процес росту нанозерен оксиду алюмінію при гарячому пресуванні з прямим пропусканням електричного струму помітно відрізняється від випадку з традиційним спіканням та описується формулою:

$$G = G_0 + k\tau^{1/6} \quad (4)$$

де  $G$  – кінцевий розмір зерна, нм;  $G_0$  – вихідний розмір зерна, нм;  $k$  – коефіцієнт,  $\tau$  – година, хв.

При пропусканні електричного струму через спресований зразок (аналогічно процесам, що відбуваються при реалізації методу FAST) у зонах міжчастинкових контактів можуть виникати електричні розряди, що викликають утворення плазми. А це, у свою чергу, призведе до очищення та активації поверхні порошків, що піддають спіканню. Чистіша поверхня забезпечує однорідність морфології зерен і міцність границь. Відомо, що поверхнева та зерногранична енергії зменшуються зі збільшенням вмісту домішок, отже, чисті міжзеренні границі створюють гарні умови для процесу активації спікання нанодисперсних порошків у процесі гарячого пресування прямим пропусканням струму.

На рис. 10 показана залежність усадки, а на рис. 11 – відносної щільності зразків з оксиду алюмінію від швидкості нагрівання. Усадка практично припиняється при 1150 °С, тому з метою запобігання росту зерен оксиду алюмінію температуру спікання можна обмежити цією величиною.

Рис. 9. Мікроструктура зразків  $Al_2O_3$ , отриманих з порошків різної дисперсності, тиск 45МПа, тривалість 2 хвилини: а) 0,056 мкм при  $T=1150$  °С,  $\rho/\rho_{теор}=0,994$ ; б) 0.056 мкм при  $T=1250$  °С,  $\rho/\rho_{теор}=0,995$ ; в) 0.6 мкм при  $T=1380$  °С,  $\rho/\rho_{теор}=0,99$ ; г) 7 мкм при  $T=1380$  °С,  $\rho/\rho_{теор}=0,965$ . РЕМ,  $\times 20000$ .

Дослідження показали, що для суміші наночастинок  $\text{Al}_2\text{O}_3$  та  $\text{WC}$  рост зерен при зміні швидкості підйому температури здійснюється аналогічно механізму такого росту для електропровідних порошоків монокарбиду вольфраму:

$$G(T) \approx G_0 \left[ \frac{g_0}{\alpha} \right]^{\frac{T}{T_0}} \exp\left(-\frac{Q_g}{kT}\right) dT \quad (5)$$

де  $G$  – остаточний розмір зерна, нм;  $G_0$  – початковий розмір зерна, нм;  $g_0$  – константа матеріалу;  $\alpha$  – коефіцієнт;  $Q_g$  – енергія активації

Рис. 10. Зміна усадки зразків при різних швидкостях нагрівання росту зерна, кДж;  $k$  – стала Больцмана;  $T$  – абсолютна температура, К.

Деякі фізико-механічні характеристики матеріалу наведено в табл. 2.

Теоретичне рівняння гарячого пресування нанопорошків оксиду алюмінію, засноване на проведених експериментальних даних можна представити у вигляді:

$$d\Theta/dt = -3/4 P/\eta \Theta_0 \tau, \quad (6)$$

де  $\Theta_0$  - первісна пористість спресованих зразків з оксиду алюмінію;  $P$  - тиск, МПа;  $\eta$  - в'язкість матеріалу, Па с;  $\tau$  - тривалість спікання, хвилини.

Рис. 11. Зміна щільності матеріалу із порошоків  $\text{WC}$  при швидкості нагрівання  $500 \text{ }^\circ\text{C}/\text{хв}$ .

Проведені дослідження дозволяють також зробити висновок, що температура  $1600 \text{ }^\circ\text{C}$  є оптимальною температурою гарячого пресування з тиском  $45 \text{ МПа}$  суміші оксиду алюмінію та монокарбиду вольфраму. Температура  $1650 \text{ }^\circ\text{C}$  вже перевищує температуру міжфазної взаємодії  $\text{WC} - \text{Al}_2\text{O}_3$ , при якій виділяється  $\text{CO}$  та утворюється закрита поруватість. Фазові

складові приведено на рентгенограмі (рис.12).

Таблиця 2

Властивості кераміки 50 %Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 50 %WC

Тиск гарячого пресування обмежується тільки міцністю матеріалу прес-форми (в даному випадку – графіту марки МПГ-7), причому для повного виділення сорбційованих газів максимальний тиск необхідно прикладати тільки при досягненні найвищої температури процесу (рис. 13).

У п'ятому розділі досліджено основні закономірності одержання проникнених керамічних матеріалів, зокрема пінистих структур на основі субмікронного порошку оксиду алюмінію і його сумішей з оксидом титану та оксидом марганцю.

В металургії керамічні фільтри служать інструментом рафінування легкоплавких металів і сплавів (рис.14).

При виконанні експериментальних досліджень використовувалися добавки оксидів порошоків TiO<sub>2</sub> (2 мас. %), MnO<sub>2</sub> (2 мас. %), які за даними Є.С. Лукіна при додаванні в шихту знижують температуру

Рис.12. Рентгенограма зразка Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-50 мас. % WC, що одержано гарячим пресуванням при T=1600 °C, P=45 МПа и τ=2 хв.

Рис.13. Структура кераміки 50 мас.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 50 мас.% WC, пресування при T = 1600 °C, тиску P = 45 МПа, тривалість витримки τ = 2 хвилини,

PEM, ■ 20000

Рис.14. Структура розробленого пінистого фільтру для очищення рідкого алюмінію.  
МІМ-8 х 300

Рис.15. Вплив оксидних добавок на усадку субмікронного оксиду алюмінію при спіканні пінистих фільтрів: 1 - (2 %  $TiO_2$  + 2 %  $MnO_2$ ); 2 - 2 %  $TiO_2$ ; 3 - 1 %  $TiO_2$ ; 4 - без добавок

технологія корундової кераміки без оксидних добавок) максимальній температурі в циклі термообробки (рис. 16).

Продуктивність випалу фільтрів при реалізації запропонованої технології зростає в 10–11 раз. Випал зразків здійснювали за спеціальним режимом. Оптимальний режим обробки:

- ♦ від 0 до 150  $\rightarrow$ С – нагрівання зі швидкістю 60  $\rightarrow$ С за годину, витримка 2 години,

спікання корундової кераміки.

У цьому випадку застосування субмікронних порошків у вихідній суміші дозволяє значно активізувати процес. Результати дослідження впливу порошків  $TiO_2$  та  $MnO_2$  на спікання вільно насипаних порошків  $Al_2O_3$  представлені на рис.15.

З цих даних видно, що усадка кераміки складу 96 мас. %  $Al_2O_3$  + 2 мас. %  $TiO_2$  + 2 мас. %  $MnO_2$  закінчується при температурі близько 1400  $\rightarrow$ С. Розмір зерен  $TiO_2$  складав (0,2–0,3) мкм, а  $MnO_2$  – (0,3–0,5) мкм.

Проведені експерименти показали, що завдяки застосуванню та оптимальному дозуванню діоксидів титану та марганцю в поруватих керамічних композиціях на алюмооксидній основі можна суттєво скоротити тривалість випалу і, відповідно, підвищити продуктивність спікання. Необхідно зазначити, що економію отримуємо як при порівняно однаковій (з використанням добавки оксиду хрому), так і при меншій (традиційна

- ◆ нагрівання від 150 °С до 350 °С зі швидкістю 30 →С за годину,
- ◆ нагрівання від 350 →С до 900 →С зі швидкістю 180 →С за годину,
- ◆ нагрівання від 900 →С до 1400 →С зі швидкістю 360 →С за годину, витримка 1 година, охолодження з піччю.

Заштрихована область (рис. 16) відповідає прийнятним температурно-часовим параметрам обробки. Більша щільність керамічного порошку вимагає великої дисперсності, тому що більші частинки порошку гірше втримуються в органічній зв'язувальній речовині у випадку формування фільтрів із застосуванням поліуретанової пористої основи.

Експерименти показали, що для утримання пластифікатору в дисперсійній суміші він повинен бути сумісним з полімером.

Якщо сили міжмолекулярної взаємодії між пластифікатором і полімером дорівнюють або перевищують внутрішні сили в полімері, пластифікатор буде втримуватися. Летючість пластифікаторів повинна бути низькою, щоб забезпечити їхнє втримання в суміші під час обробки. Цим умовам досить добре задовольняє лігносульфонат натрію.

Рис.16. Режим спікання пінистих фільтрів у повітряній атмосфері: 1 - оптимальний режим спікання ; 2 - прискорений режим спікання.

Крім того, введення у вихідну суміш алюмофосфатного в'язучого в кількості до 10 мас. % значно активізує процес спікання та сприяє швидкому твердінню пінистого каркасу суміші ще до плавлення поліуретанової губки.

Технологія одержання пінистого фільтру з використанням поліуретанової губки складається з операцій:

1. Отримання керамічної основи заданого складу та дисперсності:  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 2 \text{ мас. \% TiO}_2 + 2 \text{ мас. \% MnO}_2 + 10 \text{ мас. \% AlPO}_4 + 10 \text{ мас. \% лінгосульфонату натрію}$ .
2. Отримання керамічного шлікеру 40 % вологості складу:  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 2 \text{ мас. \% TiO}_2 + 2 \text{ мас. \% MnO}_2 + 10 \% \text{ AlPO}_4 + 10 \% \text{ лінгосульфонату натрію}$ .
3. Багаторазове просочування полімеру керамічним шлікером.
4. Видалення надлишків шлікеру з полімерної губки прокаткою крізь валки.

5. Контроль просочування зважуванням (при необхідності повторення попередньої операції).
6. Сушіння та наступне спікання в повітряному середовищі при температурі до 1350 °С.

Було з'ясовано, що при розробці циклу випалу в'язучого необхідно враховувати як форму, так і розмір виробів. В великих виробках зв'язувальна речовина розпадається повільніше, ніж в маленьких. Причина цього – уповільнення випаровування легкої речовини з внутрішньої частини великих виробів та погіршення проникнення кисню. Треба пам'ятати, що локальний парціальний тиск кисню у великих зразках під час розкладання полімеру менший, ніж у маленьких. Утворення дефектів при відпалі пінистих фільтрів залежить від швидкості підйому температури (рис. 17).

°С/год

Властивості отриманих фільтрів представлено в табл. 3. Досліджено процеси спікання субмікронних порошоків карбїду кремнію в процесі реакційного спікання в атмосфері азоту. Легування виробів азотом при спіканні субмікронних порошоків карбїду кремнію дозволяє регулювати їхній електричний опір (рис. 18). Це створює можливість виготовлення фільтрів, що здатні нагріватися за рахунок виділення тепла Джоуля при відносно невеликих напругах (до 50 В).

Рис.17. Утворення дефектів в процесі відгонки лігносульфонату натрію як функція відношення поверхні до об'єму поліуретанової губці  $S/V$  в залежності від швидкості нагрівання.

Використання субмікронних порошоків оксиду алюмінію дозволяє проводити легування азотом разом з силіціюванням при температурі 1700 °С, тоді як для спікання звичайних порошоків необхідна температура не менша за 2000 °С. Вільний кремній реагує з вуглецем у стехіометричному співвідношенні з утворенням вторинного карбїду кремнію. В цьому процесі відбувається зв'язування окремих гранул фільтру. При протіканні реакції в азотному або інертному газовому середовищі з утворенням відповідно нітриду кремнію або вторинного карбїду кремнію, електричний опір матеріалу змінюється.

Зі збільшенням процентного вмісту азоту в газовому середовищі печі зменшується питомий електричний опір (рис. 18) матеріалу, що дозволяє регулювати величину струму. Визначена закономірність зміни опору дозволила розробити технологію виготовлення матеріалу та одержати трубчастий керамічний фільтр на основі карбіду кремнію (рис.19) з електричним опором  $0,03 \cdot 10^{-2} \text{ Ом}\cdot\text{м}$  при  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  та можливістю регенерації фільтруючої дії після поглинання сажі в дизельному двигуні.

Застосування розроблених фільтрів для очищення вихлопних газів дизельних двигунів дозволяє значно зменшити викиди сажі в атмосферу. Нагрівання фільтру для регенерації можна здійснити при використанні порівняно невеликої напруги.

Таблиця 3

Властивості отриманих пінистих фільтрів

Для оцінки проникненості фільтрів геометрично побудована та математично розрахована схема пористого твердого тіла у вигляді матриці з  $m \times n$  трубчастих пор певного діаметру  $d$  та певної щільності упакування  $N_s$ , що базується на класичному підході Пуазейля до опису течії рідини у тонких довгих трубках для чисельних оцінок потенціалу поруватих тіл.

Рис.18. Залежність електричного опору карбіду кремнію від вмісту азоту в газовому середовищу печі



Рис.19. Перетин трубчастого фільтру-нагрівача

Запропоновано використовувати сітчасті номограми рівняння з трьома перемінними загального виду  $F(K_y, d, N_s)=0$  (рис. 20).

**У шостому розділі** надано результати досліджень властивостей розробленого інструментального матеріалу на основі нанопорошків монокарбиду вольфраму, а також експлуатаційні властивості розроблених фільтрів. Створені щільні матеріали мають високу твердість і необхідну міцність, що дозволяє застосовувати їх не тільки для виготовлення ріжучого інструменту, але і для виготовлення спеціальних сопел подачі рідини та піску під тиском.

$$N_s \cdot 10^6, 1 / m^2$$

Рис. 20. Сімейство кривих одного рівня умовної проникності  $K_y$  в інтервалах діаметрів пор  $d$  та їхньої поверхневої щільності  $N_s$

Вартість процесу формування та виділення в'язучої речовини становить до 30 % всієї вартості виготовлення виробів методом порошкової металургії. Спікання кераміки із наночастинок електричним струмом без спеціальних добавок, що сприяють спіканню, дозволяє значно підвищити механічні властивості та зносостійкість матеріалу за рахунок прямого зв'язування зерен. Порівняльні характеристики різних матеріалів наведено в табл. 4, 5 та на рис. 21.

З табл. 5 видно, що стійкість пластин із ВолКар на рівні матеріалу з кубічного нітриду бора Гексанит-Р.

Були проведені дослідження ріжучих властивостей матеріалу (50 мас. %  $Al_2O_3$  + 50 мас. % WC) при обробці деяких спеціальних сталей і доведена ефективність їхнього застосування на операціях не тільки чистової та напівчистової обробки, але й при чорновому

різанні.

Таблиця 4

Порівняльні характеристики ріжучих пластин при обробці сталі Х12М (HRC=52...55) зі швидкістю різання 200 м/хв., подачею 0,1 мм/об. та глибиною різання 0,2 мм

Матеріал зразка	Нано	ВК8
Максимальна температура спікання, °С	1540	1450
Час витримки при спіканні, хв.	1	60
Відносна щільність, %	97,2	99
Середній розмір зерна, мкм	0,1	3-4
Твердість HV <sub>10</sub> , ГПа	26,4	16
Тріщиностійкість, МПа м <sup>1/2</sup>	10,9	12
Стойкість, хвилини	146	5

Таблиця 5

Стойкість різних ріжучих матеріалів при обробці сталі 18ХГТ

Швидкість різання м/хв	100	100	100	300	300	300
Подача, мм/об.	0,1	0,5	1,0	0,1	0,5	1,0
Глибина різання, мм	0,5	2,0	4,0	0,5	2,0	4,0
Стойкість інструменту при різанні, хв:						
ВК8	12	8	5	8	6	3
ВолКар (WC)	30	28	20	25	22	10
Оксидно-карбідна кераміка	21	15	8	10	8	5
Гексанит-Р	34	29	22	27	23	11

Рис. 21. Залежність стійкості інструментальних матеріалів від швидкості різання при обробці феротитаніту-S: 1- пластина Т5К10 ; 2 - твердосплавна пластина з покриттям виробництва

«Сандвик Коромант» (Швеція); 3 - монокарбід вольфраму (ВолКар); 4 – нітрид бору виробництва «Валенайт» (США)

З табл. 6 видно, що ріжучі пластини, що отримано із суміші нанопорошків оксиду алюмінію і карбиду вольфраму мають вищу зносостійкість у порівнянні з виробами з оксидно-карбідною керамікою з добавками оксиду цирконію (ВОК71, ДСТУ 26630-85). Це можна пояснити високою твердістю та міцністю матеріалу, які є слідством його мікроструктури та міцності міжзеренних границь.

Створені пінисті та стільникові пористі структури можуть використовуватися як фільтри для очищення рідин і газів. Зокрема пінистий фільтр застосовується в металургії для очищення розплавів алюмінію, міді, сталі, чавуну.

Таблиця 6

Порівняльна стійкість проти зношування різних інструментальних матеріалів при обробці сталі У8 (HRC 54...56).

Ріжучий матеріал	Швидкість різання, м/хв.	Подача, мм/об.	Глибина, мм	Стійкість, хв.
ВОК 71	80	0,075	0,5	80
50% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 50% WC	80	0,075	0,5	85
ВК6	80	0,3	0,5	50

Використання пінистих фільтрів при виробництві литих виробів забезпечує ефективне очищення від наявних в розплаві неметалічних включень, розчинених газів і, як наслідок, гарантує одержання високоякісних зливок з покращеними механічними властивостями і якістю поверхні. Проведені випробування показали переваги використання розроблених пінистих керамічних носіїв замість стільникових, що традиційно використовуються. Необхідну ефективність фільтрів забезпечує розгалужена піниста структура, що утворилася при формуванні, яке дозволяє поліпшити якість очищення. Крім цього при виготовленні стільникових структур використовується складне та коштовне оснащення для екструзії. З технологічної точки зору виготовлення пінистих структур набагато простіше, ніж застосованих в теперішній час в автомобільних каталізаторах для дожигу відпрацьованих газів стільникових структур, що дозволяє знизити собівартість виробів (каталізаторів) майже у два рази.

## ЗАГАЛЬНИЙ ВИСНОВОК

У результаті виконання дисертаційної роботи вирішено важливу науково-прикладну

проблему – розроблено наукові засади технології нових високоефективних композиційних матеріалів з використанням нанодисперсних та субмікронних порошків тугоплавких неметалічних сполук для виготовлення ріжучого інструменту, фільтрів. Внаслідок проведених теоретичних та експериментальних досліджень сформульовано наступні висновки:

1. Вирішено теоретичну та практичну проблему створення нових, високоефективних композиційних матеріалів із заданими властивостями на основі нанодисперсних порошків монокарбіду вольфраму та оксиду алюмінію, а також високоміцних поруватих проникнених матеріалів на основі субмікронних порошків карбіду кремнію та оксиду алюмінію із застосуванням електроконсолідації та реакційного спікання.

2. Створено математичну модель процесу гарячого пресування нанопорошків оксиду алюмінію прямим пропусканням змінного струму промислової частоти, що дозволяє визначити параметри пресування для одержання матеріалів з максимальною щільністю та визначає частку внесків в кінцевий результат окремих механізмів ущільнення не тільки для нанопорошків оксиду алюмінію, але й нанопорошків інших тугоплавких сполук;

- побудовано карти гарячого пресування (електроконсолідації) порошків  $Al_2O_3$  при прямому пропусканні змінного електричного струму. Визначено оптимальні параметри (тиск і температура) процесу гарячого пресування для одержання максимальної щільності зразків з нанопорошків оксиду алюмінію.

3. З'ясовано, що високі фізико-механічні властивості отриманих матеріалів з нанопорошків монокарбіду вольфраму (твердість  $HV_{10} = 26,4$  ГПа, тріщиностійкість  $K_{Ic} = 10,9$  МПа·м<sup>1/2</sup>) обумовлені, в першу чергу, високодисперсними зернами та міцними границями між ними, забезпечена швидкоплинним спіканням та відсутністю порушень міжзереного зв'язку за рахунок ефективної дифузії атомів у приповерхневому шарі наночастинок при проходженні електричного струму;

- виведено рівняння ущільнення нанопорошків WC при електроконсолідації;

- з'ясовано, що для обмеження росту зерна монокарбіду вольфраму в процесі гарячого пресування необхідно застосовувати нагрівання з контрольованою швидкістю підвищення температури.

4. Виявлено, що метод гарячого пресування нанопорошків оксиду алюмінію при нагріванні прямим пропусканням змінного струму прискорює потік вакансій на поверхні пор, а швидке зменшення пористості на границях зерен збільшує мобільність границь та ущільнення за рахунок укладання зерен у результаті їхнього ковзання по границях, виведено теоретичне рівняння гарячого пресування нанопорошків оксиду алюмінію, встановлено основні механізми спікання, що дозволяє вірно вибрати режими спікання. Виявлено, що

спікання нанодисперсних сумішей оксиду алюмінію з монокарбідом вольфраму здійснюється аналогічно спіканню нанодисперсного монокарбіду вольфраму, однак головним механізмом зміцнення в цьому випадку є накопичення дислокацій поблизу границь нанозерен WC. Розроблено новий інструментальний матеріал з високими ріжучими властивостями, що вміщує 50 мас. %  $Al_2O_3$  та 50 мас. % WC. Оптимальна температура гарячого пресування у вакуумі методом електроконсолідації даної суміші становить 1600 °С, тиск 45 МПа. З розробленого матеріалу отримано зразки керамічних ріжучих пластин, що в порівнянні з промисловими різцями марки ВОК-71 мають підвищену на 30—40 % стійкість при забезпеченні підвищеної якості обробленої поверхні.

5. Розроблено технологію виробництва пінистих керамічних фільтрів на основі субмікронних порошоків оксиду алюмінію. Застосування та оптимальне дозування добавок  $TiO_2$  та  $MnO_2$  у матеріал дозволило забезпечити початок спікання до відгону поліуретанової губки, тривалість спікання скорочено більш ніж у п'ять разів у порівнянні з аналогами, продуктивність випалу підвищено майже в десять разів у порівнянні з технологією одержання фільтрів за традиційною порошковою технологією. За результатами зроблених техніко-економічних розрахунків і порівняльного аналізу ефективності застосування даної технології в промислових умовах можна стверджувати, що досягнуто подвійне скорочення технологічного циклу та в 3,5 рази зменшено енерговитрати на його здійснення.

6. Розроблено високоефективну технологію одержання на основі субмікронних порошоків карбіду кремнію трубчастих фільтрів, що можуть нагріватися прямим пропусканням струму та регенерувати властивості. Метод легування азотом при спіканні субмікронних порошоків карбіду кремнію дозволяє регулювати електричний опір виробів, що створює можливість виготовлення фільтрів з наперед заданими властивостями.

7. Створені фільтри піддаються регенерації шляхом подачі напруги 50 В для здійснення випалу сажі з вихлопів дизельних двигунів поновленням функціональних властивостей.

8. Результати дисертаційної роботи впроваджено на підприємствах України: ВАТ «Новомосковський трубний завод» (м. Новомосковськ, Дніпропетровська обл.), ТТ завод «Електробритва», (м. Харків), на заводі «Штампів і прес-форм» (м. Харків), ТОВ «Промкерам-фарфор» (м. Слов'янськ), ТОВ «Кермет У» (м. Харків), УкрНДІтранспроєкт (м. Київ), депо «Жовтень» (м. Харків) та в навчальному процесі УкрДАЗТ (м. Харків).

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Геворкян Э.С. Некоторые особенности подготовки исходных смесей для изготовления высокотвердых керамических материалов инструментального и конструкционного назначения // Вісник Національного технічного університету «Харківський

- політехнічний інститут» // – Харків: НТУ «ХПІ». – 2002. – Вип. 9, т. 10. – С. 23–25.
2. Геворкян Э.С. Пористые керамические фильтры из карбида кремния // Зб. наук. праць ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А.С. Бережного». – Харків: Каравела, 2004. – № 104. – С. 130–134.
  3. Геворкян Э.С. Способ получения керамических фильтров для металлургии с использованием специальных солевых добавок // Зб. наук. праць УкрДАЗТ «Довговічність, надійність, працездатність деталей рухомого складу залізниць і спеціальної залізничної техніки. – Харків: УкрДАЗТ, 2004. – Вип. 61. – С. 77–82.
  4. Геворкян Э.С. Некоторые особенности получения износостойких материалов на основе нанопорошков тугоплавких соединений. // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут». – Харків: НТУ «ХПІ». – 2004. – Вип. 44. – С. 161–164.
  5. Геворкян Э.С. Закономерности уплотнения нанопорошков из оксида алюминия и карбида вольфрама // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 12. – С. 73–78.
  6. Геворкян Э.С. Исследование процессов электроспекания нанопорошков оксида алюминия и карбида вольфрама «Високі технології в машинобудуванні». – Харків:НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 1 (10). – С. 135–141.
  7. Геворкян Э.С. Перспективы применения метода электроспекания для компактирования нанопорошков с целью получения композиционных материалов инструментального и конструкционного назначения //Резание и инструмент в технологических системах. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2005. – Вып. 68. – С. 123–128.
  8. Геворкян Э.С. Новый инструментальный материал на основе нанопорошков карбида вольфрама / Вісник Харківського національного технічного університету сільського господарства «Технічний сервіс АПК, техніка та технології у сільськогосподарському машинобудуванні». – Харків: ХНТУСГ, 2005. – Вип. 33. – С. 65–68.
  9. Геворкян Э.С. Механизмы спекания электропроводящих нанопорошков тугоплавких соединений // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 24. – С. 35–38.
  10. Геворкян Э.С. Некоторые особенности электроспекания нанопорошков // Зб. наук. праць УкрДАЗТ «Довговічність, надійність, працездатність деталей рухомого складу залізниць і спеціальної залізничної техніки. – Харків: УкрДАЗТ, 2005. – Вип. 69. – С. 39–45.
  11. Геворкян Э.С. Некоторые особенности резания материалами на основе

- ультрадисперсных смесей оксида алюминия и монокарбида вольфрама. //Резание и инструмент в технологических системах. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2006. – Вып. 70. – С. 112–119.
12. Геворкян Э.С. Спекание нанопорошков оксида алюминия при горячем прессовании прямым пропусканием тока / Зб. наук. праць УкрДАЗТ «Довговічність, надійність, працездатність деталей рухомого складу залізниць і спеціальної залізничної техніки». – Харків: УкрДАЗТ, 2006. – Вип. 79. – С. 65–73.
13. Геворкян Э.С. Закономерности структурообразования в нанокompозитах оксид алюминия – монокарбид вольфрама при горячем прессовании методом прямого пропускания тока // Резание и инструмент в технологических системах. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2006. – Вып. 71. – С. 28–34.
14. Геворкян Э.С. Некоторые закономерности электроконсолидации нанодисперсных порошков оксида алюминия / Високі технології в машинобудуванні. – Харків НТУ «ХПИ», 2007. – Вип. 1 (14). – С. 23–26.
15. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г. Расчет проницаемости пористых объектов в определенной системе физико–геометрических условий // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПИ». – 2003. – Вип. 8, т. 2. – С. 37–46.
- Здобувачем виконано підбір схеми розрахункової моделі. Перевірено адекватність запропонованої моделі.
16. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Литовченко С.В., Чишкала В.А. Интенсификация спекания корундовой керамики добавками диоксидов титана и марганца // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут»– Харків: НТУ «ХПИ». – 2003. – Вип. 9, т. 2. – С. 55–63.
- Здобувачем запропоновано оптимальні добавки для спікання фільтров.
17. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г. Структурно–геометрическое 3D–моделирование пористой проницаемой керамики // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПИ». – 2003. – Вип. 9, т. 3. – С. 103–118.
- Здобувачем виконано підбір розрахункової моделі фільтров.
18. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г. Моделирование и анализ физических возможностей пористой проницаемой керамики / Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» // Зб. наук. праць. – Харків: НТУ «ХПИ». – 2003. – Вип. 10, т. 1. – С. 73–85.

Здобувачем підібрано модель та виконано аналіз розрахункових результатів.

19. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Литовченко С.В., Чишкала В.А. Энергосберегающие технологии и повышение продуктивности производства керамических фильтров для металлургии алюминия // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2003. – Вип. 10, т. 3. – С. 3–17.

Здобувачем виконан аналіз ефективності розроблених фільтрів.

20. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Литовченко С.В., Чишкала В.А. Разработка алюмооксидной фильтрующей керамики с использованием тугоплавких водорастворимых солевых добавок // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2003. – Вип.11, т. 1. – С. 39–44.

Здобувачем розроблено технологію, підібрано оптимальний склад солевих добавок.

21. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Литовченко С.В., Чишкала В.А. Разработка алюмооксидной фильтрующей керамики с использованием выгорающих добавок // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2003. – Вип. 11, т. 2. – С. 15–23.

Здобувачем виконано підбір вигоряючих добавок, проаналізовано їх вплив.

22. Геворкян Э.С., Литовченко С.В., Чишкала В.А., Огиенко С.И., Чаговец Е.Н. Разработка фильтров на основе оксидных материалов / Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» // Зб. наук. праць. – Харків: НТУ «ХПІ». – 2003. – Вип. 14. – С. 112–115.

Здобувачем запропоновано режими спікання субмікронних сумішей на основі оксиду алюмінію.

23. Геворкян Э.С., Кодаш В.Ю., Крамер М. Исследование режущих свойств различных инструментальных материалов при обработке ферротитанита – S // Зб. наук. праць НТУ «ХПІ» «Високі технології в машинобудуванні». – Харків, НТУ «ХПІ», 2004. – Вип. 2 (9). – С. 59–62.

Здобувачем підібрано оптимальні режими спікання та проведено стійкісні випробування пластин.

24. Геворкян Э.С., Чишкала В.А., Гуцаленко Ю.Г. Некоторые особенности изготовления нагреваемых керамических фильтров на основе субмикронных порошков // Високі технології в машинобудуванні. – Харків НТУ «ХПІ», 2005. – Вип. 2 (11). – С. 91–95.

Здобувачем розроблено технологію формування та спікання фільтрів з SiC.

25. Геворкян Э.С., Чишкала В.А. Получение наноструктурных материалов методом



електроспекания // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 23. – С. 57–60.

Здобувачем запропоновано режими гарячого пресування та досліджено структуру і механічні властивості отриманих зразків.

26. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.Г., Гуцаленко Ю.Г. Некоторые особенности и результаты разработки катализаторов – нейтрализаторов нового поколения для дожигания выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 29. – С. 123–127.

Здобувачем отримано зразки каталізаторів–нейтралізаторів.

27. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А., Гуцаленко Ю.Г. Условия постановки и опыт испытаний катализатора – нейтрализатора выхлопных газов бензинового двигателя внутреннего сгорания // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2005. – Вип. 37. – С. 137–186.

Здобувачем отримано зразки досліджуваних каталізаторів–нейтралізаторів.

28. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Александров О.М., Чишкала В.О. Каталитический конвертор для нейтрализации выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания мобильной техники // Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» – Харків: НТУ «ХПІ». – 2006. – Вип. 26. – С. 75–80.

Здобувачем отримано зразки досліджуваних каталізаторів–нейтралізаторів.

29. Геворкян Э.С., Шкуропатенко В.А., Чишкала В.А. Моделирование процесса горячего прессования при прямом пропускании переменного электрического тока с частотой 50 Гц // Високі технології в машинобудуванні. – Харків НТУ «ХПІ», 2006. – Вип. 2 (13). – С. 20–23.

Здобувачем запропоновано розрахункову модель і вихідні розрахункові дані (відносна щільність отриманих зразків).

30. Геворкян Э.С., Шкуропатенко В.А., Чишкала В.А. Рост зерен в процессе горячего прессования порошков  $Al_2O_3$  при прямом пропускании переменного электрического тока /Резание и инструмент в технологических системах. – Харьков: НТУ «ХПІ», 2007. – Вып. 72. – С. 55–59.

Здобувачем знайдено значення щільності, тріщиностійкості та схема розрахункової моделі.

31. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г. Задачи и перспективы разработки отечественных электроподогреваемых керамических конверторов выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания (опыт ООО «Кермет-У»)/ Високі технології в

машинобудуванні . – Харків НТУ «ХП», 2007. – Вип. 2 (15). – С. 71–74.

Здобувачем виконано порівняльний аналіз ефективності розроблених фільтрів.

32. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г., Александров А.А., Чишкала В.А. Каталитический конвертор – нейтрализатор выхлопных газов / Високі технології в машинобудуванні. – Харків НТУ «ХП», 2007. – Вип. 2 (15). – С. 75–73.

Здобувачем виконано роботу по дослідженню фізико–механічних характеристик каталізаторів.

33. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А., Чишкала В.А., Кислый П.С. Горячее прессование нанопорошков монокарбида вольфрама при нагревании электрическим током / Наноструктурное материаловедение. –Київ, № 2. – 2006. – С. 46–51.

Здобувачем розроблено схему установки гарячого пресування прямим пропусканням електричного струму, досліджено властивості отриманих на цій установці зразків.

34. Деклараційний патент України на винахід № 34533 А МПК С 04 И 35/12. Композиційний керамічний матеріал / Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А., Туренко А.М. – Заявл. 23.12.1997; Оpubл. 15.03.2001; Бюл. № 2. – 6 с.

Здобувачем запропоновано склад композиційного матеріалу.

35. United States Patent № 6,617,271 В1 МКИ С 04 В 35/36. Tungsten carbide cutting tool materials / Gevorkian E.S., Kodash V.Yu. – Заявл. 19.03.2002; Оpubл. 9.10.2003. – 14 р.

Здобувачем запропоновано методика виготовлення, виконано дослідження різальних властивостей отриманих різальних пластин, запропоновано оптимальні режими різання та області застосування.

36. International Patent WO № 2005/023729 А1 МКИ С 04 В 35/36. Tungsten carbide cutting tool material / Gevorkian E., Kramer M., Kodash V. – Заявл. 08.09.2003; Оpubл. 17.03.2005. – 14 р.

Здобувачем виконано дослідження різальних властивостей отриманих різальних пластин, запропоновано оптимальні режими різання та області застосування.

37. Деклараційний патент України на корисну модель № 7717 МПК С 04 В 38/00. Спосіб одержання пористої кераміки з відкритою пористістю, переважно для виготовлення каталітичних конверторів для нейтралізації відпрацьованих газів двигунів внутрішнього згорання / Геворкян Э.С., Чишкала В.О., Томе Ф. (US), Мартиросян Р.З. – Заявл. 15.09.2004; Оpubл. 15.07.2005, Бюл. № 7. – 6 с.

Здобувачем запропоновано склад отриманого фільтра.

38. Деклараційний патент України на корисну модель № 9568 МПК В 01 J 8/00, В 60 К 5/00. Композиція для одержання каталітичного покриття конвертора, переважно для нейтралізації вихлопних газів двигунів внутрішнього згорання / Геворкян Э.С.,

Чишкала В.О., Олександров О.О., Гуцаленко Ю.Г. – Заявл. 22.12.2004; Опубл. 17.10.2005, Бюл. № 10. – 4 с.

Здобувачем запропоновано спосіб нанесення покриттів.

39. Деклараційний патент України на корисну модель № 10120 МПК В 01 J 23/00. Катализатор для нейтралізації забруднених газів, переважно вихлопних газів двигунів внутрішнього згорання / Геворкян Е.С., Чишкала В.О., Олександров О.О., Гуцаленко Ю.Г. – Заявл. 31.12.2004; Опубл. 15.11.2005, Бюл. № 11. – 6 с.

Здобувачем запропоновано склад отриманого фільтра.

40. Геворкян Э.С. Влияние методов размола порошков на свойства минералокерамических режущих пластин // Матер. IX Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии в машиностроении». – Харьков: ХГПУ, 1999. – С. 34–35.

41. Геворкян Э.С., Гуцаленко Ю.Г. Совершенствование технологий получения, формообразования и применения пористой алюмооксидной керамики // Матер. XIII Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции развития»- Харьков: НТУ «ХПИ», 2003. – С. 46–56.

Здобувачем запропоновано ефективну технологію формування фільтрів, підбрано оптимальний склад субмікронних добавок.

42. Геворкян Э.С., Кодаш В.Ю. Новый инструментальный материал на основе вакуумной технологии монокарбида вольфрама // Анот. доп. XII Між нар. наук.–практ. конф. «Інформаційні технології: наука, техніка, технологія, освіта, здоров'я». – Харків: НТУ «ХПИ», 2004. – С. 3–14.

Здобувачем проведено роботу по підбору оптимальних режимів електроконсолідації нанопорошків WC.

43. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А., Томе Ф. Экспериментальное исследование эффективности катализатора с керамическим сотовым носителем // Сб. доклады Десета научно–техническа конференция «Транспорт, экология – устойчиво развитие». – Варна: Технический Университет, 2004. – С. 455–458.

Здобувачем проведено роботу по дослідженню отриманих катализаторів.

44. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А. Исследование закономерностей спекания изделий из нанопорошков  $Al_2O_3$ , SiC // Матер. 5 Междунар. научн.–техн. семин. «Современные проблемы подготовки производства, заготовительного производства, обработки и сборки в машиностроении и приборостроении». – Киев, 2005. – С. 164–165.

Здобувачем описано основні закономірності спікання фільтрів з SiC.

45. Геворкян Э.С. Исследование режущих свойств материала на основе субмикронных порошков карбида вольфрама // Зб. матер. X Міжнар. наук.–техн. конф. «Нові

конструкційні сталі та стопи і методи їх оброблення для підвищення надійності та довговічності виробів». – Запоріжжя: ЗНТУ, 2005. – С. 91–93.

46. Геворкян Е.С., Гуцаленко Ю.Г., Чишкала В.О., Кришталь А.П. Активоване електричним полем спікання порошкової кераміки  $Al_2O_3$  і WC // Матер. XIV Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции развития». – Харьков: НТУ «ХПИ», 2005. – С. 31–32.

Здобувачем запропоновано режими гарячого пресування та нанопорошки, досліджено механічні властивості отриманих зразків.

47. Геворкян Э.С., Тимофеева Л.А., Гуцаленко Ю.Г., Чишкала В.О. Керамічні фільтри для очищення сажових викидів дизельних двигунів / Матер. XIV Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции развития». – Харьков: НТУ «ХПИ», 2005. – С. 124–125.

Здобувачем виконано роботу по дослідженню фізико–механічних властивостей отриманих зразків.

48. Gevorkian E.S., Gutsalenko Yu.G., Chishkala V.A., Krishtal A.P Sintering of  $Al_2O_3$  and WC powders actived by electric field // 5<sup>th</sup> International Conference «Research and Development in Mechanical Industry» RaDMI. – Vrnjačka Banja, Serbia and Montenegro, 2005. – P. 694–696.

Здобувачем підібрано оптимальні режими гарячого пресування.

49. Геворкян Е.С., Гуцаленко Ю.Г., Чишкала В.О. Комплексне забезпечення нейтралізації вихлопних газів двигунів внутрішнього згоряння мобільної техніки // Матер. XV Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции развития». – Харьков: НТУ «ХПИ», 2006. – С. 44–45.

Здобувачем виконано експерименти по дослідженню ефективності очищення.

50. Геворкян Е.С., Чишкала В.О., Олександров О.М., Гуцаленко Ю.Г. Структурово – хімічне і технологічне рішення покриття каталітичного конвертора для нейтралізації вихлопних газів двигунів внутрішнього згоряння мобільної техніки // Матер. XV Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции развития». – Харьков: НТУ «ХПИ», 2006. – С. 46–48.

Здобувачем запропоновано спосіб нанесення покриттів.

51. Геворкян Э.С., Чишкала В.О., Олександров О.М., Гуцаленко Ю.Г. Структурово – хімічне і технологічне рішення пористої основи каталітичного конвертора для нейтралізації вихлопних газів двигунів внутрішнього згоряння мобільної техніки // Матер. XV Междунар. научн.–техн. семин. «Высокие технологии: тенденции

развития». – Харьков: НТУ «ХПИ», 2006. – С. 49–51.

Здобувачем запропоновано спосіб нанесення покриттів.

52. Геворкян Э.С., Кислый П.С. Некоторые современные тенденции создания новых керамических инструментальных материалов // Матер. Міжнар. наук.–практ. конф. «Інформаційні технології: техніка, технологія, освіта, здоров'я». – Харків: Курсор, 2007. – С. 89–92.

Здобувачем проведено дослідження фізико–механічних та різальних властивостей нових інструментальних матеріалів.

### АНОТАЦІЇ

**Геворкян Э. С. Щільні та поруваті конструкційні матеріали з нано та субмікронних порошків WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> і SiC поліфункціонального призначення. - Рукопис.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів. – Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», м. Харків, 2007.

У роботі вирішено наукові та практичні проблеми створення композиційних матеріалів на основі нанодисперсних і субмікронних порошків тугоплавких сполук (монокарбиду вольфраму, оксиду алюмінію, карбиду кремнію). З'ясовано механізми структуроутворення матеріалів, отриманих з нанопорошків монокарбиду вольфраму в процесі гарячого пресування з прямим пропусканням струму (електроконсолідації). Досліджено кінетику росту зерна та визначені оптимальні електричні параметри спікання та механізми спікання нанопорошків з монокарбиду вольфраму.

Розроблено математичну модель, що дозволяє визначити безпосередній вплив електричних параметрів спікання на щільність тугоплавких матеріалів. Результати теоретичних та практичних досліджень дозволили розробити новий інструментальний матеріал з високими механічними властивостями, що може знайти широке застосування при обробці надтвердих сталей і сплавів. Визначено механізми структуроутворення матеріалів на основі нанопорошків оксиду алюмінію та суміші оксид алюмінію – монокарбід вольфраму в процесі гарячого пресування з прямим пропусканням струму. Досліджено кінетику росту нанозерен і механізми спікання діелектричного оксиду алюмінію та деяких його сумішей з монокарбідом вольфраму, встановлено закономірності залежності дисперсності структури від електричних параметрів спікання. На основі проведених досліджень розроблено новий високоміцний матеріал інструментального та конструкційного призначення, що може ефективно використовуватись при обробці твердих матеріалів.

Досліджено процеси формоутворення та структуроутворення пінистих проникних

матеріалів на основі субмікронних частинок оксиду алюмінію і деяких його сумішей. З'ясовано особливості формування та одержання пінистих структур із субмікронних частинок за рахунок реакційного спікання. Досліджено основні закономірності спікання та визначено оптимальні режими процесу. Отримані теоретичні розрахункові залежності проникності поруватих матеріалів. Розроблено технологічний процес видалення органічних в'язучих матеріалів після формування пінистих матеріалів із субмікронних частинок, визначено оптимальні параметри видалення різних речовин.

Вперше в Україні створено високоефективний технологічний процес одержання пінистих керамічних фільтрів з оксиду алюмінію і його сумішей. Результати досліджень закономірностей формування та одержання поруватих матеріалів трубчастої форми з субмікронних порошків карбіду кремнію при спіканні в атмосфері азоту дозволили розробити технологію формування та провести оптимізацію режимів спікання з метою одержання фільтрів з наперед заданою пористістю та можливістю регенерації функціональних властивостей. Дані фільтри можуть бути застосовано для очищення від сажі викидів дизельних двигунів, а також очищення повітря від механічних домішок..

Досліджено фізико-механічні властивості отриманих матеріалів, вироблено практичні рекомендації з їхнього використання.

**Ключові слова:** нанопорошки, субмікронні порошки, електроконсолідація, гаряче пресування, пенокерамічні фільтри, технологія формування, ріжучі матеріали.

**Геворкян Э.С. Плотные и пористые конструкционные материалы из нано и субмикронных порошков WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и SiC полифункционального назначения. – Рукопись.**

Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.17.11 – Технология тугоплавких неметаллических материалов, Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков, 2007.

В работе решены научные и практические проблемы по созданию композиционных материалов на основе нанодисперсных и субмикронных порошков некоторых тугоплавких соединений (монокарбида вольфрама, оксида алюминия, карбида кремния). Установлены механизмы структурообразования материалов полученных из нанопорошков монокарбида вольфрама в процессе горячего прессования прямым пропусканием тока (электроконсолідація). Исследована кинетика роста зерна и установлены оптимальные электрические параметры спекания, установлены механизмы спекания нанопорошков из

монокарбида вольфрама.

Разработана математическая модель, позволяющая установить непосредственное влияние электрических параметров спекания на плотность тугоплавких материалов. Проведенные теоретические и практические исследования позволили разработать новый инструментальный материал с высокими механическими свойствами. Данный материал может найти широкое применение при обработке высокотвердых сталей и сплавов. Были установлены механизмы структурообразования материалов на основе нанопорошков оксида алюминия и смеси оксид алюминия – монокарбид вольфрама в процессе горячего прессования прямым пропусканием тока. Исследованы кинетика роста нанозерен и механизмы спекания не проводящего электрический ток оксида алюминия и некоторых смесей оксида алюминия с монокарбидом вольфрама, установлены закономерности изменения дисперсности структуры в зависимости электрических параметров спекания. На основе проведенных исследований был разработан новый высокопрочный материал инструментального и конструкционного назначения, который эффективно работает при обработке высокотвердых материалов.

В настоящее время актуальным является также вопрос создания тонкодисперсных пористых материалов, которые находят применение в качестве фильтров. Были исследованы процессы формообразования и структурообразования пенистых проницаемых материалов на основе субмикронных частиц оксида алюминия и некоторых его смесей. Установлены особенности формования и получения пенистых структур из субмикронных частиц за счет реакционного спекания. Исследованы основные закономерности спекания и оптимальные режимы процесса. Выведены теоретические расчетные зависимости проницаемости пористых материалов. Разработан технологический процесс отгонки органических связующих материалов после формования из субмикронных частиц пенистых структур. Установлены оптимальные параметры отгонки для различных органических связующих материалов.

Впервые в Украине создан высокоэффективный технологический процесс получения пенистых керамических фильтров из оксида алюминия и его смесей. Исследование закономерностей формования и получения пористых материалов трубчатой формы из субмикронных порошков карбида кремния при спекании в среде азота позволило разработать технологию формования и подобрать оптимальные режимы спекания с целью получения нагреваемых фильтров, способных работать при относительно небольшом напряжении до 50 В. Данные фильтры могут найти применение для очистки сажистых выбросов дизельных двигателей, а также для очистки воздуха.

Исследованы физико-механические свойства полученных материалов, выработаны

практические рекомендации по их использованию.

**Ключевые слова:** нанопорошки, субмикронные порошки, электроконсолидация, горячее прессование, пенокерамические фильтры, технология формования, режущие материалы.

**Gevorkyan E.S. - Dense and porous constructional materials from nano and submicron powders of WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiC for multifunctional purpose. - Manuscript.**

The dissertation on competition of a scientific degree of the doctor of engineering science on a speciality 05.17.11 – Technology of refractory not metal materials. – National technical university "Kharkov polytechnical institute", Kharkov, 2007.

In work the scientific and practical problems on creation of composite materials on a basis of nanodispersed and submicron powders of some refractory compounds (tungsten monocarbide, alumina, silicon carbide) have been decided. The structure formation mechanisms of materials received from nanopowders of tungsten monocarbide have been established during hot pressing by a direct transmission of a current (electroconsolidation).

The mathematical model allowing to establish direct influence of electrical parameters of sintering on density of refractory materials has been developed. The theoretical and practical researches carried out have allowed to develop a new tool material with high mechanical properties. The structure formation mechanisms of materials on a basis of alumina nanoparticles and alumina – tungsten monocarbide mix have been established during hot pressing by a direct transmission of a current. The kinetics of nanograin growth has been investigated and mechanisms of non-conducting electrical current alumina and some mixes of alumina with tungsten monocarbide, the laws of change of structure dispersity in dependence of sintering electrical parameters have been established.

At present the question of fine porous materials' creation which find a use as filters is relevant. The processes of shaping and structure formation of foamy permeable materials on a basis of submicron particles of alumina and its some mixes have been investigated. The features of formation and reception of foamy structures from submicron particles by reactionary sintering have been established. The basic laws of sintering and optimum modes of process have been investigated. The technological process of organic binding materials' distillation after formation from submicron particles of foamy structures has been developed.

For the first time in Ukraine the highly effective technological process of reception of foamy ceramic filters from alumina and its mixes has been created. The laws research of formation and reception of porous materials with tubular form from submicron powders of silicon carbide at sintering in environment of nitrogen has allowed to develop formation technology and to select optimum modes of sintering with the purpose of reception of heated filters capable to work at a



rather small voltage up to 50 V. These filters can find application for clearing of soot emissions from diesel engines, and also for clearing air.

**Key words:** nanopowders, submicron powders, electroconsolidation, hot pressing, foam ceramic filters, technology of forming, cutting materials.

Підписано до друку 27.12.2007 р. Формат 60x84/16.  
Папір для розмножувальних апаратів. Друк офсетний.  
Умовн.-друк. арк.. 1,9. Обл.-вид. арк. 1,25.  
Замовлення № . Тираж 100. Безкоштовно

Видання УкрДАЗТу. Свідоцтво ДК №2874 від 12.06.2007 р.  
61050, м. Харків-50, пл.. Фейєрбаха, 7  
Друкарня УкрДАЗТу, 61050, м. Харків-50, пл.. Фейєрбаха, 7