

<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2024.116700>.

15. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Kulych, V. G., Vasylichuk, O. S. (2024). Modeliuvannia elektronahrivu, ushchilnennia ta rostu zerna pry vysokoshvydkisnomu spikanni pid tyskom materialiv na osnovi karbidu boru [Simulation of electrical heating, densification and grain growth during high-speed sintering under pressure of boron carbide-based materials]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*. Accepted for publication [in Ukrainian].

УДК 622.24.051:536.2

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-285-297

В. А. Дутка, канд. техн. наук; **А. Л. Майстренко**, член-кор. НАН України¹;
Е. С. Геворкян, докт. техн. наук^{2,3}; **В. Г. Кулич**, **О. І. Боримський**,
кандидати технічних наук¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, email: vadutka@ukr.net

²University of Life Sciences in Lublin, Lublin, Poland, email: edsgev@gmail.com

³Український державний університет залізничного транспорту,
площа Фейєрбаха 7, 61050, Харків, Україна

МОДЕЛЮВАННЯ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКОВИХ ЗРАЗКІВ НА ОСНОВІ КАРБІДУ БОРУ ТА ОКСИДУ ЦИРКОНІЮ ПРИ СПІКАННІ ПІД ТИСКОМ

Виконано моделювання процесів ущільнення порошкових сумішей на основі карбиду бору при високошвидкісному спіканні під тиском та оксиду цирконію при гарячому вакуумному пресуванні. Розроблена для цього комп'ютерна модель базується на теорії Скорохода–Олевського–Штерна ущільнення пористих матеріалів і враховує кінетику росту зерен в процесі спікання. Для визначення параметрів моделі використано результати лабораторних та комп'ютерних експериментів. Адекватність комп'ютерної моделі підтверджено порівнянням із отриманими експериментальними даними.

Ключові слова: карбід бору, оксид цирконію, спікання під тиском, ущільнення, моделювання.

Вступ

Відомо [1, 2], що фізико-механічні властивості керамічних матеріалів, спечених під тиском, суттєво залежать від їх щільності на заключній стадії спікання. Це важливо тому, що зі збільшенням щільності зростають показники міцності. На щільність спеченого матеріалу впливає ріст зерна [1, 2]. Згідно з [2], досягнення високої щільності вимагає мінімізації росту зерна. Тому є важливим прогнозування щільності матеріалу зразка та росту зерна. Одним із способів прогнозування є моделювання ущільнення та розмірів зерен.

На даний час створено ряд моделей ущільнення керамічних порошків при спіканні під тиском. Ці моделі є складовими моделей спікання. Із них часто використовуються такі моделі: Скорохода–Олевського–Штерна [3–5], Ріделя-Крафта [6], Абуафа (Abouaf M.) [7]. Для використання цих моделей потрібно визначити їх параметри, характерні для кожної порошкової суміші, яка ущільнюється. При визначенні параметрів використовують результати експериментів для спрощених схем спікання, наприклад, одновісного механічного навантаження об'єму, що спікається [8, 9], із визначенням та урахуванням домінуючих

механізмів ущільнення. Такий підхід використовується, наприклад, в [8, 9] для ідентифікації параметрів моделі Скорохода–Олевського–Штерна при моделюванні ущільнення порошкових зразків на основі оксиду алюмінію Al_2O_3 при електроіскровому спіканні під тиском (SPS), а в [10] – для ідентифікації параметрів моделі Абуафа при SPS-спіканні різних матеріалів: металевих, керамічних та полімерних.

Як показано в [8, 9], при високих швидкостях спікання (≥ 100 град/хв) домінуючим механізмом ущільнення можна вважати повзучість в кристалічній решітці і на поверхнях зерен. Тому в моделі ущільнення можна обмежитись лише складовою, що описує механізм узагальненої повзучості. В такому випадку скорочується кількість параметрів, які потрібно визначити. Такими параметрами є нормалізовані модулі зсуву ϕ і об'ємного стиску ψ , енергія активації повзучості Q_{cr} , множник степеневого закону повзучості A_0 , показник степеня n еквівалентних напружень (strain exponent), енергія активації росту зерна Q_g , показник степеня r та множник закону росту зерна k_0 . Модулі ϕ і ψ є функціями пористості. Якщо вирази для ϕ і ψ – визначено, тоді залишається до визначення шість параметрів Q_{cr} , A_0 , n , k_0 , Q_g і r . Для їх визначення часто застосовують підхід лінійної регресії і використовують дані експерименту по нагріванню та ущільненню зразків.

Мета цієї роботи полягає: 1) у визначенні параметрів моделі Скорохода–Олевського–Штерна ущільнення порошкових зразків на основі карбіду бору B_4C при високошвидкісному спіканні під тиском (ВШСТ) та оксиду цирконію ZrO_2 при гарячому вакуумному пресуванні (ГВП) за експериментальними даними; 2) з використанням визначених параметрів – у виконанні моделювання ущільнення порошкових зразків на основі B_4C і ZrO_2 .

Опис експериментів по спіканню під тиском сумішей на основі карбіду бору та оксиду цирконію

В цій роботі використано результати ВШСТ порошкової суміші на основі карбіду бору B_4C зі складом 90% B_4C + 10% TiB_2 та ГВП суміші на основі оксиду цирконію ZrO_2 зі складом 90% ZrO_2 + 10% CeO_2 .

Для реалізації ВШСТ зразків на основі B_4C було використано технологічну установку [11], де реалізується непрямий нагрів зразка електричним струмом промислової частоти 50 Гц через графітові пуансони і прес-форму. По мірі нагріву зразка від кімнатної температури до температури витримки 1800...2200 °С його матеріал ущільнюється, поступово стає електропровідним, – тоді електричний струм протікає також через зразок. В [11] описано моделювання температурного поля в процесі ВШСТ.

В дослідженнях використовували порошок карбіду бору B_4C марки F1200 виробництва ПАТ «Запорізький абразивний комбінат» (Україна) із середньою зернистістю 3,15 мкм. Попередньо спресований при кімнатній температурі брикет на основі B_4C спікали під тиском 200–300 МПа. Тиск на торці реакційної комірки забезпечується пневматичним пресом зусиллям до 10 кН. Величини електричної напруги, сили струму, температури і усадки в часі фіксувались комп'ютерною вимірювальною системою. Температура в зразку, що спікається, обчислювалась на основі вимірювань температури в пуансонах хромель-алюмелевими термопарами, підключеними до аналогово-цифрового перетворювача. Величина усадки визначалась за величиною переміщення плити пресу за допомогою датчика лінійного переміщення Digico 10 з точністю вимірювання до 1 мкм. Густина зразків вимірювали методом гідростатичного зважування. В результаті ВШСТ було отримано щільні зразки:

виміряна їх твердість за Віккерсом лежить в межах 32–35 ГПа, що знаходиться на рівні результатів, отриманих іншими авторами [12, 13].

Для проведення ГВП зразків на основі оксиду цирконію ZrO_2 було використано технологічну установку [14], в якій також реалізується непрямий нагрів зразка шляхом пропускання електричного струму промислової частоти через графітові пуансони і прес-форму. Проте, весь процес ГВП здійснюється у вакуумній камері. Спікання проводилося при температурі витримки 1350–1450 °С та тиску 40...50 МПа. В дослідженнях використовували порошок оксиду цирконію ZrO_2 з початковим розміром зерен 70 нм.

Модель ущільнення та росту зерна

В цій статті розглядається модель Скорохода–Олевського–Штерна для одновісного ущільнення порошкового зразка (в напрямі осі Oz). У зручному для розгляду вигляді цю модель детально описано в [15]; нижче наведено її короткий опис. Модель складається з двох звичайних диференціальних рівнянь, що описують відповідно ущільнення матеріалу зразка

$$\frac{\dot{\rho}}{\rho} = \left(\frac{|\sigma_z|}{K_1(T, G) \left(\psi + \frac{2}{3} \varphi \right)^{1+\frac{1-n}{2n}} \rho^{\frac{n-1}{2n}}} \right)^n \quad (1)$$

та ріст зерна в процесі спікання

$$\dot{G} = \frac{k_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right)}{G^r}, \quad (2)$$

де $\rho = \rho(t)$ – відносна щільність матеріалу зразка, $\theta = 1 - \rho$ – відносна пористість зразка, $\dot{\rho}$ – швидкість ущільнення, σ_z – прикладений тиск (осьове напруження) до зразка, φ і ψ – нормалізовані модулі зсуву і об'ємного стиску відповідно, $G = G(t)$ – діаметр зерна в момент часу t , k_0 – стала, Q_g – енергія активації росту зерна, r – показник степеня, T – абсолютна температура, R – універсальна газова стала, n – показник степеня, який відповідає певному механізму повзучості, K_1 – коефіцієнт узгодження повзучості (creep consistency factor), який обчислюється за формулою

$$K_1(T, G) = \left(\frac{G}{G_0} \right)^2 \frac{1}{A_0^{\frac{1}{n}}} T^{\frac{1}{n}} \exp\left(\frac{Q_{cr}}{nRT}\right), \quad (3)$$

A_0 – множник Арреніуса. Для розв'язання системи рівнянь (1), (2) потрібно задати початкові значення щільності матеріалу зразка ρ_0 та середнього розміру зерен G_0 .

Методика визначення параметрів моделі ущільнення

Аналогічно [15], для визначення параметрів моделі ущільнення порошкових зразків на основі V_4C і ZrO_2 використовується методика, викладена у [8, 9] для ідентифікації параметрів моделі Скорохода–Олевського–Штерна ущільнення оксиду алюмінію Al_2O_3 . Нижче цю методику подано у вигляді, зручному для комп'ютерної реалізації.

1) Спочатку отримуються експериментальні дані зміни в часі температури зразка $T = T_{exp}(t)$ і його відносної щільності $\rho = \rho_{exp}(t)$ в процесі спікання. Обчислюється похідна $\dot{\rho} = \dot{\rho}_{exp}(t)$, а після цього – швидкість деформації $\dot{\epsilon}_z = -\frac{\dot{\rho}(t)}{\rho(t)}$.

2) Для різних значень показника степеня напружень $n = 1, 2, 3$ будуються графіки лівої частини рівняння

$$n \ln \left(\frac{|\sigma_z|}{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right)^{1+\frac{1-n}{2n}} (1-\theta)^{\frac{n-1}{2n}} |\dot{\epsilon}_z|^{\frac{1}{n}}} \right) - \ln T = -\ln A_0 + \frac{Q_{cr}}{RT}, \quad (4)$$

в координатах X, Y для визначення коефіцієнтів a і b лінійної функції

$$Y = a + bX. \quad (5)$$

Тут Y – ліва та $a + bX$ – права частини (4), $X = \frac{1}{T}$. Коефіцієнти правих частин (4) і (5)

зв'язані між собою: $a = -\ln A_0$, $b = \frac{Q_{cr}}{R}$.

3) За графіком рівняння (4) при кожному $n = 1, 2$ і 3 визначаються коефіцієнти a і b для виразу (5) і обчислюються коефіцієнт A_0 і енергія активації повзучості Q_{cr} :

$$A_0 = \exp(-a), \quad Q_{cr} = bR. \quad (6)$$

4) При кожному $n = 1, 2$ і 3 здійснюється моделювання ущільнення з використанням рівняння

$$\dot{\rho} = \left(\frac{3}{2}\right)^{\frac{n+1}{2}} \cdot \frac{A_0 \exp\left(-\frac{Q_{cr}}{RT}\right) |\sigma_z|^n (1-\rho)^{\frac{n+1}{2}}}{T \rho^{\frac{3n-1}{2}}}.$$

За результатами моделювання виконується побудова кривих ущільнення та порівняння результатів моделювання з експериментальними даними (для кроку пункту 1).

5) Остаточо вибирається набір тих значень параметрів n, A_0 і Q_{cr} , для яких результати моделювання ущільнення найкраще узгоджуються з експериментом.

6) Обчислюються параметри моделі росту зерна k_0, Q_g і r . Для цього використовується метод лінійної регресії. Логарифмуванням обох частин рівняння (2) дістають його лінеаризацію відносно $\ln(G)$:

$$\ln(\dot{G}) = \ln(k_0) - \frac{Q_g}{RT} - r \ln(G). \quad (7)$$

Для визначення трьох параметрів k_0, Q_g і r потрібно виконати принаймні три експерименти по дослідженню росту зерна при трьох різних температурах T_1, T_2 і T_3 . Так як при постійній температурі T вираз

$$C = \ln(k_0) - \frac{Q_g}{RT} \quad (8)$$

є сталою величиною, то, побудувавши при кожному T_i ($i = 1, 2, 3$) лінійну регресію

$$Y = C + rX \quad (9)$$

для залежності (7) $\ln(\dot{G}) = f(\ln(G))$, можна визначити три значення сталої C і три значення показника степеня r . В (9) $Y = \ln(\dot{G})$, $X = \ln(G)$. За трьома значеннями r знаходять середнє значення r , а за трьома значеннями сталої C і $\frac{1}{T}$ в системі координат $X = \frac{1}{T}$, $Y = C$ будують регресію

$$Y = a_1 + b_1 X \quad (10)$$

і визначають коефіцієнти a_1 і b_1 після співставлення (10) і (8):

$$a_1 = \ln(k_0), b_1 = -\frac{Q_g}{R}, X = \frac{1}{T}.$$

За отриманими a_1 і b_1 знаходять k_0 та Q_g :

$$k_0 = \exp(a_1), Q_g = -b_1 R.$$

Результати та їх обговорення

На основі описаної методики розроблено комп'ютерну програму. Її було використано для визначення параметрів моделі Скорохода–Олевського–Штерна ущільнення зразків із вище вказаних двох сумішей на основі карбіду бору і оксиду цирконію при їх спіканні. Для визначення параметрів моделі ущільнення кожної із сумішей було проведено серію комп'ютерних експериментів.

1) Визначення параметрів моделі ущільнення зразків зі складом 90% V_4C +10% TiB_2

На початку процесу спікання порошкових зразків із суміші 90% V_4C +10% TiB_2 від пресу до пуансонів технологічної установки було прикладене зусилля 10 МПа і протягом 180 с

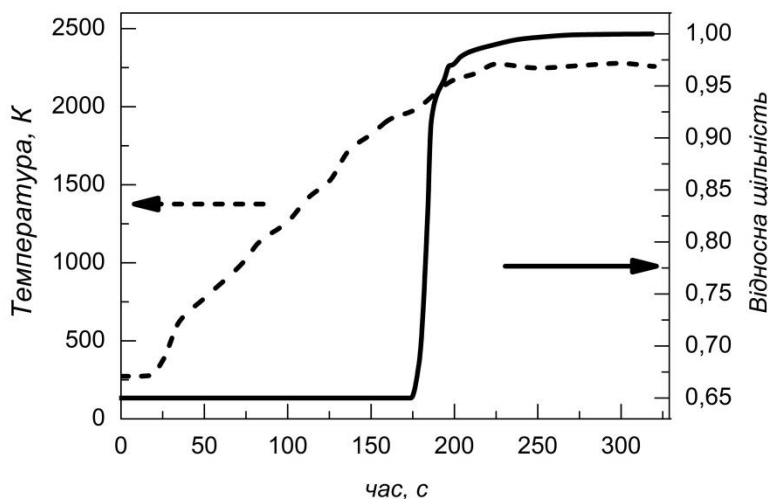


Рис. 1. Експериментальні зміни температури (штрихова лінія) (а) та щільності (суцільна лінія) (б) зразка зі складом 90% V_4C +10% TiB_2 в процесі ВШСТ (тиск 250 МПа, швидкість нагріву 530 град/хв)

відбувалося нагрівання зразка до температури 1900...2000 К – початку росту зерна [16]. З цього моменту часу було прикладене зусилля 250 МПа і почалася усадка зразка. Графіки зміни температури та щільності зразка в процесі спікання наведено на рис. 1. Усадка зразка тривала до закінчення його ущільнення на стадії витримки. При досягненні температури витримки 2300 К (при $t = 230$ с) швидкість нагріву зменшилась практично до нуля. Як видно з рис. 1, в момент прикладення навантаження 250 МПа експериментальна крива зміни відносної щільності різко йде

вверх, що свідчить про велику швидкість усадки в цей момент часу. На стадії витримки відбувається майже повне ущільнення матеріалу зразка.

Для кожного $n = 1, 2, 3$ за формулами (4) і (6) визначено величини коефіцієнта A_0 і енергії активації повзучості Q_{cr} при осьовому напруженні $\sigma_z = 115$ МПа (середнє значення для всього процесу спікання) із використанням експериментальних даних зміни температури та відносної щільності в процесі ВШСТ. Отримані значення A_0 і Q_{cr} наведені в табл. 1. Для кожного з наборів параметрів n , A_0 і Q_{cr} при $n = 1, 2$ і 3 було виконано моделювання ущільнення: отримані криві для зміни в часі відносної щільності та експериментальні дані наведено на рис. 2.

Таблиця 1. Значення параметрів для моделі ущільнення зразків зі складом 90%В₄С+10%ТіВ₂

n	$A_0, \text{К} \cdot \text{Па}^{-n} \cdot \text{с}^{-1}$	$Q_{cr}, \text{кДж/моль}$
1	76,671	324,3
2	$0,326 \cdot 10^{-1}$	493,6
3	$0,139 \cdot 10^{-4}$	662,9

Задля виразності порівняння графіків при кожному значенні n і експериментальної кривої ущільнення, на осі часу вибрано не весь інтервал $[0; 240 \text{ с}]$, а лише його частину – $[125$

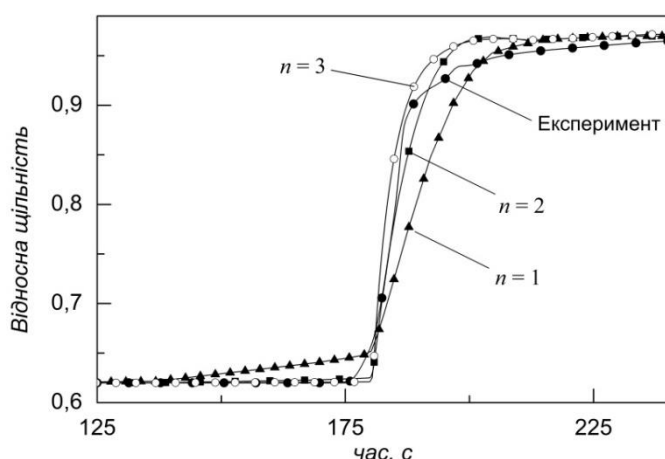


Рис. 2. Результати моделювання: зміна в часі відносної щільності зразка (90% В₄С+10% ТiВ₂) в процесі ВШСТ для різних значень показника еквівалентних напружень n

; 240 с]. З рис. 2 видно, що найближчим до експериментальної кривої є графік моделювання ущільнення при $n = 1$. Тому для моделі ущільнення вибираємо параметри: $n = 1, A_0 = 76,67 \text{ К} \cdot \text{Па}^{-n} \cdot \text{с}^{-1}, Q_{cr} = 324,3 \text{ кДж/моль}$. Обчислена величина енергії активації повзучості 324,3 кДж/моль для матеріалу на основі карбіду бору зі складом 90% В₄С+10% ТiВ₂ корелює з величиною 385 кДж/моль енергії активації повзучості карбіду бору в [17] та величиною 331 кДж/моль енергії активації ущільнення карбіду бору в [18]. Із порівняння графіків $\rho = \rho(t)$ для $n = 1$ і експериментальної кривої на рис. 2 впливає, що максимальне

відхилення обчислених результатів від експериментальних знаходиться в межах 15 % відповідно. Можливо, що така похибка пов'язана з нелінійною зміною в часі температури зразка та різким навантаженням 250 МПа в момент часу 180 с.

З табл. 1 видно, що зі збільшенням n величина коефіцієнта A_0 зменшується, а величина енергії активації Q_{cr} зростає; така закономірність простежується і для отриманих даних в [10].

У виконаних експериментах по спіканню зразків із суміші 90% В₄С+10% ТiВ₂ спостерігали ріст зерна від початкового середнього розміру 3,15 до 3,75 мкм у спечених зразках. Для моделювання такого росту зерна використано рівняння (2) з параметрами $r = 2, k_0 = 5,5 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с}, Q_g = 690 \text{ кДж/моль}$. Тут величина показника степеня $r = 2$ вибрана аналогічно [8, 9] для оксиду алюмінію; значення множника k_0 і енергії активації Q_g визначено із (8) для величини $C = -45,23$, отриманої із апроксимації кривої описаної вище зміни в часі розміру

зерна в процесі ВШСТ за температури 2200 К. Результати моделювання росту зерна і ущільнення порошкового зразка при вказаних параметрах моделі наведено на рис. 3 (криві 1). Видно, що фактичний ріст зерна від 3,15 до 3,75 мкм практично не впливає на ущільнення. Однак, якщо ріст зерна був би таким, як при гарячому пресуванні [1], – від 3,15 до 14,20 мкм (криві 2 і 3 на рис. 3, а), – то, як бачимо з рис. 3, б (криві ущільнення 2 і 3), такий ріст зерна вже помітно впливає на процес ущільнення при швидкісному спіканні.

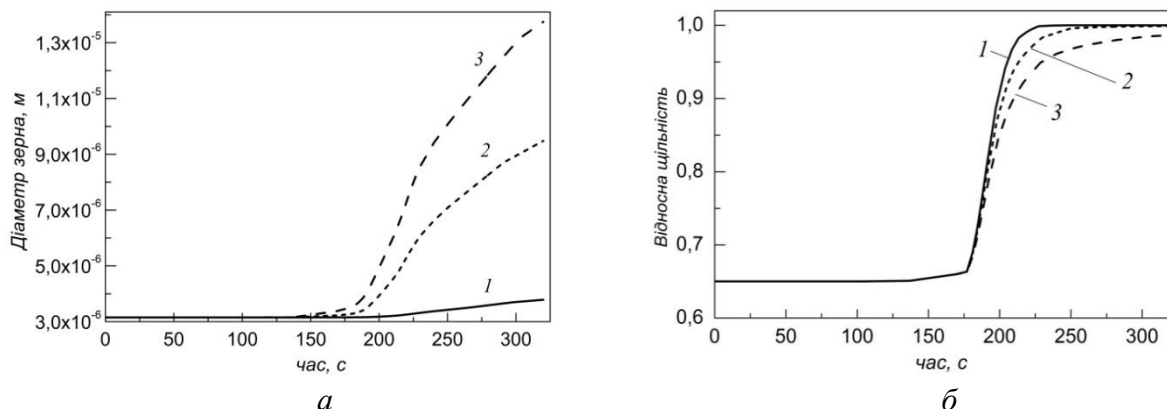


Рис. 3. Моделювання росту зерна (а) та ущільнення (б) суміші зі складом 90% V_4C +10% TiB_2 з урахуванням росту зерна при ВШСТ

З рис. 3, б випливає, що в цих двох випадках для отримання більш щільного матеріалу спеченого зразка необхідно збільшити тривалість витримки при температурі спікання. Такий висновок можна отримати також із аналізу графіків моделювання та експериментальних даних ущільнення зразків із Al_2O_3 , наведених на відповідних графіках моделювання ущільнення в роботі [9], з яких видно, що величини щільності на графіку моделі ущільнення з урахуванням росту зерна і на графіку апроксимації експериментальних даних зростають з часом і прямують до 1.

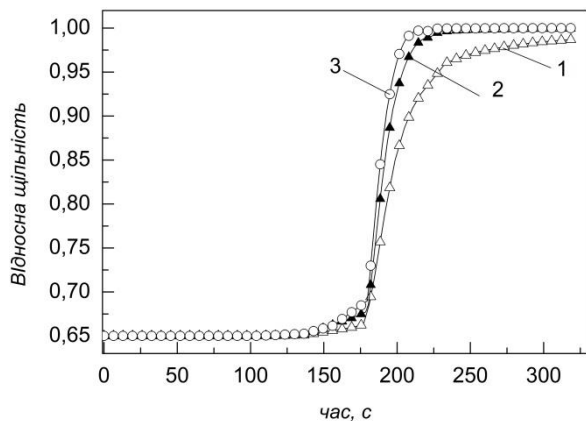


Рис. 4. Моделювання ущільнення суміші 90% V_4C +10% TiB_2 з урахуванням росту зерна від 3,15 до 14,20 мкм при різних величинах осьового навантаження σ_z : крива 1 – 250, 2 – 500, 3 – 750 МПа

урахуванням росту зерна від 3,15 до 14,20 мкм, що демонструє рис. 4. Звідси видно, що при збільшенні тиску від 250 до 750 МПа щільність матеріалу вже на момент 213 с змінюється від 0,92 і майже до одиниці. Цей результат також підтверджує адекватність розробленої комп'ютерної моделі.

2) Визначення параметрів моделі ущільнення зразків зі складом 90% ZrO₂+10%CeO₂.

При ГВП зразків на основі оксиду цирконію нагрівання до температури спікання і витримки 1600–1700 К відбувається протягом 500 с (рис. 5, а), після чого витримка триває ще 300 с. З початку нагріву до зразка прикладається механічне зусилля – графік осьового навантаження подано на рис. 5, б.

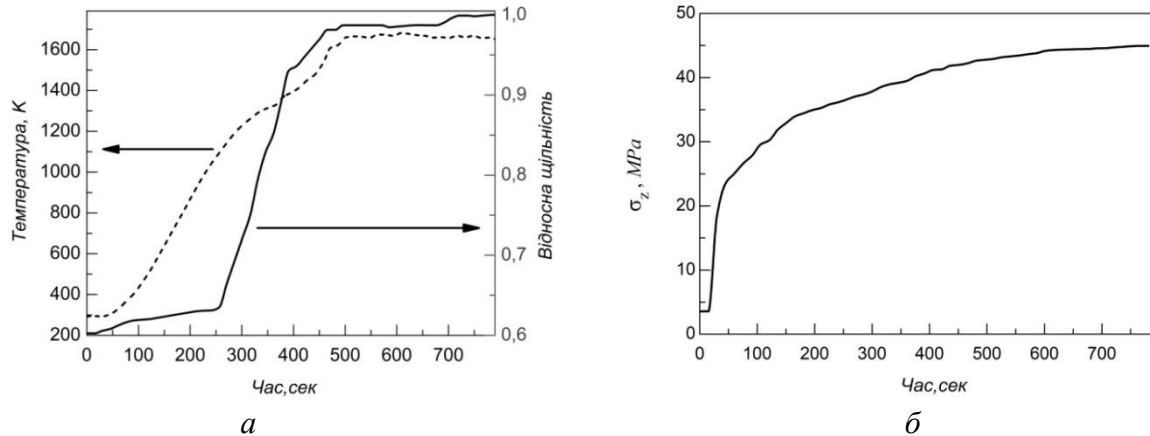


Рис. 5. Експериментальні дані зміни температури зразка і його щільності (а) та осьового напруження (б) зразка зі складом 90%ZrO₂+10% CeO₂ в процесі ГВП.

За допомогою комп'ютерної програми для кожного $n = 1; 1,2; 1,5$ за формулами (4), (6) визначено величини коефіцієнта A_0 і енергії активації повзучості Q_{cr} при осьовому напруженні $\sigma_z = 35$ МПа (середнє значення для всього процесу спікання) із використанням експериментальних даних зміни температури та відносної щільності в процесі ВШСТ. При цьому для побудови графіків рівняння (4) вибрано часовий інтервал [280, 470 с]. Отримані значення A_0 і Q_{cr} наведені в табл. 2.

Таблиця 2. Значення параметрів для моделі ущільнення зразків зі складом 90%ZrO₂+10%CeO₂

n	$A_0, \text{К} \cdot \text{Па}^{-n} \cdot \text{с}^{-1}$	$Q_{cr}, \text{кДж/моль}$
1,00	0,0427	130
1,10	0,0878	138
1,15	0,1259	141

Для кожного з наборів параметрів n, A_0 і Q_{cr} при $n = 1; 1,2; 1,5$ виконано моделювання процесу ущільнення: отримані графіки зміни в часі відносної щільності та експериментальні дані наведено на рис. 6. Звідси видно, що найближчим до експериментальної кривої є графік моделювання ущільнення при $n = 1$. Тому для моделі ущільнення зразків із суміші 90% ZrO₂+10% CeO₂ потрібно вибрати $n = 1, A_0 = 0,0427 \text{ К} \cdot \text{Па}^{-n} \cdot \text{с}^{-1}, Q_{cr} = 130 \text{ кДж/моль}$.

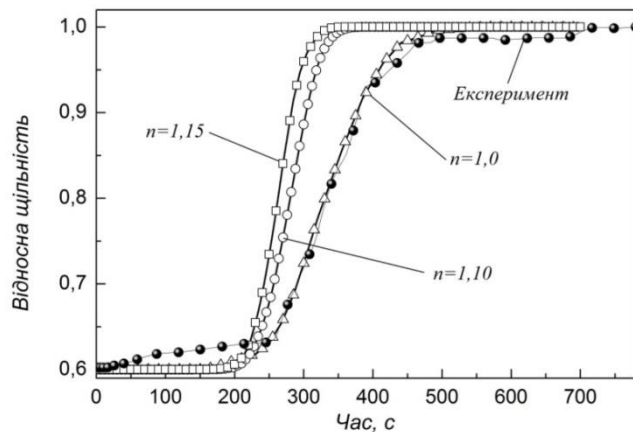


Рис. 6. Результати експериментальних досліджень та моделювання зміни в часі відносної щільності зразка ($90\%ZrO_2+10\%CeO_2$) в процесі ГВП для різних значень показника еквівалентних напружень n

проведених числових експериментів, ріст зерна від 70 до 180 нм (див. рис. 7), який спостерігається в процесі спікання, практично не впливає на ущільнення зразка. Очевидно, це зумовлено тим, що ще до початку росту зерна зразок майже повністю ущільнився (на 98–99 %). Отже, досягнення повного ущільнення матеріалу зразка до початку росту зерна нівелює вплив росту зерна на процес ущільнення.

Таким чином, за допомогою розробленої комп'ютерної моделі можна прогнозувати процес ущільнення порошкових керамічних матеріалів при ВШСТ та ГВП.

Як показано в [20], модуль Юнга та міцність під час згинання прямо пропорційно залежать від щільності спечених зразків із карбиду бору: чим більша щільність, тим більші величини модуля Юнга та міцності на згин. Тому, визначивши коефіцієнт кореляції між щільністю спеченого матеріалу і механічними властивостями та характеристиками міцності, можна прогнозувати ці властивості та характеристики за результатами моделювання ущільнення.

Висновки

Розроблено комп'ютерну модель процесу ущільнення порошкових матеріалів з урахуванням росту зерна при їх спіканні під тиском. Визначено параметри моделі з

У проведених експериментах зі спікання зразків із суміші $90\%ZrO_2+10\%CeO_2$ середній діаметр зерна збільшувався від початкового середнього розміру 70 до 180 нм. Для моделювання такого росту зерна використано рівняння (2) з параметрами $r = 2$, $k_0 = 1,20 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с}$, $Q_g = 615 \text{ кДж/моль}$. Результати моделювання наведено на рис. 7: графік зміни в часі розміру зерна має характерний вигляд, як і у [8] при SPS-спіканні оксиду алюмінію Al_2O_3 . Із рис. 5, а та 7 видно, що різке зростання розміру зерен починається з моменту досягнення температури витримки. Як видно з рис. 5, а і 6, на цей момент відносна щільність матеріалу зразків сягає 98–99 %. Як показали результати

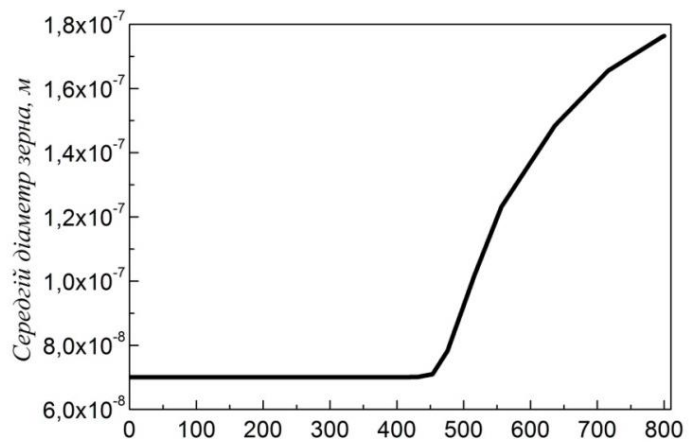


Рис. 7. Результати моделювання зміни середнього розміру зерна матеріалу зразка зі складом $90\% ZrO_2+10\% CeO_2$ в процесі ГВП

використанням результатів експериментів ВШСТ зразків із порошкових сумішей на основі карбіду бору та ГВП сумішей на основі оксиду цирконію. За результатами моделювання ущільнення цих порошкових матеріалів показано, що результати моделювання добре узгоджуються з експериментальними даними.

Показано, що у випадку росту зерна матеріалу зразка в процесі ВШСТ, для отримання щільності спеченого зразка, близької до теоретичної, необхідно збільшити тривалість витримки або збільшити величину прикладеного до зразка робочого тиску. Показано також, що досягнення повного ущільнення матеріалу зразка до початку росту зерна нівелює вплив росту зерна на процес ущільнення.

Розроблена комп'ютерна модель процесу ущільнення може бути використана для прогнозування щільності спечених зразків та їхніх характеристик міцності.

V. A. Dutka, A. L. Maystrenko¹, E. S. Hevorkian^{2,3}, V. G. Kulich,
O. I. Borymskyi¹

¹V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

²University of Life Sciences in Lublin, Lublin, Poland

³Ukrainian State University of Railway Transport, 7 Feuerbach Sq., Kharkiv, Ukraine

MODELING OF DENSIFICATION OF POWDER SAMPLES BASED ON BORON CARBIDE AND ZIRCONIUM OXIDE DURING SINTERING UNDER PRESSURE

Simulation of densification processes of powder mixtures based on boron carbide during high-speed sintering under pressure and zirconium oxide during hot vacuum pressing was performed. The computer model developed for this purpose is based on the Skorokhod–Olevskiy–Stern theory of compaction of porous materials and takes into account the kinetics of grain growth during sintering. The results of laboratory and computer experiments were used to determine the parameters of the model. The adequacy of the computer model was confirmed by comparison with the obtained experimental data.

Key words: boron carbide, zirconium oxide, sintering under pressure, densification, modeling.

Література

1. Кислый П.С., Кузенкова М.А., Боднарчук Н.И., Грабчук Б.Л. Карбид бора. Киев. Наукова думка, 1988. 216 с.
2. Rahaman M. N. Ceramic processing and sintering: second edition. London, New York: CRC Press Taylor & Francis Group, 2003. 875 p.
3. Skorokhod V.V. Rheological basis of the theory of sintering. Kyiv: Naukova Dumka, 1972. 152 p.
4. Скороход В. В., Олевский Е. А., Штерн М. Б. Континуальная теория спекания. 1. Феноменологическая модель. Анализ влияния внешних силовых воздействий на кинетику спекания. *Порошковая металлургия*. 1993. № 1. С. 22–27.
5. Van Nguyen C., Sistla S. K., Van Kempen S., Giang N. A., Bezold A., Broeckman N. C., Lange F. A comparative study of different sintering models for Al₂O₃. *J. of the Ceramic Society of Japan*. 2016. Vol. 124, N 4. P. 301–312.
6. Kraft T., Riedel H. Numerical simulation of solid state sintering; model and application. *J. of the European Ceramic Society*. 2004. Vol. 24, P. 345–361.
7. Abouaf M., Chenot J. L., Raison G., Bauduin P. Finite element simulation of hot isostatic pressing of metal powders. *Int. J. for Numer. Meth. in Eng.* 1988. Vol. 25, P. 191–212.
8. Manière C., Durand L., Weibel A., Estournès C. Spark-plasma-sintering and finite element method: from the identification of the sintering parameters of a submicronic α -alumina powder to the development of complex shapes. *Acta Mater.* 2016. Vol. 102, P. 169–175.

9. Manière C., Durand L., Weibel A., Estournès C. A predictive model to reflect the final stage of spark plasma sintering of submicronic α -alumina. *Ceramics International*. 2016. P. 1–4. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.02.048i>.
10. Maniere C., Durand L., Chevallier G., Estournès C. A spark plasma sintering densification modeling approach: from polymer, metals to ceramics. *Journal of Materials Science*, 2018. Vol. 53, N 10. P. 7869–7876.
11. Dutka V. A., Maystrenko A. L., Kulich V. G. The Effect of Design Parameters of a Production Unit on the Temperature Drop in a Sample During HighSpeed Sintering under Pressure. *Journal of Superhard Materials*. 2019. Vol. 41, N 6. P. 421–433.
12. Ковальченко М.С., Ткаченко Ю.Г, Ковальчук В.В., Юрченко Д.З., Сатанин С.В. Харламов А.И. Структура и свойства базовой керамики из карбида бора горячего прессования. *Порошковая металлургия*. 1990. № 7. P. 16–20.
13. Hayun S., Paris V., Dariel M. P., Frage N., Zaretsky E. Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*. 2009. Vol. 29, P. 3395–3400.
14. Dutka V. A., Gevorkyan E. S., Vovk S. R. Use of simulation for homogenization of temperature field in Al_2O_3 workpiece in the process of hot vacuum pressing. *Journal of Superhard Materials*. 2020. Vol. 42, N 5. P. 55–68.
15. Дутка В.А., Майстренко А. Л., Кулич В. Г., Боримський О. І. Моделювання ущільнення керамічних матеріалів на основі карбиду бору при високошвидкісному спіканні під тиском. *Надтверді матеріали*. 2024. № 5. 24–37.
16. Liu, J., Zeng, F., Zou, Z., Li, Y., Gu, Y., Zhang, F., Liang T. Continuum modeling of B_4C densification during Spark Plasma Sintering. *Journal of Materials Research*. 2017. Vol. 32, P. 1–9. DOI: 10.1557/jmr.2017.205.
17. Abzianidze T. G., Eristavi A. M., Shalamberidze S. O. Strength and Creep in Boron Carbide (B_4C) and Aluminum Dodecaboride ($\alpha-AlB_{12}$). *Journal of Solid State Chemistry*. 2000. Vol. 154, P. 191–193.
18. Zhang M., Wang W., Yuan T., Xie S., LI R., Zhou Z., Xu Y. Densification and grain growth kinetics of boron carbide powder during ultrahigh temperature spark plasma sintering. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2022. Vol. 32, P. 1948–1960.
19. Hayun S., Kalabukhov S., Ezersky V., Dariel M. P., Frage N. Microstructural characterization of spark plasma sintered boron carbide ceramics. *Ceramics International*. 2010. Vol. 36, P. 451–457.
20. Hayun S., Paris V., Dariel M.P., Frage N., Zaretsky E. Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*. 2009. Vol. 29, P. 3395–3400.

Надійшла 15.10.24

References

1. Kislyi P. S., Kuzenkova M. A., Bodnaruk N. I., and Grabchuk B. L. (2009). *Karbid bora [Boron Carbide]*. Kyiv: Naukova Dumka [in Russian].
2. Rahaman M. N. (2003) *Ceramic processing and sintering*: second edition. London, New York: CRC Press Taylor & Francis Group. 875 p.
3. Skorohod V.V. (1972). *Rheological basis of the theory of sintering*. Kyiv, Naukova Dumka.
4. Skorokhod, V.V., Olevskii, E.A., & Shtern, M.B. (1993). Kontinualnaia teoriia spekaniia. 1. Fenomeno-lohicheskaia model. Analiz vliianiia vneshnikh silovykh vozdeystvii na kinetiku spekaniia [Continuum theory of sintering. 1. Phenomenological model. Analysis

- of the influence of external force influences on the kinetics of sintering]. *Poroshkovaia metallurhiia – Powder metallurgy*, 1, 22–27.
5. Van Nguyen C., Sistla S. K., Van Kempen S., et al. (2016). A comparative study of different sintering models for Al_2O_3 . *J. of the Ceramic Society of Japan*, 124(4), 301–312.
 6. Kraft T., & Riedel H. (2004). Numerical simulation of solid state sintering; model and application. *Journal of the European Ceramic Society*. 24, 345–361.
 7. Abouaf, M., Chenot, J. L., Raisson, & G., Bauduin, P. (1988.) Finite element simulation of hot isostatic pressing of metal powders. *Int. J. for Numer. Meth. in Eng.* 25, 191–212.
 8. Manière, C., Durand, L., Weibel, A., & Estournès, C. (2016), Spark-plasma-sintering and finite element method: from the identification of the sintering parameters of a submicronic α -alumina powder to the development of complex shapes. *Acta 102*, 169–175.
 9. Manière, C., Durand, L., Weibel, A., & Estournès C. (2016). A predictive model to reflect the final stage of spark plasma sintering of submicronic α -alumina. *Ceramics International*. 1–4. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.02.048i>.
 10. Maniere, C., Durand, L., Chevallier, G., & Estournes, C. (2018). A spark plasma sintering densification modeling approach: from polymer, metals to ceramics. *Journal of Materials Science*. 53(10), 7869–7876.
 11. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., & Kulich, V. G. (2019). The Effect of Design Parameters of a Production Unit on the Temperature Drop in a Sample During HighSpeed Sintering under Pressure. *Journal of Superhard Materials*. 41(6). 421–433.
 12. Kovalchenko, M. S., Tkachenko, Yu. G., Kovalchuk, V. V., et al. (1990). Структура і свойства базової кераміки із карбіда бора хоріачево прессованія [Structure And Properties Of Hot-Pressed Boron Carbide Base Ceramics]. *Poroshkovaia metallurhiia – Powder metallurgy*, 7, 16–20.
 13. Hayun, S., Paris, V., Dariel, M. P., et al. (2009). Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*. 29, 3395–3400.
 14. Dutka, V. A., Gevorkyan, E. S., & Vovk, S. R. (2020). Use of simulation for homogenization of temperature field in Al_2O_3 workpiece in the process of hot vacuum pressing. *Journal of Superhard Materials*, 42(5). 55–68.
 15. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Kulich, V. G., & Borymskyi (2024). Modeliuvannia ushchilnennia keramichnykh materialiv na osnovi karbidu boru pry vysokoshvydkisnomu spikanni pid tyskom [Simulation of densification of ceramic materials based on boron carbide during high-speed sintering under pressure]. *Sverkhtverdye materialy –Journal of Superhard Materials*, 5, 24–37 [in Ukrainian].
 16. Liu, J., Zeng, F., Zou, Z., et al. (2017). Continuum modeling of B_4C densification during Spark Plasma Sintering. *Journal of Materials Research*. 32, 1–9. DOI: 10.1557/jmr.2017.205.
 17. Abzianidze, T. G., Eristavi, A. M., & Shalamberidze, S. O. (2000). Strength and Creep in Boron Carbide (B_4C) and Aluminum Dodecaboride ($\alpha\text{-AlB}_{12}$). *Journal of Solid State Chemistry*, 154, 191–193.
 18. Zhang, M., Wang, W., Yuan, T., et al. (2022). Densification and grain growth kinetics of boron carbide powder during ultrahigh temperature spark plasma sintering. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 32, 1948–1960.
 19. Hayun, S., Kalabukhov, S., Ezersky, V., & Dariel, M. P., Frage N. (2010) Microstructural characterization of spark plasma sintered boron carbide ceramics. *Ceramics International*. 36, 451–457.

20. Hayun S., Paris V., Dariel M.P., et al. (2009). Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 29, 3395–3400.

УДК 621.923

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-297-303

С.В. Рябченко, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: s.riabchenko@ukr.net

ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКОСТІ ТА ДОВГОВІЧНОСТІ ЗУБЧАСТИХ КОЛІС ШЛІФУВАННЯМ КРУГАМИ ІЗ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ

Зубошліфування є одним з методів фінішної обробки зубчастих коліс. Розглядається питання забезпечення якості та довговічності зубчастих коліс за рахунок використання шліфувальних кругів з кубічного нітриду бору (КНБ). В порівнянні з шліфуванням кругами з електрокорунду різного типу. Експериментальні дослідження процесу шліфування зубчастих коліс проводилися на зубошліфувальному верстаті моделі 5851. Оцінка якості обробки зубчастих коліс виконувалась по декільком критеріям. Дослідження структури поверхневого шару зубчастих коліс виконувалась за допомогою комплексної методики, що включає металографічний і рентгеноструктурний аналіз та дослідження залишкових напружень.

У зв'язку з труднощами оцінки довговічності зубчастих коліс після шліфування кругами з КНБ в реальних умовах ці дослідження проводили шляхом перевірки на зносостійкість зразків зубчастих коліс після шліфування різними шліфувальними кругами.

Аналіз результатів шліфування показав, що при фінішному шліфуванні кругами з КНБ формується поверхневий шар зубів із мікроструктурою, що практично не відрізняється від структури глибоких шарів металу. Після шліфування в тонкому поверхневому шарі зубчастих коліс виникає значне напруження стиснення.

Зносостійкість зразків зубчастих коліс після шліфування кругами із КНБ з охолодженням значно вище порівняно із зразками шліфованими кругами із КНБ без охолодження.

Обробка зубчастих коліс шліфувальними кругами із КНБ в порівнянні з кругами із електрокорунду сприяє підвищенню їх експлуатаційних властивостей.

Ключові слова: шліфування, зубчасті колеса, круги із КНБ, якість, довговічність, зносостійкість.

Вступ

Забезпечення якості та довговічності шліфування зубчастих коліс є актуальною проблемою сучасного машинобудування [1, 2].

Відомо, що підвищити якість обробки деталей і, відповідно, їх надійність і ресурс роботи можна шляхом застосування ефективних технологій шліфування, які забезпечують зниження теплової й силової напруженості процесу й підвищення продуктивності обробки.

Подальший розвиток методів шліфування зубчастих коліс значною мірою пов'язаний із застосуванням інструмента із кубічного нітриду бора (КНБ). Це викликано тим, що КНБ мають унікальну твердість, що дозволяє обробляти будь-які важкооброблювані матеріали. Шліфування кругами із КНБ у порівнянні з обробкою звичайними абразивами має свої особливості. Це висока