FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Технология спекания в электрическом поле: "FAST" (field assisted sintering technology)- новый метод спекания металлических и керамических материалов

Heinz U. Kessel, Jurgen Hennicke, Jurgen Schmidt, Thomas Weissgarber, Bernd F. Kieback, Matthias Herrmann, Jan Rathel

1 Введение

Электроимпульсное спекание (Spark Plasma Sintering, SPS) – которое также известно под названием «технология спекания в электрическом поле» (FAST, Field Assisted Sintering Technology) – это новая, инновационная технология спекания, которая играет все большую роль в получении различных материалов, например, наноструктурных материалов, композитных материалов и градиентных материалов. В основе процесса лежит модифицированный метод горячего прессования, при котором электрический ток пропускается непосредственно через пресс-форму и прессуемую заготовку, а не через внешний нагреватель. С помощью импульсного электротока и т.н. «эффекта плазмы искрового разряда» ("spark plasma effect") достигается очень быстрый нагрев и исключительно малая продолжительность рабочего цикла. Это позволяет подавить рост зерна и получить равновесное состояние, что открывает возможности для создания новых материалов с ранее недоступными композициями и свойствами, материалов с субмикронным или наномасштабным зерном, а также композитных материалов с уникальными или необычными композициями.

Этот перспективный метод был разработан японской компанией Sumitomo Coal Mining Co., Ltd., и, по словам разработчика, представляет собой самый распространенный инновационный метод спекания, с общим числом проданных установок 250 единиц по всему миру (из них 4 – в Европе). В рамках проекта, осуществленного при поддержке ЕС, недавно был разработан родственный метод (FAST = Field Assisted Sintering Technology); эта разработка был доведена до уровня коммерциализации компанией FCT Systeme GmbH (основы метода иллюстрируются на **рис.1**).

На основе опыта многих десятилетий, и успешного применения классической технологии горячего прессования, примерно 8 лет назад в компании FCT Systeme GmbH началась разработка этого перспективного метода спекания. В разработке использовалась простая идея: применение процессов высокоскоростного спекания для создания, с одной стороны, новых и более экономичных технологий спекания материалов, а с другой стороны, для получения материалов, которые невозможно было консолидировать доступными компрессионными методами.

О промышленном применении этой новой технологии известно довольно мало, поскольку пользователи нового процесса, по понятным причинам, стремятся скрыть сведения о практической реализации данного процесса.

Значительный объем НИОКР, проведенных за последние годы в науке и в промышленности – четкий показатель большого значении, которое придается данной технологии.

2 Технология FAST

Метод электроимпульсного спекания (Spark Plasma Sintering, SPS), также известный как «технология спекания в электрическом поле» (Field Assisted Sintering Technology, FAST), встречается в литературе и под другими названиями, например: «технология спекания с

FCT Systeme GmbH
FCT Group
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

активацией электрическим полем» (Field Activated Sintering Technology) или «электроимпульсное спекание» (Pulsed Electric Current Sintering, PECS).

Метод SPS/FAST был разработан на основе распространенной технологии горячего прессования, но в SPS непосредственно нагреваются и пресс-форма и заготовка. Это происходит либо путем подачи электротока снаружи, через пресс-форму, и/или путем прямого протекания тока непосредственно через прессуемую заготовку. Подача электроэнергии происходит от специального генератора импульсов постоянного тока, который дает пользователю широкие возможности управления импульсами в фиксированном диапазоне, и для адаптации к преимущественным условиям в заготовке (пресс-форме) т в самом материале. В связи с этим особенное значение приобретает генератор импульсов постоянного тока.

Примерная схема установки FAST приводится на **рис.1**.

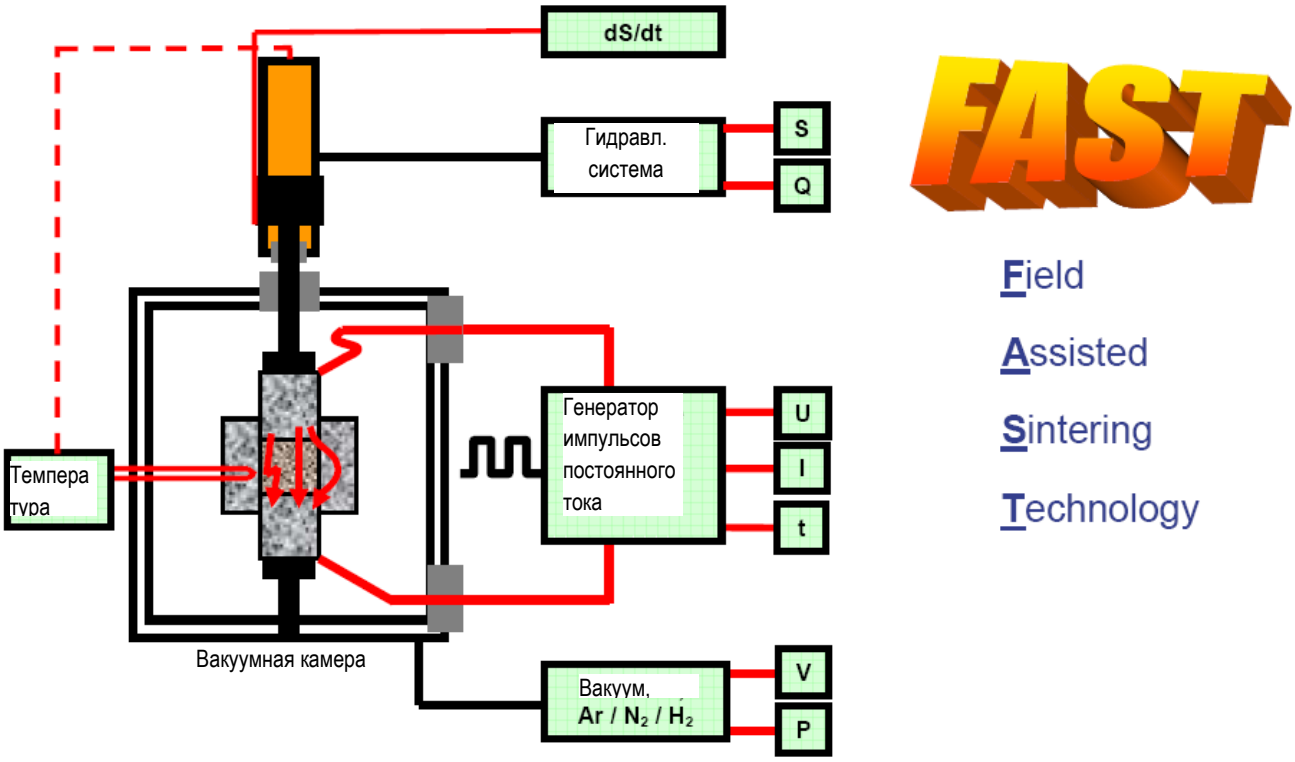


Рис.1: *Принцип метода SPS/FAST: электроискровое спекание (Spark Plasma Sintering)*

Фундаментальные теоретическое основы SPS/FAST-нагрева исходят из того, что импульсы тока, проходя через форму, вызывают частичный нагрев межзеренных границ исходного порошка, и создают электрическое поле с эффектом плазмы (см.схему на **рис.2**). Решающую роль в достижении желаемого SPS-эффекта играют тип и форма электрических импульсов, а также их длительность и сила. Пока отсутствует полное, и не подлежащее сомнению объяснение стопроцентной применимости этих теоретических предположений на практике. Тем не менее, наблюдения в процессе консолидации достаточно четко указывают на существование причинно-следственных связей, предположение о которых высказано выше. В частности, это касается материалов, которые полностью или частично проводят электрический ток, но также относится и к керамическим материалам, которые отличаются проводимостью только в области высоких температур [**1**,**2**]. Как отмечалось выше, программируемый генератор импульсов постоянного тока – это важный фактор для успеха процесса FAST. Соответственно, с

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

самого начала масштабных работ по созданию установки в целом, самое серьезное внимание уделялось генератору. В отличие от сравнительно жестко ограниченных рабочих возможностей генератора Sumitomo, целью НИОКР в компании FCT Systeme GmbH изначально была разработка фундаментально более гибкого генератора импульсного тока; это позволяет системе выполнять соответствующие требования для самых разных областей применения, и достигать желаемого SPS-эффекта. Разработчики и конструкторы фирмы FCT Systeme имели возможность, с одной стороны, воспользоваться обширным «ноу-хау» компании в области конструирования высокотемпературных систем, а также использовать быстродействующие силовые биполярные транзисторы с изолированным затвором (IGBT, Insulated Gate Bipolar Transistors), разработанные совсем недавно.

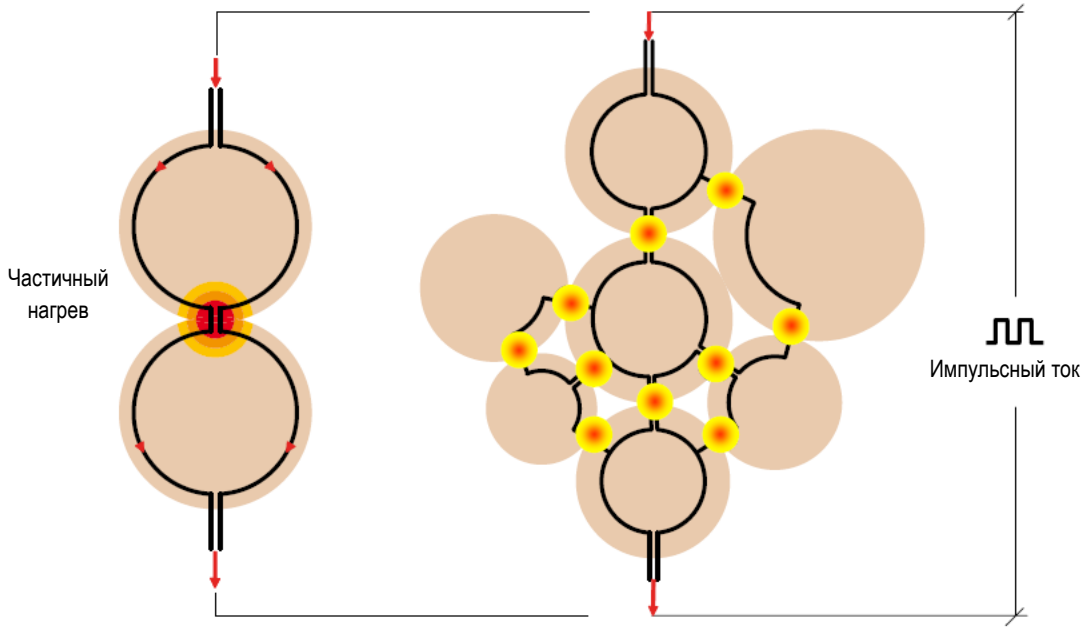


***Рис.** 2: Теоретические принципы FAST-нагрева*

Генераторы, успешно применяющиеся в FAST-системах, позволяют симметрично нагружать питающую сеть и предотвращать сдвиг по фазе (cos ϕ); что является существенным достоинством, особенно , с учетом высоких номинальных мощностей, которые необходимы для практического применения технологии FAST. Электросхемы компании FCT Systeme GmbH позволяют без проблем генерировать требуемые короткие импульсы постоянного тока. К сожалению, невозможно полностью избежать искажения импульсов при их последующем прохождении через высокоточный трансформатор (ток на выходе: 10 - 60 кА) (см.**рис.3**).

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

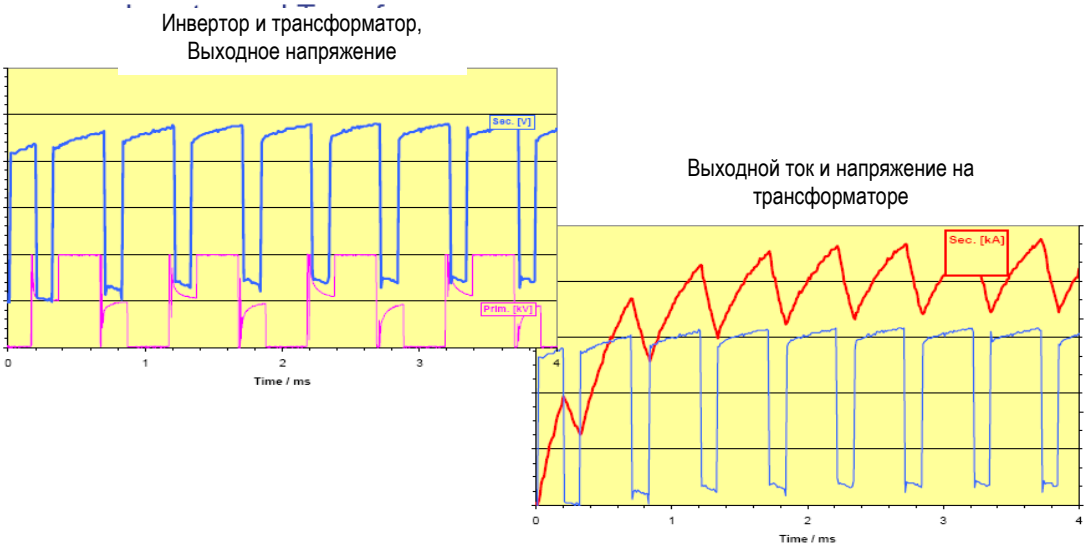
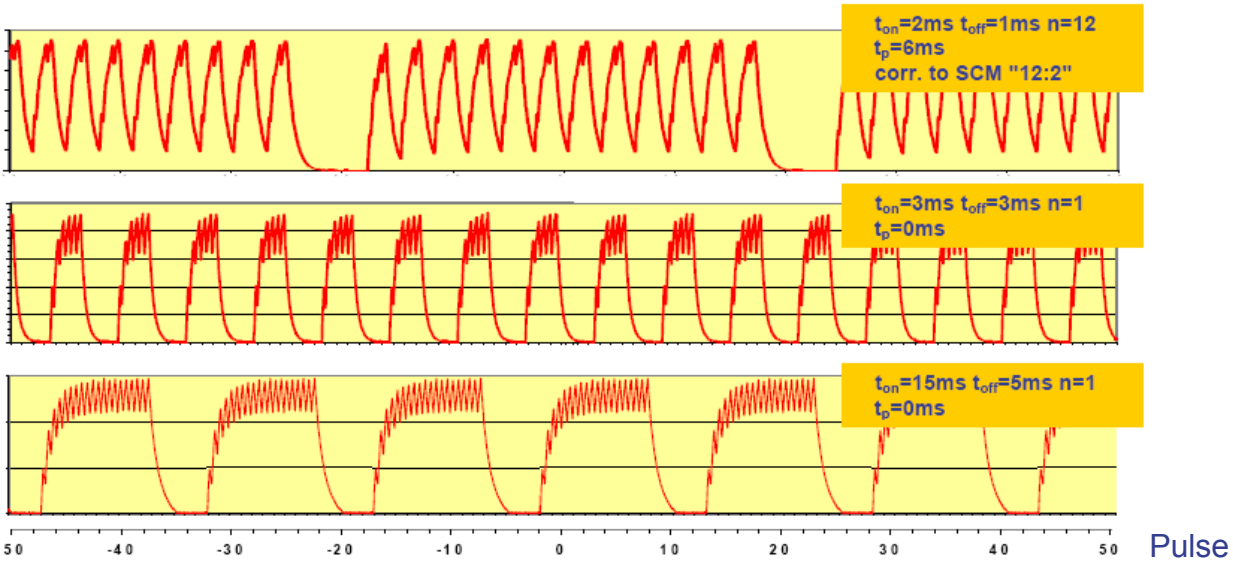


***Рис.** 3: Генерация импульсов постоянного тока*

На **рис.4** наглядно показана высокая гибкость генератора импульсов постоянного тока, который используется в соответствии с описанными принципами, т.е. форма, длительность и интервал между импульсами, а также длина серии импульсов и межсерийный интервал могут гибко регулироваться в очень широких пределах, чтобы иметь возможность максимально полной эксплуатации желаемого SPS-эффекта. Такие требования к генератору обусловлены необходимостью высокой гибкости системы в целом, и её пригодности для разработки и получения высокоэффективных материалов. При исследованиях широкого спектра областей применения пользователь может опираться на программное обеспечение высокой сложности.

Высокая гибкость генератора: от обычного постоянного тока до импульсов различной формы



Длительность tвкл = 1…255 мс
Число импульсов n = 1…255
Межимпульсн.интервал tвыкл = 0…255 мс
Межсерийн.пауза t_p = 0…255 мс

***Рис.4:** Модуляция формы импульсов*

Ещё на начальной стадии разработок стало ясно, что особое внимание потребуется уделить предсказуемо тесной взаимосвязи между конструкцией пресс-формы, материалом заготовки и системой электропитания установки. Глубокие знания критических

FCT Systeme GmbH
FCT Group
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

параметров, как в области технологии процесса, так и в области материала, - непреложное требование для целенаправленной и успешной разработки процесса FAST-нагрева. Наивысший приоритет изначально был установлен для моделирования процесса нагрева, что будет описано подробнее ниже. Даже предварительные разработки подтвердили, что прямой нагрев пресс-формы и заготовки ведет к существенному отличию от классических методов спекания (особенно, от горячего прессования, родственного методу FAST).

Использование более однородных исходных материалов и моделирования распределения температур в пресс-форме и заготовке по методу конечных элементов (Finite Element Method, FEM) позволило глубже изучить теоретические основы метода SPS/FAST. Эти знания составили основу для целенаправленной дальнейшей разработки по практической реализации (и созданию конкретных компонентов установки) (см.**рис.5**) [**3**, **4**,**5**,**6**].

В рамках уже упоминавшейся научной программы ЕС по разработке технологии FAST (2002 – 2006 гг.) особое внимание– в т.ч., благодаря областям компетенции компании,– уделялось консолидации керамических материалов, соединений и композиционных материалов с температурой получения до 2200°C.

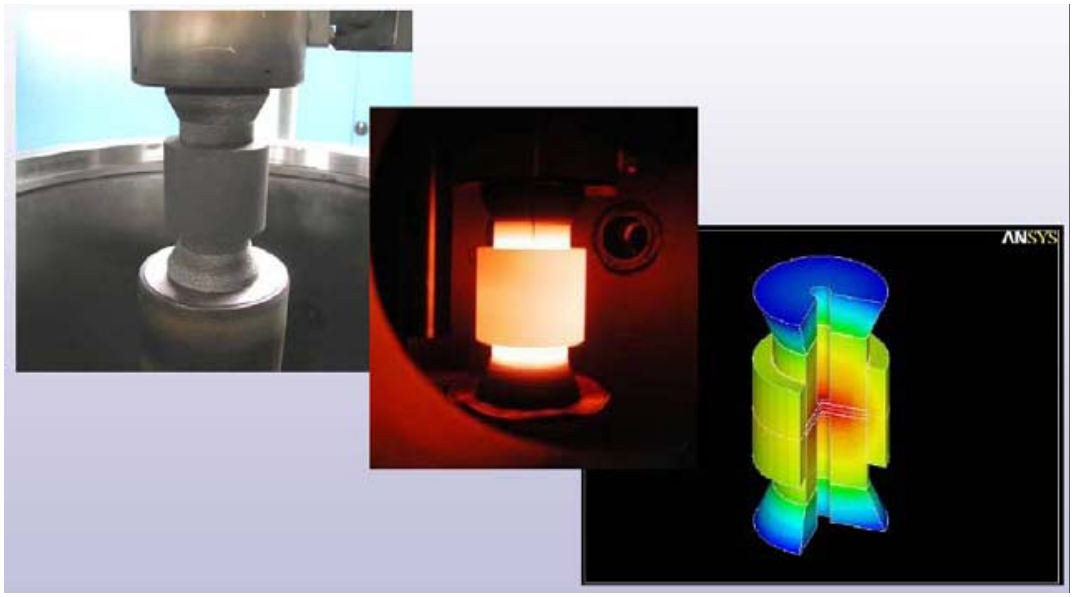


Рис.5*: Моделирование процесса FAST-нагрева (слева направо: форма до и в процессе нагрева, FEM-моделирование)*

Еще в сентябре 2003, после относительно короткого подготовительного периода была готова первая опытная установка: первая собственно европейская разработка (**см.рис.6**). Она была оборудована генератором на 8000 А, а максимальный диаметр заготовки составлял 80 мм. Несмотря на последующую масштабную доработку генератора, необходимую для работы с исключительно высокими токами и очень короткими импульсами, опытная установка оправдала все возложенные на неё ожидания. Она стала отправной точкой для дальнейшего успешного развития концепции SPS/FAST для практического применения в промышленности.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Европейская научная программа "FAST" 2002 – 2006гг.

Цель: спекание керамики до 2200°C

№ проекта: GRD1-2001-40737

Тип установки: HP D 25/0

Осн.параметры: 8 кА, 80мм ∅, 2200°C, 250 кН

Готовность к работе: сентябрь 2003 г.

Рис.6: Первая европейская SPS-установка

3 Разработка систем FAST/SPS

На основе накопленных за 2 года знаний, началось целенаправленное развитие семейства установок FAST. Оно было ориентировано на применение как в научных лабораториях, так и в промышленности (**см.рис.7**).

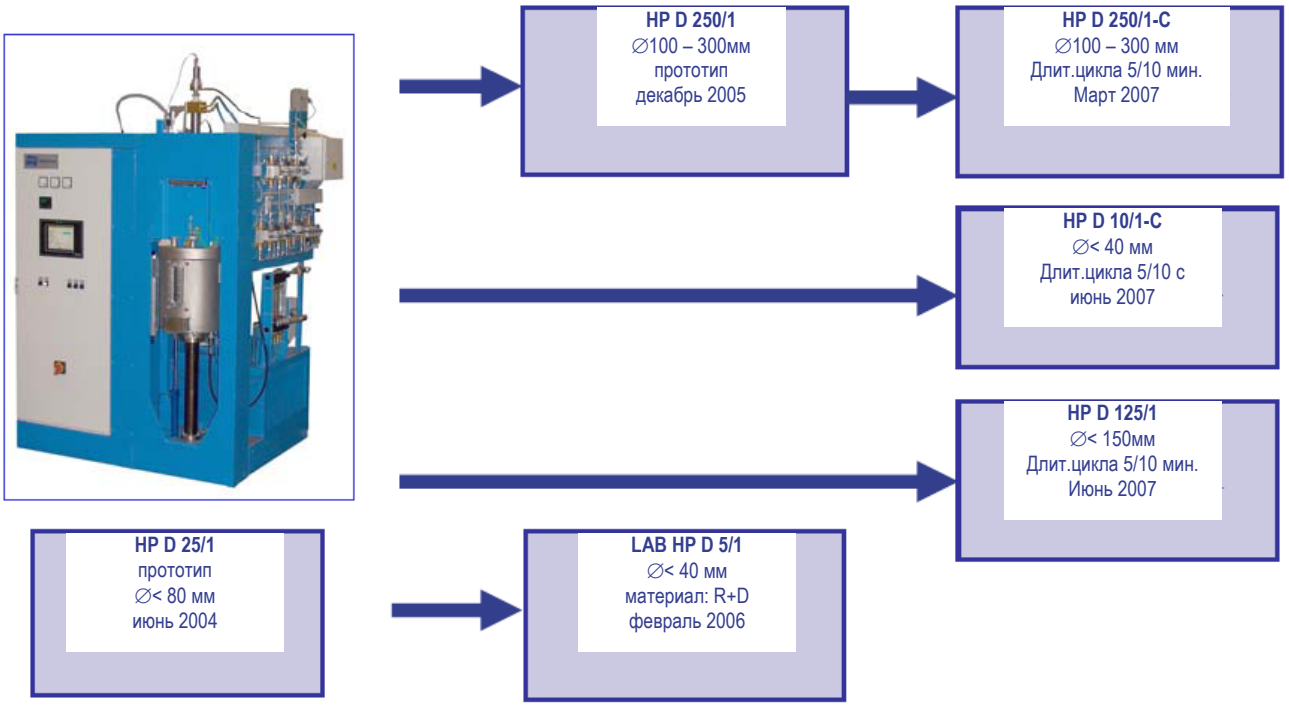


***Рис.**7: Семейство FAST-установок типа HPD*

На рис.8. показано число FAST/SPS-установок, поставленных на текущий момент компанией FCT Systeme GmbH по всему миру. Установки успешно применяются как в науке, так и в промышленности.

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

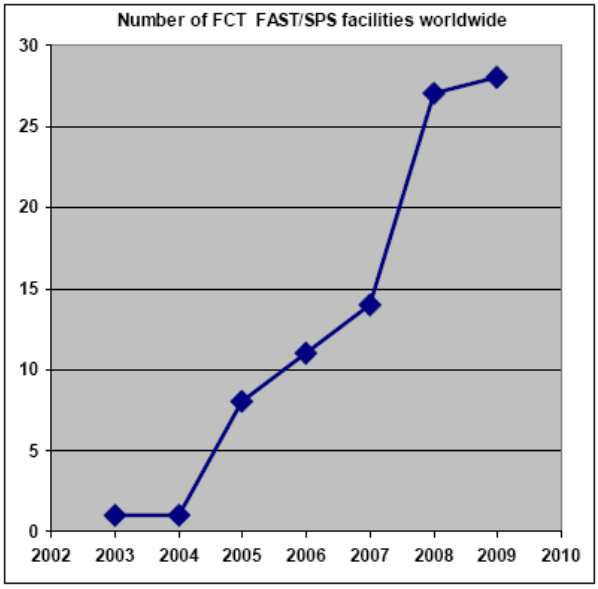


***Рис. 8**: Число SPS-установок, проданных фирмой FCT Systeme GmbH в мировом масштабе*

Первый прототип (HPD 250/1) имел максимальное усилие прессования в 2500 кН. Данная установка подходит для прикладных исследований в науке, где, крайне важны свойства не только самого материала, но и готового изделия (прочность на изгиб, стойкость к ползучести, прочности на разрыв и т.п.).

За короткое время в промышленности возник спрос на установки различного типа. С одной стороны, имеется потребность в небольших системах, которые обеспечивают высокую производительность при короткой длительности цикла, а с другой стороны, были также нужны крупные установки для практических тестов в крупногабаритными изделиями. Прикладные институты проявили огромный интерес к крупным установкам с усилием до 250 тонн для разработок в области конкретной продукции.

В компании FCT Systeme GmbH разработаны концепции двух основных типов установок:

- FAST-система полу-непрерывного действия с диаметром заготовки до 300 мм и длительностью цикла от 5 до 10 минут, а также

- различные быстродействующие установки на основе прессов типа TPA (Trocken Press-Automat: автоматический пресс для сухих порошков), где длительность цикла составляет от 1 – 3минут до 5 -10 секунд. Эти типы предназначены для промышленного производства.

Для проведения промышленных разработок с различными материалами была создана FAST-установка с усилием прессования 2500 кН, при максимальной силе импульса 60000 А, и мощности 400 кВт (установка HPD 250, **см.рис.9**). Такая система в настоящее время доступна для проведения тестов в Фраунгоферовском Институте производственных технологий и прикладных материалов (Fraunhofer IFAM), г. Дрезден, Германия (*в тексте неточность: IFAM расположен в г.Бремен, тогда как в Дрездене располагается Фраунгоферовский институт керамических технологий и систем IKTS – А.К,*).

Применимость таких высокомощных установок в производстве реальной продукции из керамики и металлических порошков, а также композитов и комбинированных материалов уже доказана во многих областях [**7**,**8**]. «Проблемы роста» данного типа установок, связанные с высокой силой тока и рабочими температурами ок.2200°С, успешно решены. Хотя промышленно-ориентированные конструкции непрерывно

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

совершенствуются, следующим этапом станет серийное производство изделий с уникальными свойствами материала.

Тип : HPD – 250 / 1 :

Усилие прессования	100…2500	кН
Ход пуансона	0…200	мм
Скорость пуансона	0…4	мм/с
Температура	20…2400	°C
Давление	$5 \cdot 10^{-2}$…1100	мбар
Напряж-е импульса	0...10	В
Ток импульса	0...60000	А
Длит-ть импульса	1...1000	мс
Интервал меду импульсами	0...1000	мс

Рис. *9: Промышленная FAST-установка*

На **рис.10** показана установка типа HPD250C полу-непрерывного действия. Такие системы уже сегодня работают в нескольких компаниях, в т.ч. в производстве мишеней для напыления покрытий.

Рис. 10*: Промышленная FAST (SPS)-установка HP D 250/C полу-непрерывного действия*

4 Роль измерения температуры

Как во всех методах термической консолидации, огромную важность имеет измерение температуры. Из-за крайне высокой скорости FAST-процессов старые проверенные методы измерения температуры не подходят для таких устройств. В связи с этим необходимо возвращаться к практике сравнительного измерения (по введенной мощности), поскольку при столь высоких скоростях процессов это единственное практическое решение. Расположение точек замера оказывает решающее влияние на качество измерения температуры, чтобы получить достоверные данные, «физически чистые» и допускающие соотнесение с другими параметрами.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

В классическом горячем прессовании между центром и периферией (поверхностью) заготовки существует значительный градиент температур (пространственная неоднородность температуры), когда тепловая энергия эффекта Джоуля сообщается материалу извне (от индукционного или резистивного нагревателя), особенно при большом объеме заготовок. В связи с этим возможности горячего прессования крупногабаритных изделий ограничены из-за риска получения неоднородного материала и, соответственно, свойств. Кроме того, цикл горячего прессования занимает относительно большое время, поскольку приложение давления можно осуществлять только после определенной выдержки, необходимой для выравнивания температуры заготовки. Оба этих недостатка горячего прессования: риск неоднородности изделия и большая длительность цикла, могут быть успешно преодолены с помощью метода SPS/FAST. Приложение усилия прессования можно осуществлять в один этап (полное усилие с самого начала цикла) или в несколько этапов. Хотя, при оптимальной постановке процесса и конструкции пресс-формы предпочтительнее первый вариант (**см.рис.11**).

Как уже отмечалось, для высокой скорости нагрева, позволяющей достичь требуемые свойства материала и сократить длительность цикла, крайне важно оптимизировать измерение температуры. Таким образом, на основе наших успешных конструкций горячих прессов, была разработана новая концепция, позволяющая измерять температуру непосредственно на пресс-форме, в которой происходит консолидация. Для быстрых SPS-процессов это единственно возможный способ.

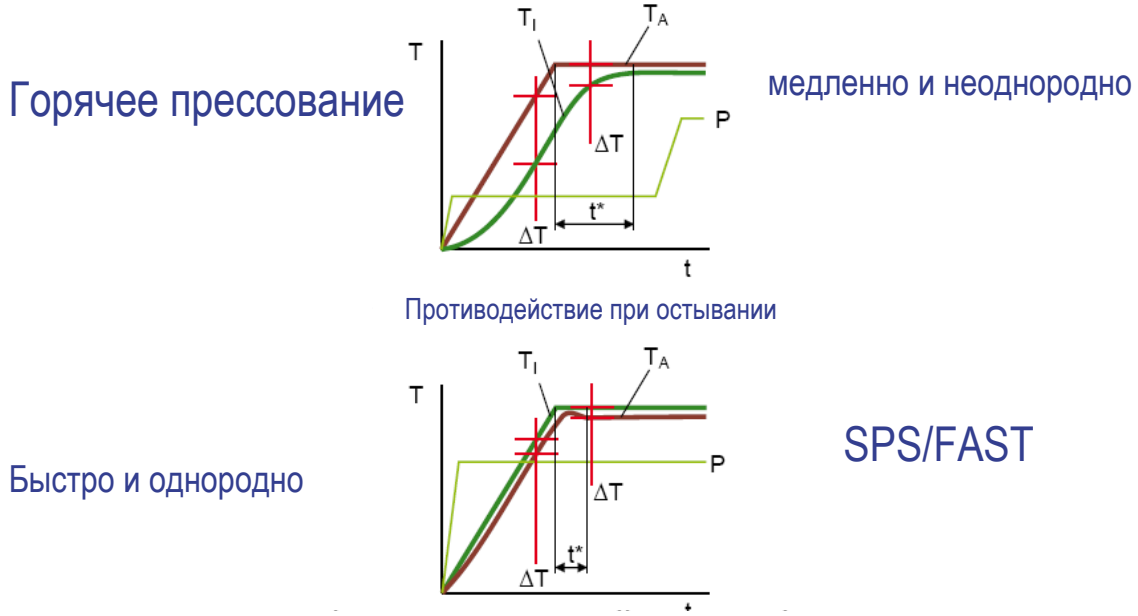


***Рис.11**: Однородность температуры: сравнение горячего прессования и метода FAST*

На **рис.12** иллюстрируется влияние расположения точки замера на «качество» измерения температуры. Существенная разность (свыше 200 °C) значений температуры при измерении на периферии пресс-формы (что типично для технологии горячего прессования) возникает при использовании относительно небольших пресс-форм при рабочей температуре 1500 °C, в отличие от значений температуры при измерении непосредственно на матрице, как это реализовано в технологии FAST. Это, естественным образом, сказывается на точности контроля температуры в процессе, и на интерпретации параметров. Как видно на **рис.12**, с помощью современных систем контроля температуры (термопары и/или пирометр) можно реализовать очень точное соблюдение термического режима, с минимальными различиями между периферией пресс-формы и матрицей.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

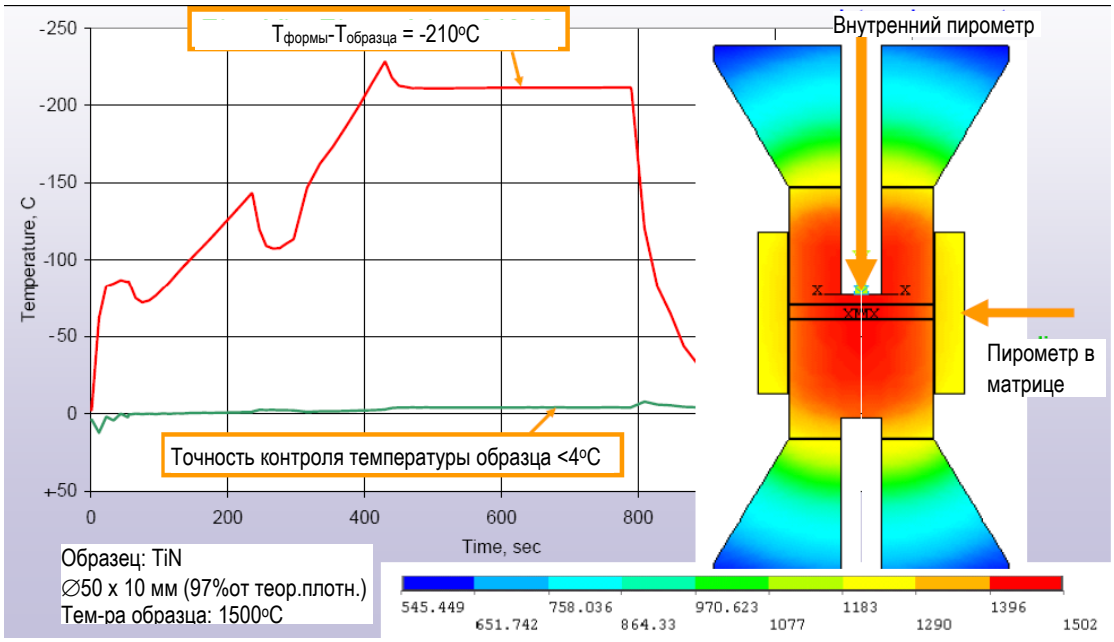
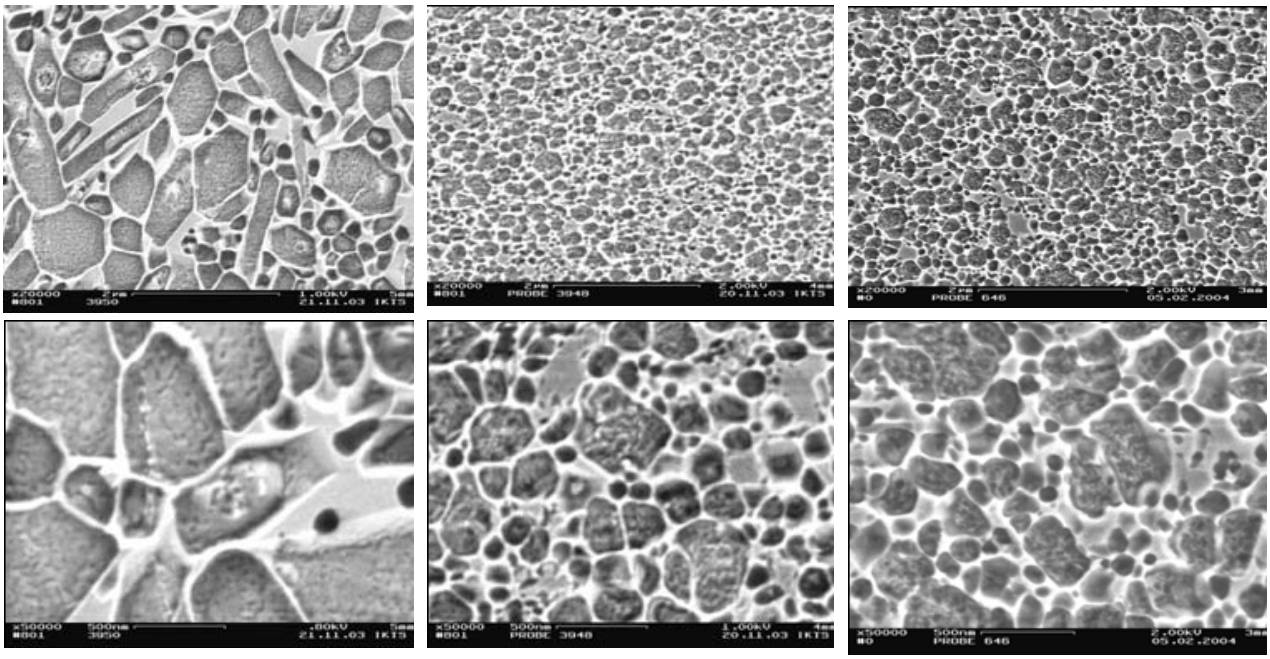


***Рис.12**: Разность температур Δ Tмежду периферией пресс-формы и матрицей.*

Значительный потенциал быстрой SPS-технологии заключается в возможности получения очень плотных и тонких соединительных стыков, при сохранении практически неизменной структуры исходного порошка в конечной заготовке. Причина заключается в кратковременности цикла. Излишне напоминать, что и для этого крайне важен тщательный контроль и точное измерение температуры. Данная проблема иллюстрируется на примере спекания субмикронного порошка нитрида кремния (YAG) (**см.рис.13**).



Контроль температуры на периферии SPS-формы

Контроль температуры в заготовке (матрице)SPS-формы

Горячее прессование, 1650 °C; 5 минут, Контроль температуры на периферии пресс-формы

***Рис.13**: Субмикронный Si_3N_4: SPS-спекание (контроль температуры на периферии и непосредственно в матрице пресс-формы) и горячее прессование (контроль температуры на периферии пресс-формы)*

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Для проверки результатов проводилось скоростное горячее прессование небольших образцов из нитрида кремния. Визуальный контроль структуры и анализ фазового состава (α-/β-фаза)в спрессованной заготовке не оставляют сомнений (**см.рис.14**). Соотношение α-Si_3N_4 и β-Si_3N_4 позволяет сделать важные выводы о фактической рабочей температуре в заготовке: возможная разность температуры составляет свыше 200°C.

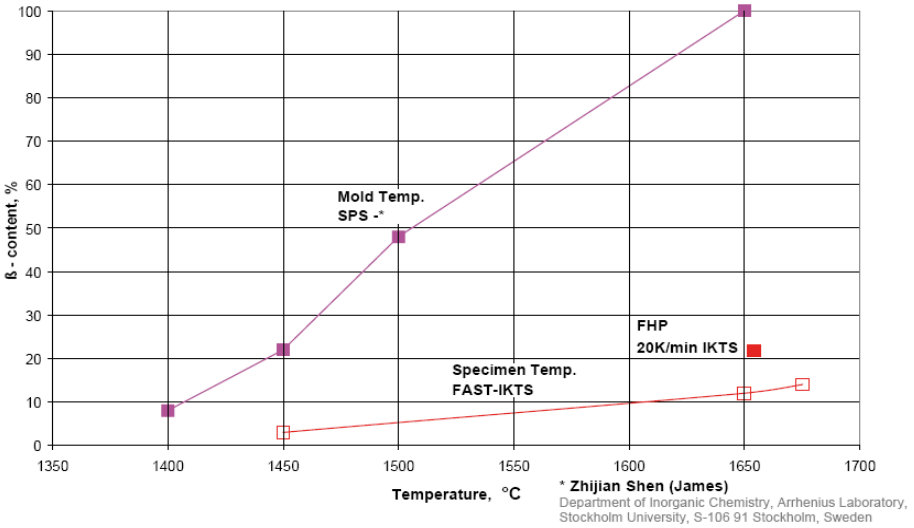


***Рис.** 14: Стандартный нитрид кремния (E10): SPS-спеченный (FAST) и горячепрессованный (FHP)*

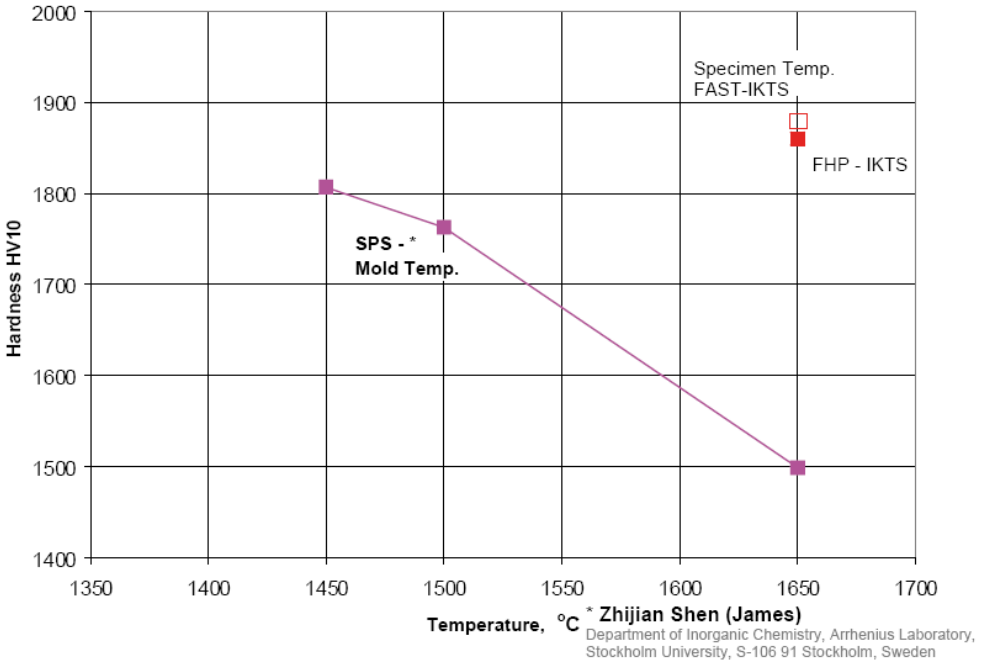


***Рис.15**: Сравнение твердости по Виккерсу в зависимости от точки замера температуры*

Измерение твердости полученных образцов также подтверждает эти выводы (**см.рис.15**). Технология SPS и быстрая обработка фактической температуры в пресс-форме позволяет существенно улучшить твердость и снизить температуру спекания. Внешнее сходство технологий SPS и быстрого горячего прессования также играет важную роль. Для дальнейшего развития FAST необходимо знать фактическую температуру матрицы: это важно для точной интерпретации результатов экспериментов, и их внедрения на практике. Аналогичные опыта, подтверждающие данный результат, проводились в

FCT Systeme GmbH
FCT Group
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Фраунгоферовском институте Керамических технологий и систем (Fraunhofer IKTS) в г.Дрезден, Германия. В этих опытах влияние разности температуры матрицы и периферии пресс-формы на структуру и твердость материала проверялось по износу образца при трении (**рис.16**).

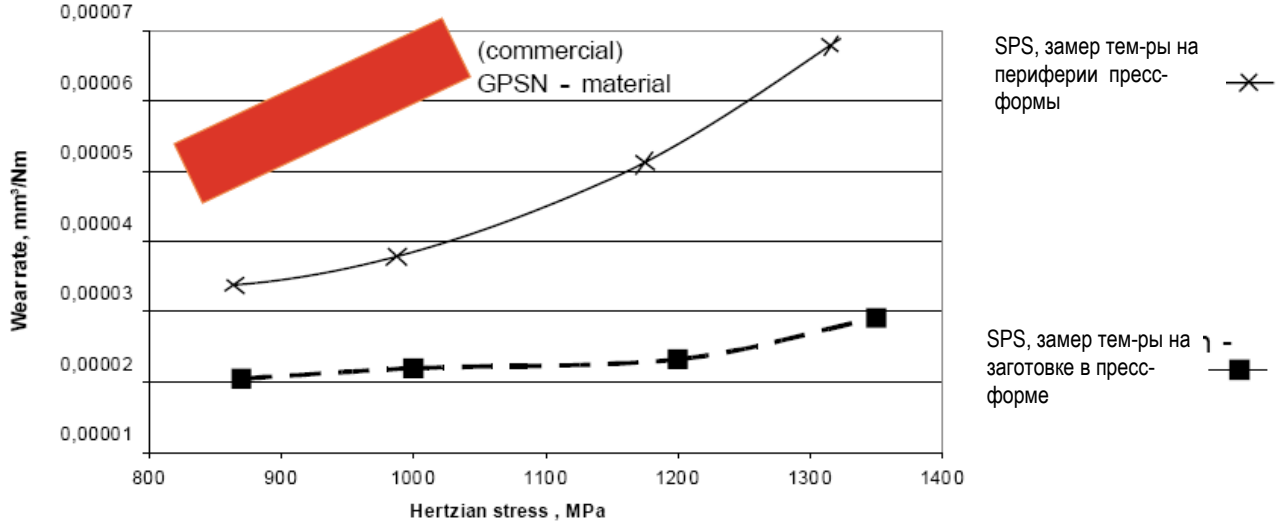


Рис.16: Динамика износа нитрида кремния при сухом трении =f(T в точке замера)

Уже здесь очевидны достоинства и потенциал SPS-технологии с точки зрения параметров конечной микроструктуры, по сравнению с промышленным компрессионно-спеченным нитридом кремния. Все опыты проводились в относительно небольших пресс-формах с диаметром ок.50 мм (**см.рис.16**). Однородность температуры внутри заготовки рассматривается ниже.

5 Взаимодействие матрицы и пресс-формы

Однородность температуры в матрице или пресс-форме в целом не играет крайне важной роли при относительно небольшом размере изделий, но становится решающим критерием в производстве более крупных изделий. Уже первые опыты с приблизительным расчетом пресс-форм на основе графита выявили проблему недостаточной однородности температуры в заготовке. Особенно очевидно влияние температуры на термические и электрические свойства консолидируемого материала. Этому эффекту уделяется большое внимание, с акцентом на изменения, происходящие в материале в процессе консолидации. Исследования отнимали очень много времени, и потребовали разработки новых методов изменения температуры. Начиная с плотности упаковки до консолидации, в процессе консолидации значения названных свойств меняются на несколько порядков величины, что связано с нарастанием температуры и приложением давления, а также с конечной плотностью и состоянием микроструктуры. Следовательно, необходимы соответствующие «фундаментальные» тесты для «новых материалов», чтобы хотя бы приблизительно определить их свойства, и иметь возможность проведения теоретических расчетов явлений, имеющих место в процессе SPS.

Появившиеся теоретические работы, а также новые методы измерения температуры и моделирование на основе метода конечных элементов (Finite Element Simulation, см.**рис.17**), составили основу для интерпретации взаимодействий в системе «материал образца/пресс-форма». Решающую роль в нем играют геометрические параметры пресс-формы и характеристики материала, особенно нижнего (основания) и верхнего (рабочего) пуансона. Существующие работы исходят из ситуации, когда засыпанная порошком

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

пресс-форма помещается в установку перед процессом, и извлекается из неё по окончании обработки. В настоящее время ведется работа по оптимизации стационарно установленных в системе FAST пресс-форм по термическим и электрическим свойствам, направленная на стабилизацию и воспроизводимость процессов, что позволит получать однородные заготовки и не перегружать FAST-установку при непрерывной эксплуатации.

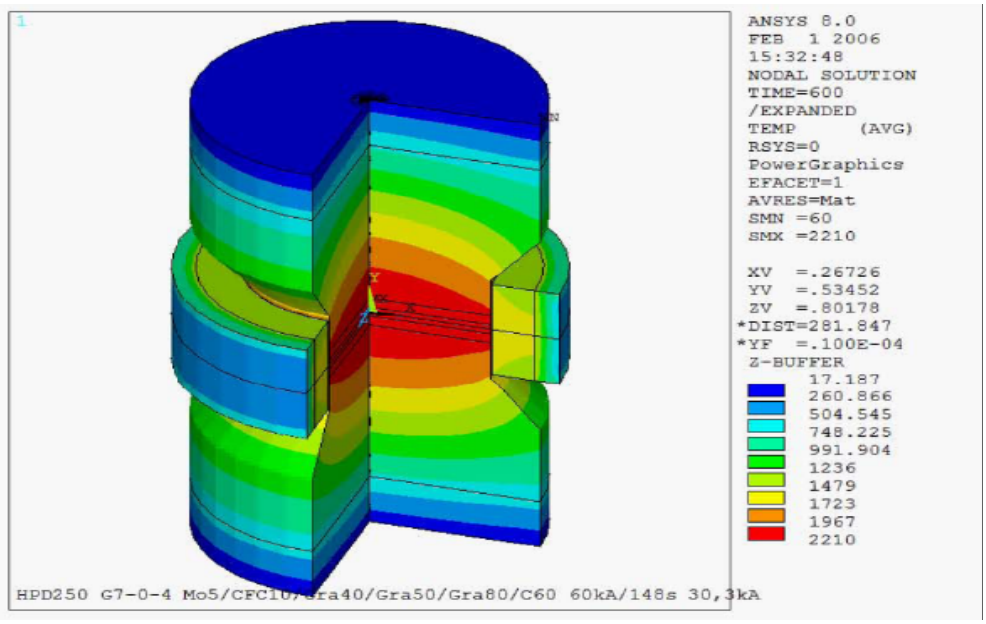


Рис.17: *FEM-моделирование фазы нагрева*

Широкий спектр материалов, которые можно консолидировать методом FAST требует, соответственно, широкого спектра потенциальных материалов для изготовления пресс-форм, с соответствующим разбросом электрических свойств. Это наглядно показано на рис.**18,** где приводятся значения электропроводности нескольких основных материалов (при комнатной температуре). Для точных практических расчетов требуются значения параметров не при 20°C, а при температурах процесса консолидации. На **рис.19** иллюстрируется зависимость значений электросопротивления от температуры на примере медно-никелевого материала , который разрабатывается в настоящее время для применения в контактах. Значения определялись непосредственно в ходе FAST-процесса в установке HPD. Следует также упомянуть, что плотность обрабатываемого образца также сказывается на его электропроводности.

Применение графитовых материалов при разработке пресс-форм логично, и в принципе, правильно. При этом, графит нужно рассматривать только как отправную точку для дальнейших разработок, поскольку ряд его свойств, таких как ползучесть, контактное сопротивление и износостойкость, требуют поиска более подходящих материалов, которые обеспечат воспроизводимость параметров FAST-обработки.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

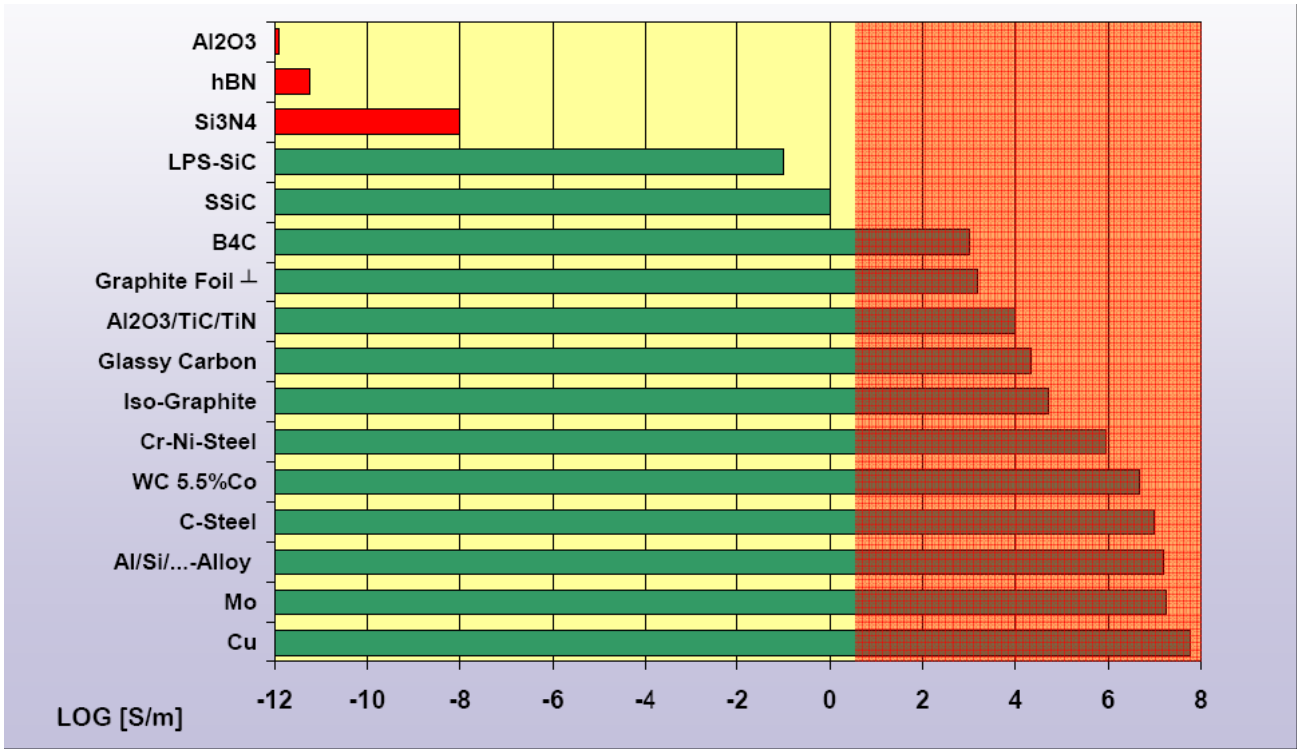


***Рис.18**: Электропроводность ряда материалов (при комнатной температуре)*

Плотность тока в пуансонах и пресс-форме также, в определенной мере, может служить показателем степени нагрева формы и консолидируемого материала (см.картину прохождения тока на **рис.20**). Полностью стабильные условия обеспечиваются применением электроизолирующих внешних оболочек на прессе. Таким образом можно добиться воспроизводимых результатов процесса, но это также неизбежно сказывается на неоднородности плотности тока в пуансоне, что необходимо учитывать при расчете пресс-формы. В производстве крупногабаритных изделий используются оба варианта, т.е. с электропроводными и изолирующими оболочками пресс-формы. На данном этапе более успешной с точки зрения непрерывной эксплуатации является конструкция с изолирующей оболочкой пресс-формы. Необходимо также учитывать крайне высокие плотности тока, которые могут стать причиной дефектов или неоднородности, если расчет формы произведен неверно, т.е. с неверными или неточными допусками. Такое развитие событий возможно как в области низких температур, до 500 °C (у алюминия), так и в области высоких температур, до 2200 °C (в случае с карбидом вольфрама).

Поскольку результат процесса сильно зависит от электрических свойств пресс-формы и заготовки, необходимо крайне точно подбирать параметры процесса. В целом, диапазон максимального напряжения и силы тока FAST-установок ограничивается максимальными параметрами генераторов и теми значениями, которые удается создать в матрице. В результате, электрические свойства пресс-формы и заготовки сильно сказываются на продолжительности всего процесса.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

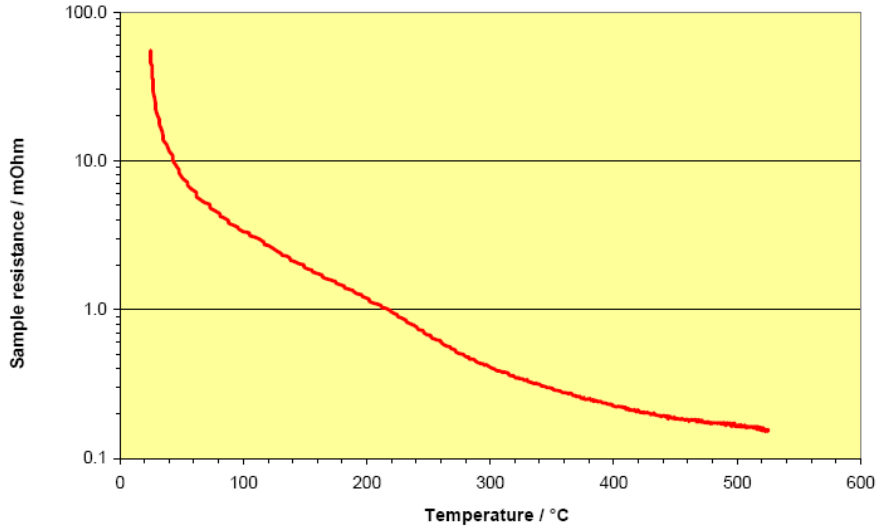
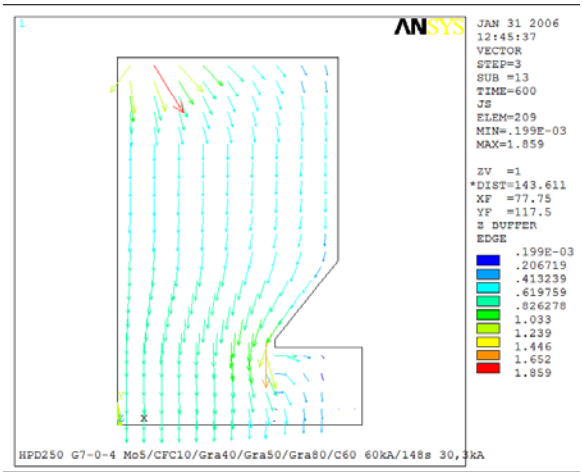


***Рис. 19**: Сопротивление образца Cu25Cr в зависимости от температуры (f(T))*

Геометрия пресс-формы и возможность обеспечить оптимальную работу установки зависят от электросопротивления пуансона и консолидируемого материала. На **рис.21** показано сопротивление матрицы в зависимости от мощности установки. Заштрихованная красным область соответствует диапазону, в котором достигаются оптимальные результаты. Превышение верхнего предела ведет к сильным потерям тока на пуансоне; если перейден нижний предел, то ввод энергии недостаточен и процесс неприемлемо затягивается.

Матрица (электропроводная)



Матрица (изолирующая)

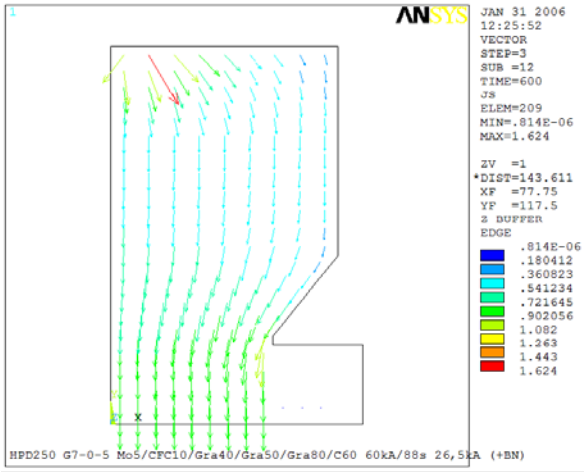


***Рис.20**: Протекание тока в пресс-форме*

«Точная настройка» этой оптимальной области зависит от свойств консолидируемого материала и пресс-формы. В принципе, соответствующий расчет проводится при конструировании пресс-формы, и при необходимости, можно принять требуемые метры для сужения известных экспериментально значений.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

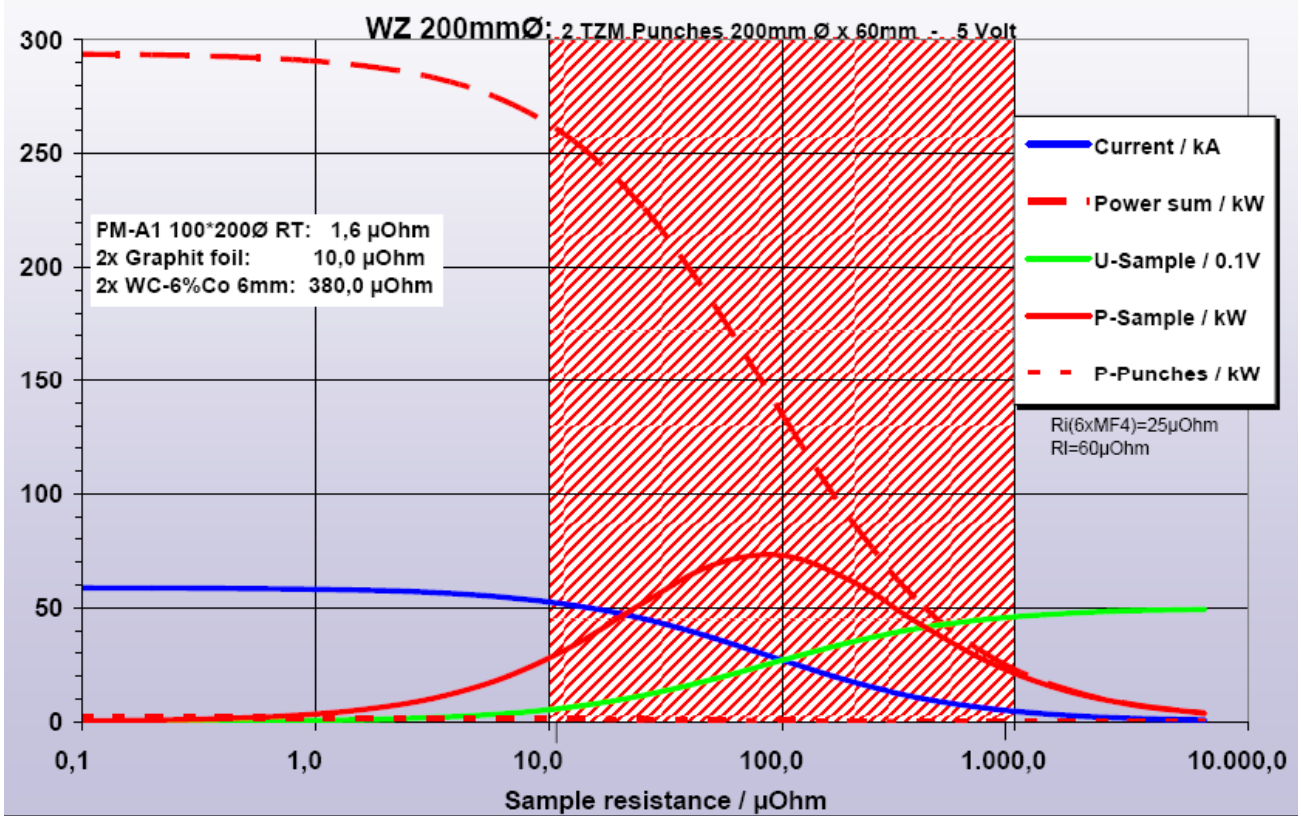


***Рис.21**: Влияние электропроводности (пример)*

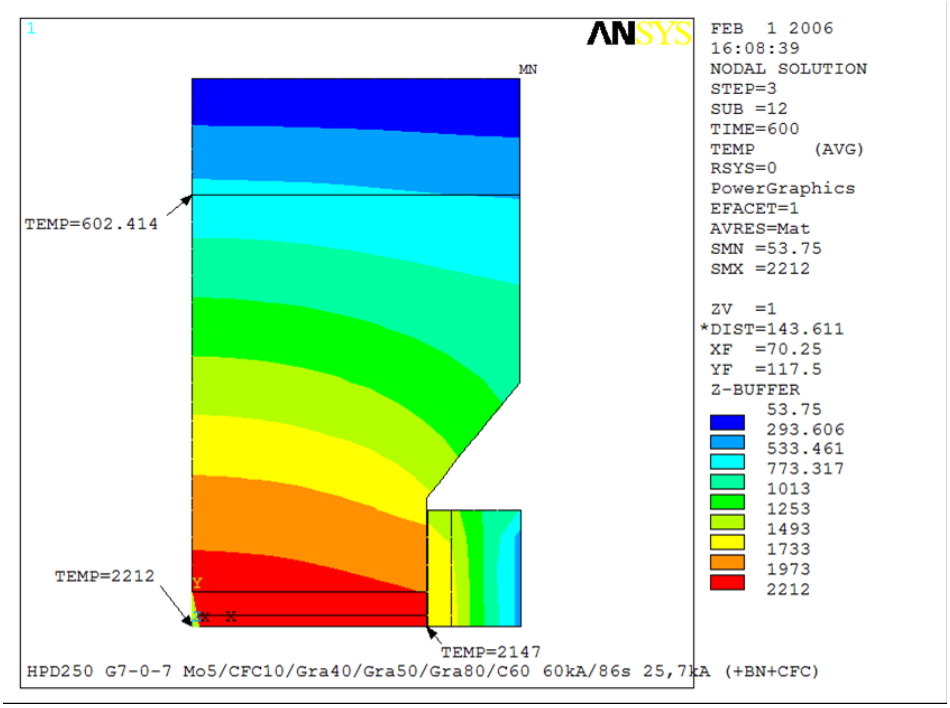
Промышленность все чаще требует продукции со строго определенными свойствами, например, с наноструктурой, исключительно мелким зерном или абсолютной однородностью при высокой плотности. Строгие требования к продукции ставят столь же строгие требования к технологическим параметрам, конструкции пресс-формы и подготовке материала.

Несмотря на достигнутую высокую плотность (>99% от теоретической), первые опыты с заготовками (∅200 мм) из мелкозернистого карбида вольфрама (без кобальтовой связки) привели к выраженной, и потому неприемлемой для потребителя неоднородности изделий по плотности. Потребовалась дополнительная оптимизация конструкции пресс-формы и технологии, направленная на достижение максимальной однородности изделий. Результата удалось добиться путем адаптации конструкции формы. Сегодня в крупногабаритных пресс-формах (например, с ∅300 мм) удается добиться высокой однородности температуры (разброс менее 20 °C), а также плотности (разброс < 0,5%) и твердости (разброс <10 %) (**см.рис.22, 23**).

Следует еще раз подчеркнуть, что каждый обрабатываемый материал требует разработки соответствующей пресс-формы. Даже при незначительном разбросе параметров сырья, который был бы вполне приемлем для традиционных технологий, метод SPS/FAST требует существенной модификации конструкции пресс-формы.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

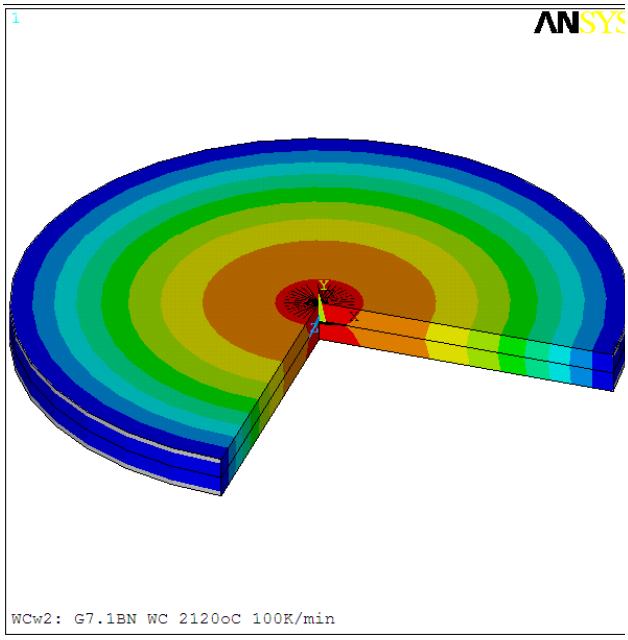
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de



T = 2000°C
ΔT = 65 K
O = 200 mm

***Рис.** 22: Моделирование по методу конечных элементов (минимизация разброса ΔT)*

∅200, 1ый опыт



∅200, оптимизированная пресс-форма

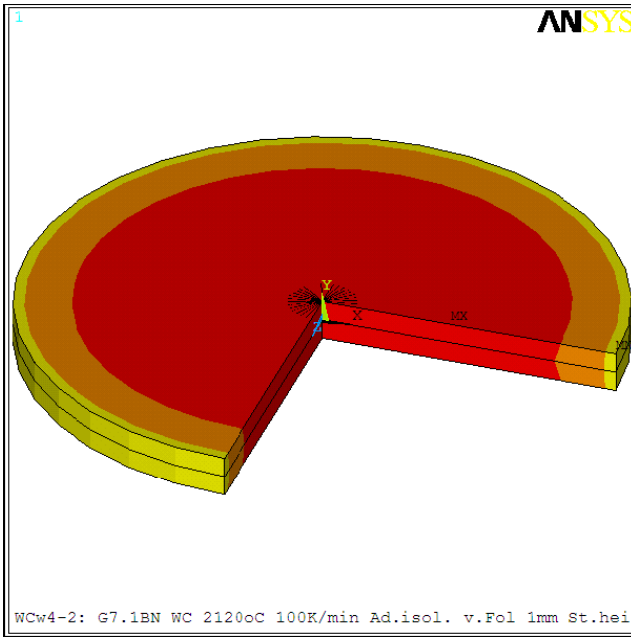


***Рис.** 23: Разброс температур в форме ∅200 мм, 2100 °C, скорость нагрева 100 K/мин*

Значительная доля керамических материалов отличается относительно низкой электропроводностью, которая дополнительно снижается при наличии пор на раннем этапе консолидации. В результате подавляющая часть тока течет не через материал, а через электропроводную пресс-форму. На **рис.24** показана расчетная доля тока через материал, относительно общего протекающего тока. В данном расчете не учитывается влияние пористости.

FCT Systeme GmbH
FCT Group
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

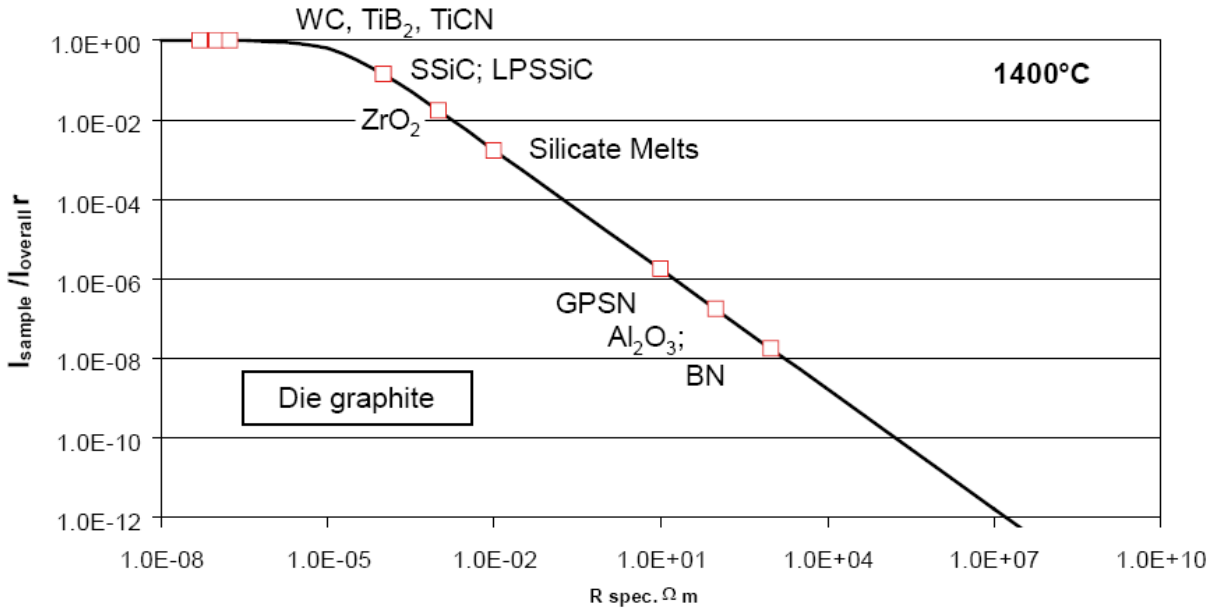
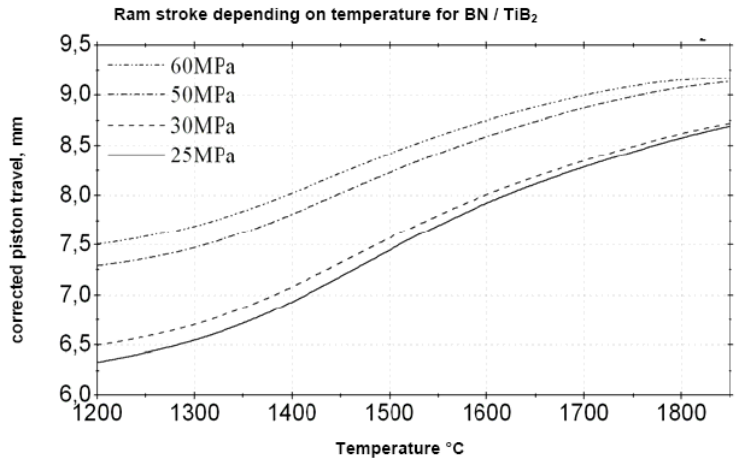


***Рис.24**: Расчетная доля тока, протекающего через материал, относительно общего пропускаемого тока, для разных видов керамики (форма изготовлена из графита) [**9**]*

За исключением твердых сплавов, карбидов переходных металлов, и многих боридов, постоянный ток, протекающий через материал, крайне невелик. Это ведет к следующим последствиям: 1) у таких материалов образуется существенный температурный градиент, особенно при быстром нагреве и больших размерах образца; 2) трудно ожидать возникновения требуемого SPS-эффекта. Наш собственный анализ материала Si_3N_4 показал, что однородный образец можно получить при диаметре не более 60 мм и скорости нагрева до 100 К/мин.[**10**].

Следует критически относиться к резкому снижению температуры спекания, описанному в литературе по SPS. Истинность этих утверждений во многом зависит от метода измерения температуры. При этом, следует отметить такие явления как влияние давления на консолидацию (**см.рис.25**) (по аналогии с горячим прессованием), и предотвращение потери активности спекания в результате поверхностной диффузии и роста зерна при нагреве.



FCT Systeme GmbH
FCT Group
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

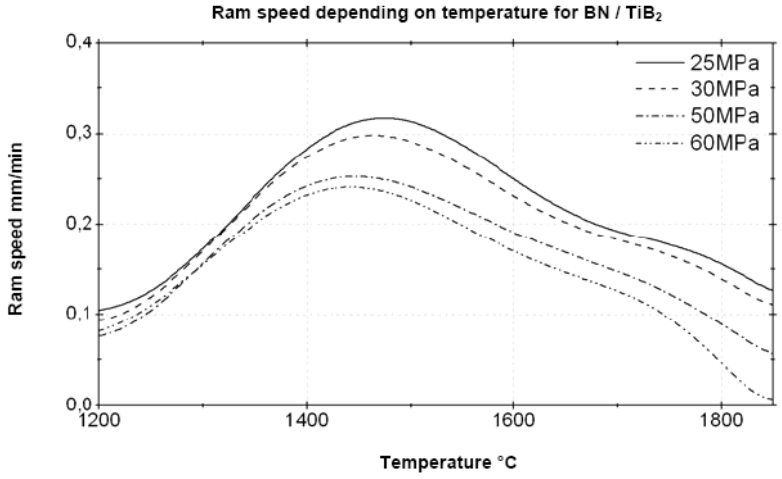


***Рис.25**: Консолидация композитов BN/TiB2 в зависимости от давления. Максимальная температура консолидации существенно снижается при приложении давления.*

Несмотря на сказанное, мы уверены в значительном потенциале данного метода при его использовании для различных керамик. В частности, можно отметить следующее:

- Материалы, которые в настоящее время получают горячим прессованием (BN, композиты TiB_2/BN, Al_2O_3 с н.к.SiC, B_4C). Благодаря краткости циклов обработки можно получать изделия в почти готовом виде, экономя на механической обработке. Первые опыты в IKTS показали, что возможна консолидация однородных образцов композитов BN/TiB_2 с диаметром до 80мм, а также изделий, где отсутствует симметрия вращения.
- Кратковременность циклов обработки при давлении до 100 МПа и более позволяют консолидировать наноматериалы с минимальным ростом зерна. Это позволяет относительно экономично получать наноматериалы и изделия. Наряду с получением наноматериалов, данный метод можно использовать для получения керамических материалов с заданной структурой по технологии «sinter forging» (ковка+спекание, т.е. сверхпластическое формование) [**11,12**,**13**].
- Кратковременность циклов обработки (несколько минут) позволяет создавать новые материалы для самого широкого спектра областей применения (материалы для резания и измельчения, биоматериалы, многофункциональные материалы). Уже имеются первые работы в области консолидации алмазов и композитов cBN/WC/Co [**14**,**15**,**16**], которые невозможно получать обычными методами. В области биоматериалов известно о получении высокопрочных композитов «ZrO_2-гидроксиапатит (HAP)» [**17**]. Такие композиты невозможно спекать обычными методами.
- Метод позволяет эффективно получать функциональные материалы высокой плотности [**18**], а также прозрачную керамику.
- Метод позволяет спекать сложно структурированные изделия, например, многослойные системы или даже калильные свечи для дизелей.
- Быстрый нагрев в FAST-установках позволяет получать особые микроструктуры в жидкофазно-спеченных материалах, в зависимости от высокой перенасыщенности или недо-насыщенности расплава. Необходимы дальнейшие исследования, чтобы уточнить: не является ли это причиной быстрой фазовой трансформации и роста

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

зерна, которые описываются в литературе, например, применительно к консолидации Si_3N_4-материалов при превышении критической температуры.

Проиллюстрируем на примере перечисленные возможности. Нанокристаллический β-Si_3N_4 имеет износостойкость в 3 - 5 раз выше, чем у обычного [**19**]. Получение такого материала основано на использовании порошков, которые почти втрое дороже обычных порошков Si_3N_4. При низких температурах FAST-консолидированные материалы имеют стабильное, регулируемое содержание α-Si_3N_4. Полученные за несколько минут FAST-материалы близки по износостойкости к вышеупомянутым наноматериалам, при возвратно-поступательном трении (**см.рис.26**).

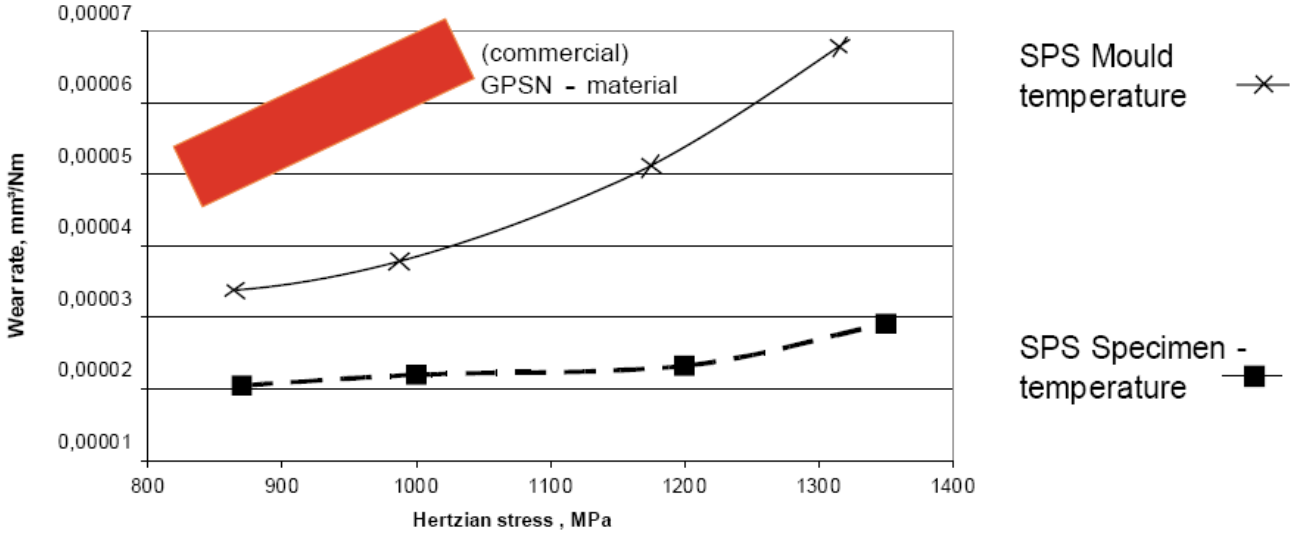


***Рис.26**: Возвратно-поступательное сухое трение обычного (a) и нанокристаллического (b) β-Si_3N_4, а также Si_3N_4 керамики (с высокой долей метастабильного α-Si_3N_4), консолидированных методом SPS (c-d) [**10**]*

6 Примеры работ в области FAST

В основе разработки конструкции FAST-установки лежали две основные цели: 1) создание надежной пресс-формы, позволяющей добиться требуемой максимальной температуры без перегрузки системы; и 2) существенное сокращение длительности цикла спекания, иногда до нескольких секунд.

Первые опыты по консолидации проводились на ранних стадиях разработки. Исследовалась динамика консолидации композитов, которые демонстрируют существенное спекание только при температурах свыше 2000 °C. Благодаря своим особым свойствам, такие композиты имеют широкий диапазон возможных областей применения: износостойкие изделия, баллистическое и высокотемпературное применение и т.д.

Мы приводим в качестве примера материал «диборид титана-карбид кремния», который удалось практически полностью уплотнить за относительно короткое время в 15 минут – без существенных добавок (см.рис.**27**). При анализе процесса было отмечено, что максимальная активность (т.е. темп) консолидации наблюдалась при температуре существенно ниже приложенного максимума; те не менее, для достижения желаемой высокой плотности был необходим нагрев до максимальной температуры. Дальнейшие тесты по SPS/FAST-консолидации различных боридов и карбидов показали очень близкие результаты. Далее было необходимо адаптировать полученный на небольших образцах опыт в производство более крупногабаритных изделий на основе нанопорошков.

Наряду с классическими металлами и керамиками, растущее значение приобретает SPS/FAST-технология получения функциональной керамики, позволяющая добиться

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

особых свойств данных материалов. Среди примеров можно назвать электрооптические, пьезоэлектрические и магнитные материалы. Обширные исследования последних лет вылились в настоящую лавину публикаций в области электроискрового спекания, что позволяет оценить потенциал данной технологии. В частности, хотелось бы отметить текущую работу в двух институтах Фраунгоферовского общества: IKTS и IFAM.

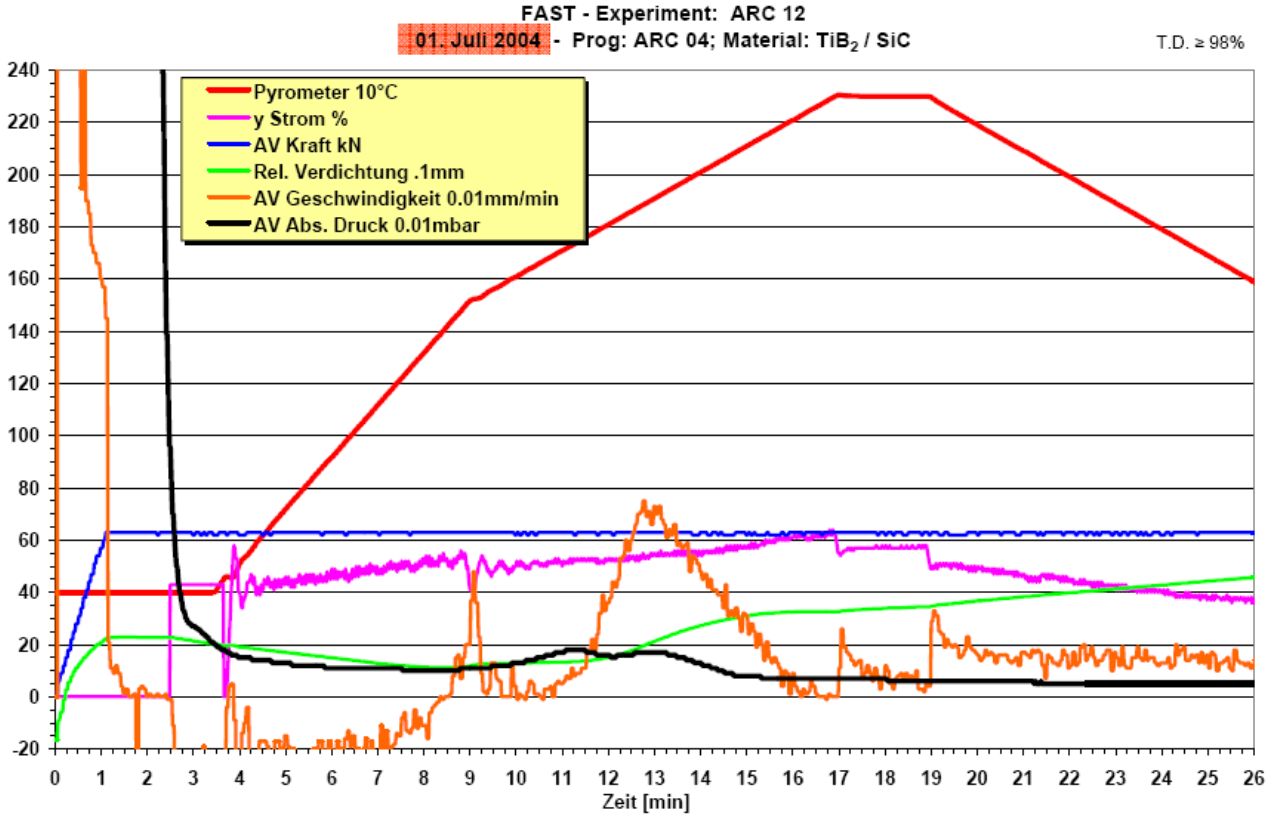


***Рис.**27: Первый FAST-эксперимент при температуре 2300 °C*

Успехи последних лет в области термоэлектрических функциональных материалов позволяют надеяться , что с помощью технологии FAST и наномасштабных исходных порошков сделан значительный шаг вперед в деле практического применения данной технологии.

Нанотехнологические методы открывают вполне реальные возможности именно для **функциональных материалов**, поскольку именно здесь можно добиться существенного улучшения свойств. Особенно заметные успехи после последних 50 лет почти полного застоя достигнуты в области термоэлектрических материалов, преобразующих постоянный и переменный ток в разность температур (**см.рис.28**). Показателем качества и эффективности термоэлектрического материала может служить показатель ZT ($Z = S^2 \cdot \sigma/\lambda$, где S = коэффициент Зеебека [μV/K], σ = электропроводность [Ωсм], λ = теплопроводность [Вт/мК], а T = абсолютная температура [K]). Материалы с ZT > 1 называют материалами с высоким ZT (High-ZT materials). Такие высокоэффективные материалы по структуре представляют собой многофазные композиты с субмикронными или наномасштабными дисперсоидами (нано-композиты). Для экономичного производства крупногабаритных изделий не подходят часто применяющиеся технологии тонких пленок, т.к. они отличаются низкой скоростью осаждения; прочие методы позволяют получать материалы лишь в пробных, «лабораторных» количествах. Недостаток особенно очевиден, если вспомнить стандартные размеры элементов Пельтье

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

(термоэлектрических преобразователей для нагрева и охлаждения) и термогенераторов (для получения тока, например из отработанных тепловых потоков), где требуется толщина материала от 0,5 до 2 мм (см.рис.**29**). Хотя методы плавки позволяют получать значительные количества высококачественных термоэлектрических материалов, полученная продукция практически непригодна для механической обработки (высокая хрупкость, трещины из-за быстрого остывания и т.п.). Кроме того, следует отметить распространенные сегодня термоэлектрические материалы на основе Bi_2Te_3 (смешанные кристаллы) с крупными «монокристаллическими» доменами и выраженной текстурой. Благодаря высокой анизотропии физических свойств в структуре материала можно повысить эффективность, ценой потери механической прочности, что связано с легким отслоением отдельных слоев кристаллической решетки. Путем размола в инертной атмосфере (protective milling) с последующим компактированием наноструктурных порошков методом SPS можно получать крупногабаритные заготовки, пригодные для дальнейшей обработки и сборки модулей (см.рис.**30**). Благодаря высокой скорости спекания практически отсутствует рост зерна, и сохраняется возникшая при кристаллизации наноструктура. Потеря качества вследствие отсутствия выраженной текстуры компенсируется хорошим контактом между зернами (хорошая электропроводность вследствие очистки и активации поверхностей в ходе SPS) и многочисленности межзеренных границ (пониженная теплопроводность).

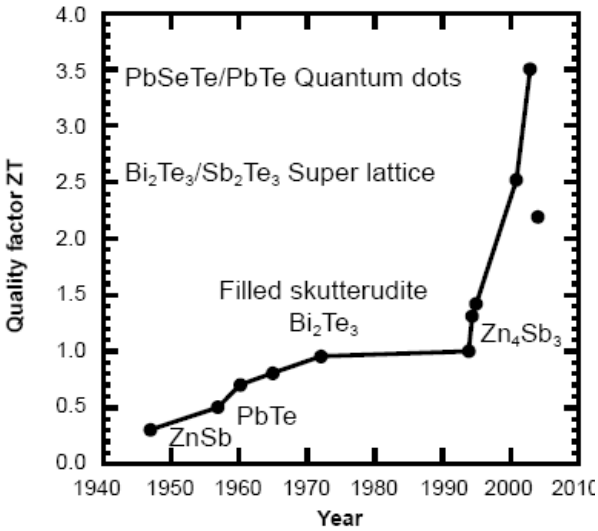


***Рис.28**: Успехи с 1995г. – заслуга новых наномасштабных материалов [**20**]*

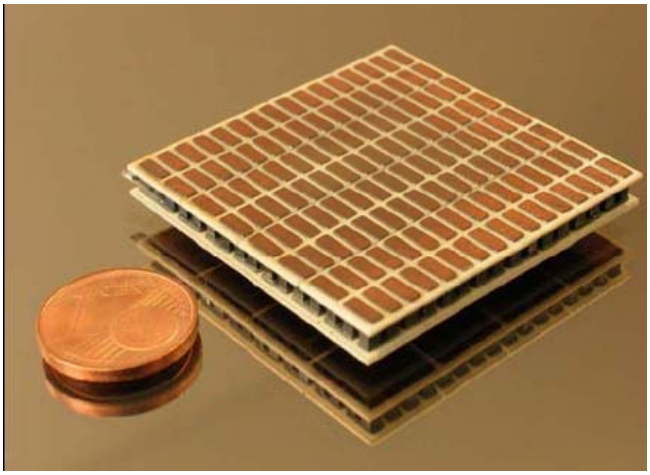


***Рис.29**: Элемент Пельтье (Peltier element) с 254 термопарами изготовленный из термоэлектрического материала на основе Bi_2Te_3 с n- и p-проводимостью. [**20**]*

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

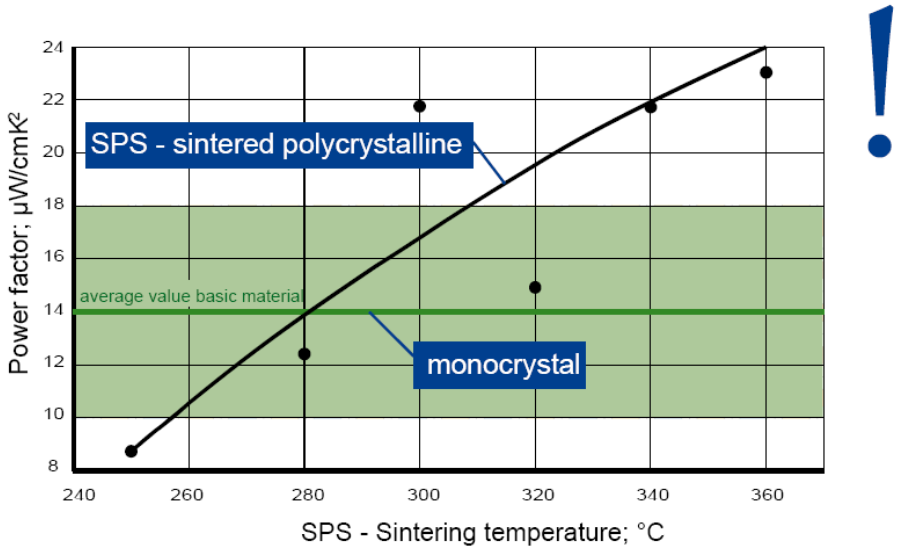


***Рис.30**: Коэффициент термоэлектрической мощности (S^2 σ) для SPS-спеченного, поликристаллического Bi_2Te_3 и исходного монокристаллического материала [**20**]*

Композиционные материалы на основе титана и титановых сплавов – это перспективные материалы для легких конструкций. Благодаря высокой удельной прочности, пластичности, ударной вязкости и стойкости к коррозии и ползучести, сплавы титана могут применяться в качестве матрицы в композитах, использующихся при температуре свыше 500°C. На текущий момент лучшими являются титановые композиты, армированные протяженным волокном. При порошковом армировании удешевляется производство, основанное на технологиях порошковой металлургии, и достигается изотропия свойств, а также возможность обработки спеченных заготовок, например, путем ковки. В последнее время опубликовано множество работ, посвященных применению различных порошковых наполнителей: TiB, TiC, оксидов редкоземельных элементов или карбида кремния. Введение SiC в титановую матрицу представляет значительный интерес, поскольку позволяет дополнительно снизить удельный вес материала. К сожалению, при высоких температурах SiC реагирует с матрицей с образованием хрупких интерметаллидных фаз (силицидов) и значительным снижением свойств композита.

Для использования армирующих SiC-волокон разработаны покрытия, эффективно препятствующие контакту между SiC и Ti в процессе получения композита. Диффузионные барьеры такого типа почти невозможно воспроизводимо получать на частицах менее 50 µм. Из-за этого необходимы процессы консолидации, позволяющие приложить давление при низких температурах, или сократить время спекания при компактировании.

Для получения титановых материалов с порошковым наполнителем использовались производимые промышленно порошки сплава TiAl6V4- (< 100 µм) и порошки SiC (фракция F400). Смеси порошков в соотношении TiAl6V4/15 %об.SiC готовились в трубчатом смесителе. Смеси без дальнейшей подготовки засыпались в графитовую пресс-форму для SPS-спекания (внутр.∅ = 100 мм и 200 мм, 30 МПа), и непрерывно нагревались в вакууме со скоростью 100°C/мин до температуры 700°C - 1100°C. После достижения максимума температуры форма со спеченной заготовкой остывала с естественной скоростью в аргоне.

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Подробные исследования других авторов, широко изучавших образование реакционных слоев в системе Ti/SiC при обычном горячем прессовании, говорят о том, что для получения спеченного образца с остаточной пористостью менее 10% требуется выдержка 30 минут и температура свыше 850°C (см.рис.**31**). Области реакции между частицами SiC и титановой матрицей наблюдаются только при температуре спекания > 900°C. При кратковременном SPS-спекании при той же температуре (без изотермической выдержки), плотность образца была выше, чем при обычном горячем прессовании (с выдержкой 30 минут). Возможно, это объясняется активацией спекания вследствие SPS-эффекта, а также известной разностью между измеренными значениями и фактической температурой спекаемого образца.

Максимальная плотность составила ок.95% от теоретической при $T_{спекания}$ ок. 850°C; дальнейший рост плотности едва ли возможен. Благодаря высокой электропроводности порошка металлического титана сопротивление консолидируемого материала ниже, чем у пресс-формы. Существенная доля импульсного тока, вызывающего прямой нагрев материала вследствие эффекта Джоуля, протекает именно через спекаемый материал. По сравнению с матрицей или пуансонами, спекаемая заготовка нагревается сильнее, что создает перепад температуры от центра к периферии цилиндрической заготовки. Результат такой неоднородности нагрева также проявляется (особенно у таких термочувствительных систем как Ti/SiC) в виде повышенной плотности в центре, относительно плотности периферии заготовки, что особенно заметно по росту плотности по радиусу спеченного образца (см.рис.**32**). Исходя из сопоставления температуры и длительности спекания с точкой начала реакции частиц SiC с титановой матрицей, очевидно, что при кратковременном спекании при неблагоприятных параметрах разность температур на поверхности и в центре спекаемого образца может достигать 150 °C. При эффективной изоляции пресс-формы, особенно матрицы (графитовый войлок) удается избежать больших тепловых потерь на излучение при высоких температурах, и повысить однородность температуры. Таким образом, впервые удалось получить крупногабаритные образцы Ti6Al4V/15%об.SiC без остаточной пористости, хотя качество периферийных областей образца требует дальнейшей оптимизации. [**21**]

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

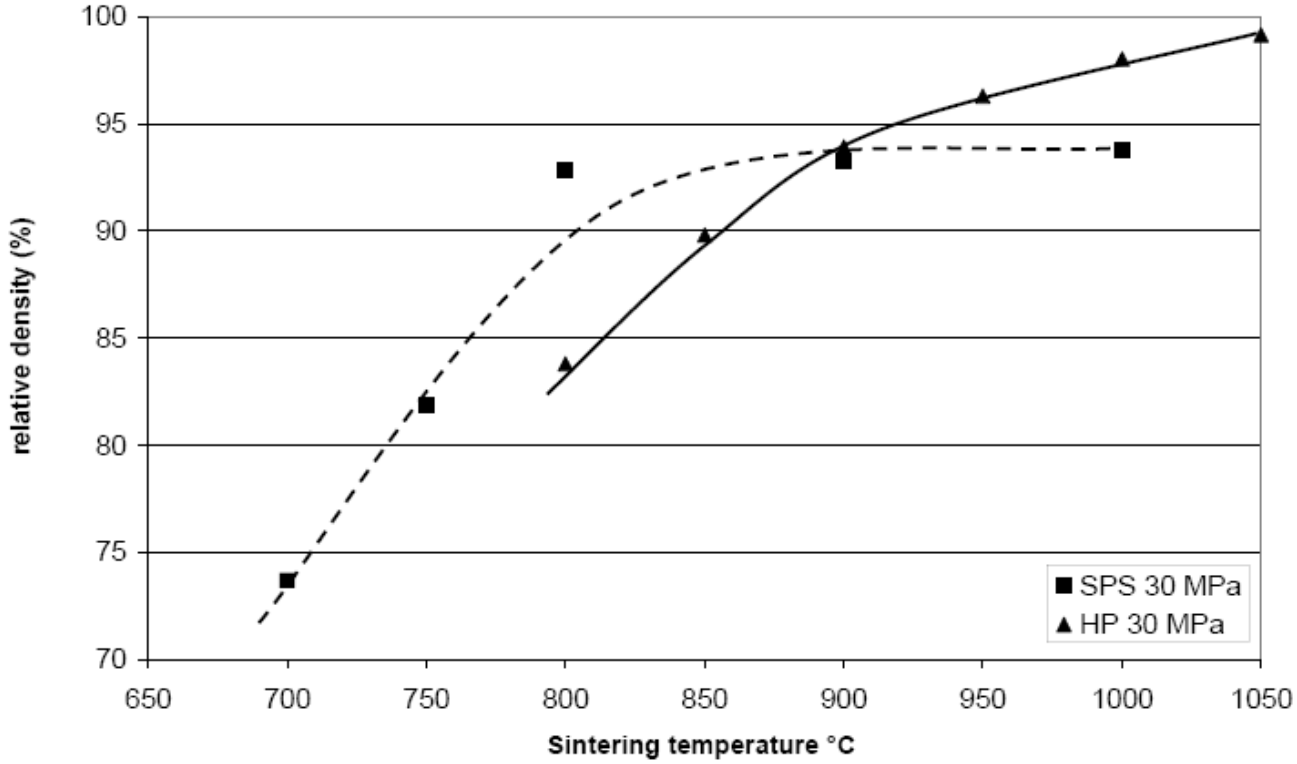


***Рис.31**: Изменение плотности спеченного образца (∅ 100 мм) из смеси порошков Ti6Al4V/15%об.SiC в зависимости от температуры. Первые реакции наблюдаются при температуре свыше 850°C. [**21**]*

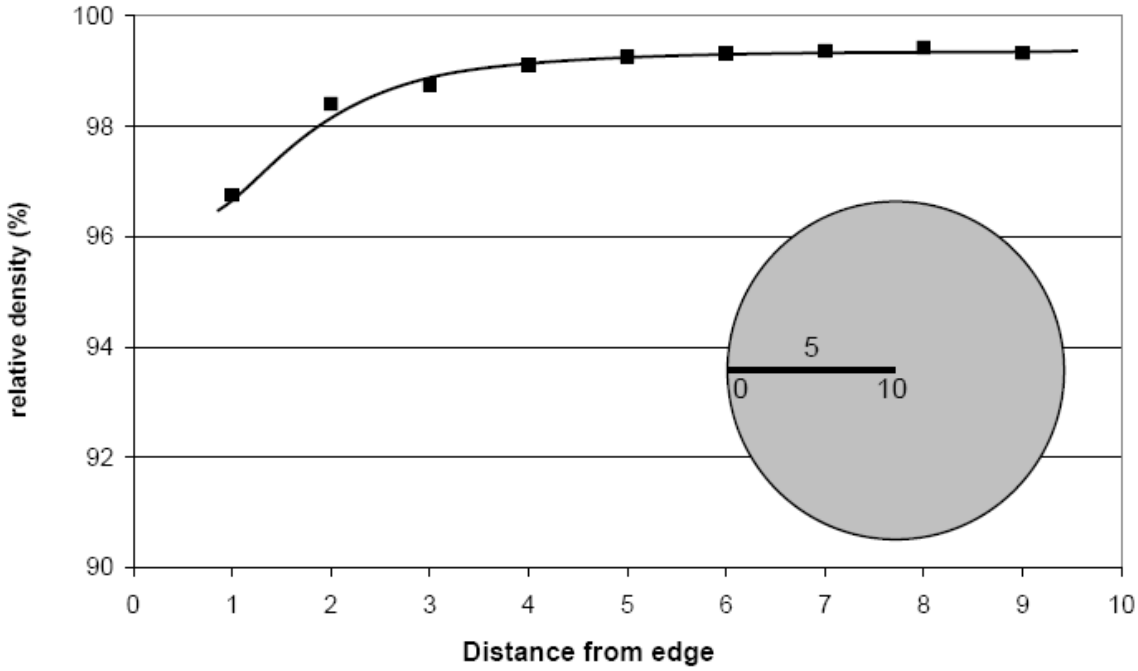
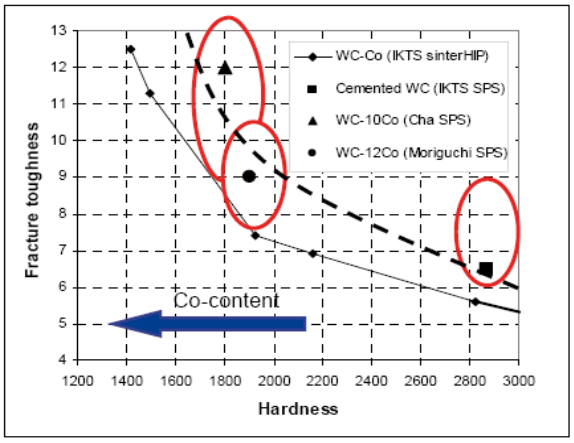


***Рис.32**: Неоднородность плотности при кратковременном спекании образца Ti6Al4V/15%об.SiC (∅200 мм, $T_{спек-я}$=900°C) после оптимизации технологии. [**21**]*

У технологии FAST есть значительный потенциал для влияния на соотношение твердости и трещинностойкости материалов WC-Co. По результатам множества работ, метод SPS/FAST позволяет повысить трещинностойкость при постоянном содержании кобальта (см.рис.**33**). [**21**]

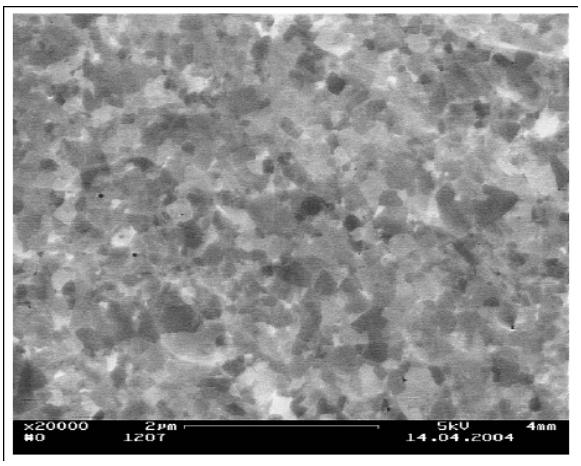
FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de



EuroPM2004
V. Richter, R. Holke, M.Ruthendorf
J. Schmidt, Y.Grin

***Рис.**33: Твердость и трещинностойкость ультрадисперсного WC-Co [**21**]*



EuroPM2004
V. Richter, R. Holke, M.Ruthendorf
J. Schmidt, Y.Grin

***Рис.**34: Получение ультрадисперсного WC без связки (SPS) [**21**]*

Крайне интересно отметить, что при уменьшении содержания Co равным образом снижается эффект прироста трещинностойкости при SPS-спекании. Тем не менее, применение SPS для консолидации данных материалов пока затруднено из-за негативного влияния на процесс таких факторов как свойства (и износ!) пресс-формы и длительность цикла.

Еще одна крайне перспективная область применения SPS-технологии – получение распылительных мишеней, которые необходимы в качестве сырья для различных технологий нанесения покрытий, таких как физическое газофазное осаждение (PVD), лазерная или ионно-пучковая технология. Мишени из металлов/карбидов, керамик или других композиций, которые нельзя получать методом плавки, обычно получают методами порошковой металлургии, путем прессования порошков или их смесей, с последующим спеканием или горячим прессованием. Достоинства метода FAST заключаются в выдающейся однородности мишеней, а также исключительной быстроте их получения.

На рис.35 ниже приводится схема процесса FAST-консолидации бескобальтового WC-материала для получения распылительных мишеней диаметром 200 мм. При оптимизации процесса удалось добиться плотности конечного материла >99% от теоретической, при продолжительности активного спекания 40 минут.

Технология допускает дальнейшую оптимизацию: при оптимальной конструкции пресс-формы возможно спекать по две заготовки за 1 цикл. Совершенствование оборудования (рост мощности) позволит также сократить продолжительность циклов.

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

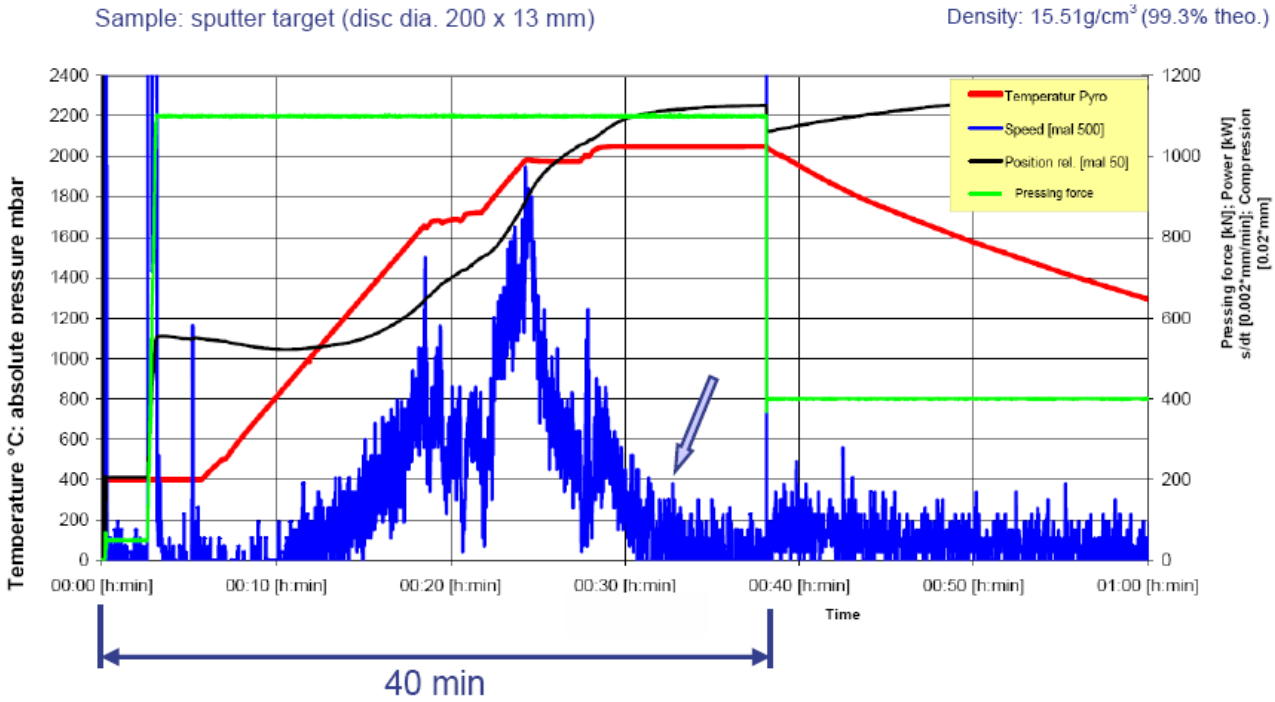
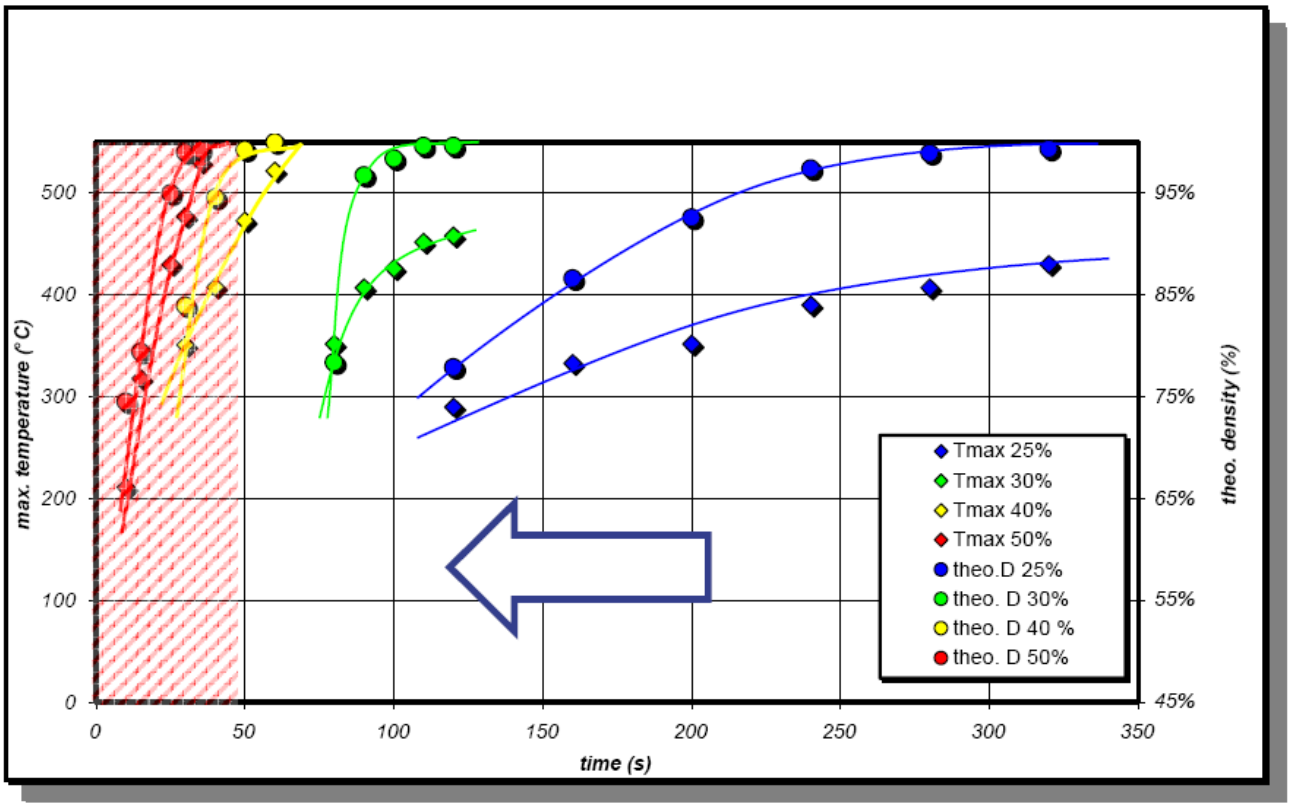


***Рис.35**: Материал: WC (без C), размеры:∅200 x 13 мм, SPS-спекание в установке HPD 250*

Эффективность метода FAST показана на примере успешного переноса накопленного опыта (диаметр образца 80 мм) на серийное производство заготовок для штамповки или экструзии из сплавов Al, которые ранее производились исключительно методами порошковой металлургии. Удалось добиться почти полной консолидации заготовок за крайне непродолжительное время (см.рис.**36**). [**22, 23**, **24**]

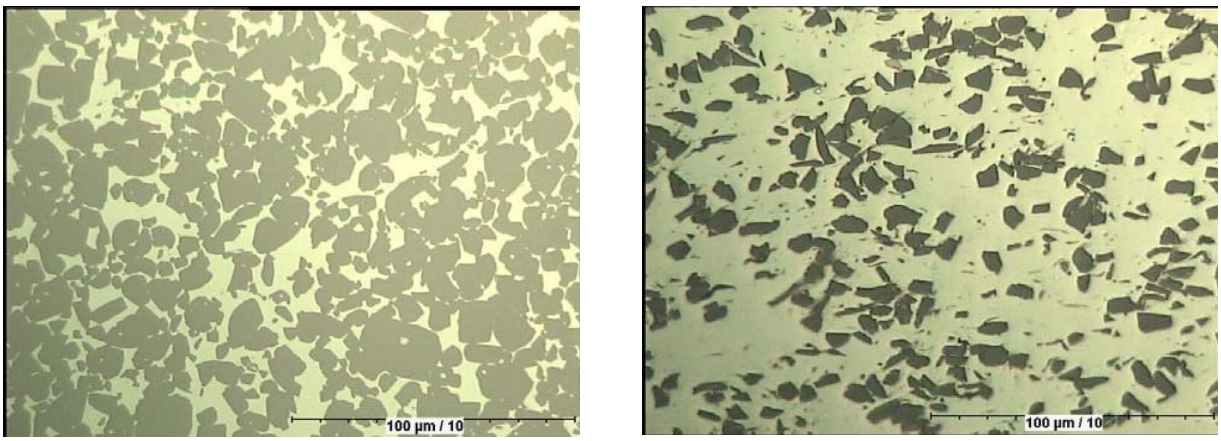


FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

***Рис.**36: Температура и относительная плотность в зависимости от времени и тока нагрева [**25**]*

The images of joints in **diagram 37** illustrate that materials of this type can also be manufactured almost without pores, using very short cycles – without exceeding the material's melting point.



AlSi60 MMC – Al/B_4C 20%

***Рис.**37: FAST-спеченные алюминиевые материалы [**25**]*

Как уже неоднократно отмечалось, основное достоинство метода SPS/FAST – краткая продолжительность цикла при сохранении оптимальных свойств материала. Все очевиднее становится то, что критерием эффективности является поток энергии, поступающей в заготовку. С технической точки зрения, это требует роста мощности и гибкости генераторов.

В настоящее время заготовки из сплавов Al-Si для штамповки (плотность > 99%) получают менее чем за 90 секунд с помощью специальной технологии распределения энергии («energy distribution» поток энергии в заготовку), при точном контроле подаваемой мощности (см.рис.**38**).

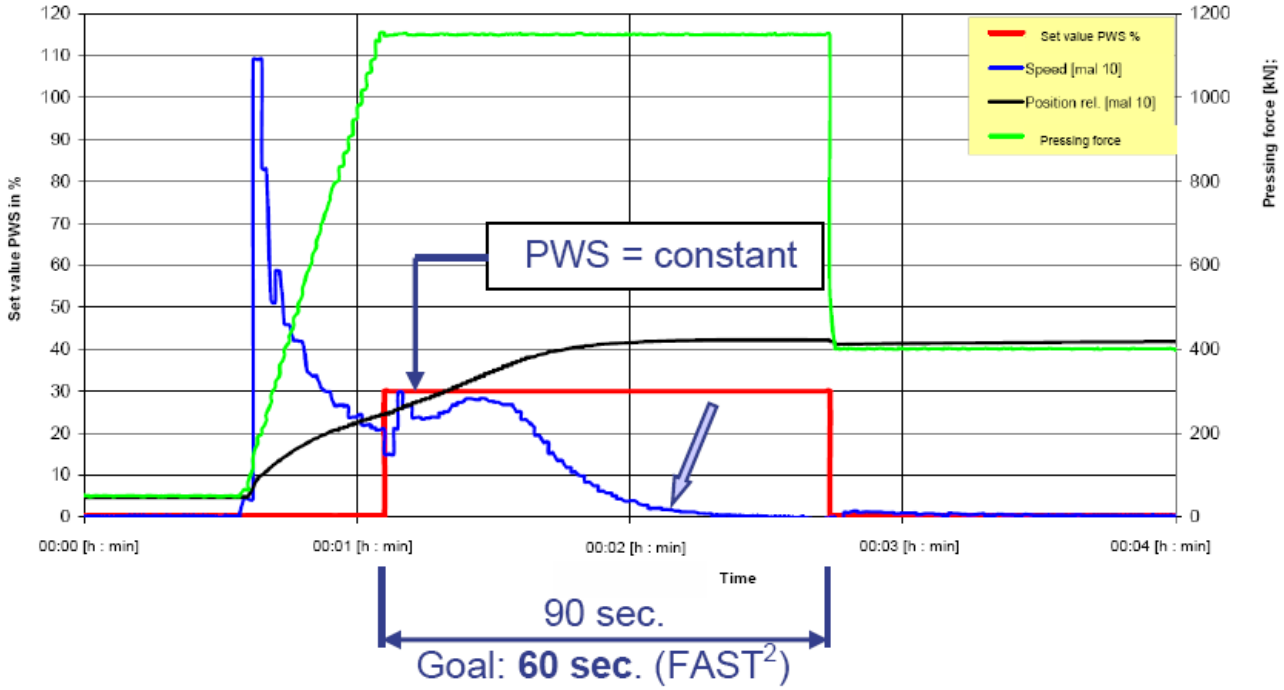


***Рис.**38: Материал: сплав Al/Si, размеры : ∅82 x 25 мм, SPS-спекание в установке HPD 250*

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Новейший проект компании FCT Systeme в области развития электроискрового спекания называется «FAST^2», его цель – дополнительное сокращение длительности цикла (< 10 с), и интеграция с технологией автоматического сухого прессования (TPA-FAST). В данном проекте стимулом для практической реализации лабораторных достижений являются выдающиеся свойства полученных материалов, превосходящие свойства литых изделий.

Материал «карбонитрид титана /оксид алюминия» можно привести как пример смешанной кристаллической керамики, которая широко используется в современном резании закаленных сталей. Плотность >99% была достигнута при оптимизации материала и технологического процесса, при продолжительности активного цикла менее 3 минут. Исследования этих перспективных результатов продолжаются, и ведутся эксперименты с более мелкодисперсным сырьем (см.рис.**39**).

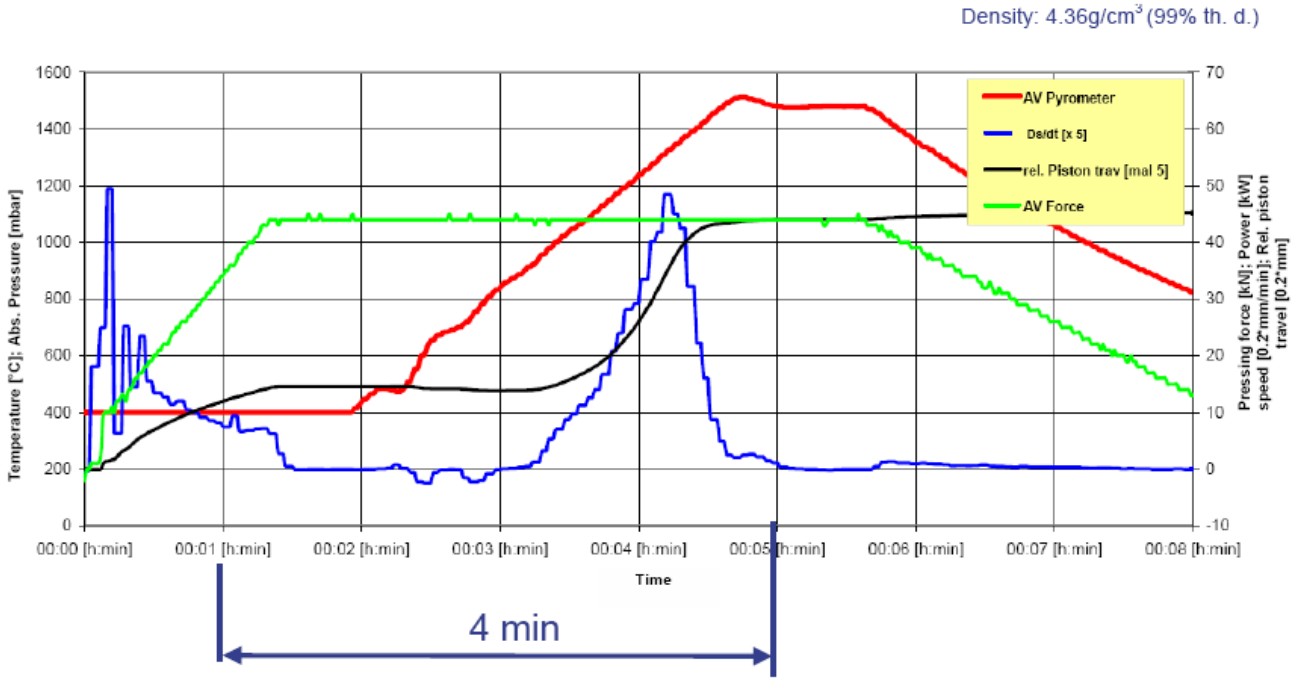


***Рис.**39: Материал: Al_2O_3 (субмикронный) /TiC/N, размеры: ∅40 x 8 мм, SPS-спекание в установке HPD 250*

Существует огромный диапазон неисследованных возможностей для дальнейших экспериментов в области консолидации металлических и неметаллических материалов с помощью технологии FAST [**26**,**27**,**28**,**29**,**30**,**31**]. Подробное описание всех возможностей заняло бы слишком много места.

7 Перспективы

Достигнутые результаты в области FAST-технологии вызвали большой интерес к дальнейшим научным изысканиям, как в области фундаментальных исследований новых материалов и их свойств, так и в сфере практического применения научных достижений. Технология FAST/SPS активнее всего исследуется применительно к таким областям как электротехника, машиностроение, автомобилестроение и медицинские технологии.

На международном уровне в настоящее время проводится масштабный долгосрочный проект НИОКР под названием "Nanoker" (**см.рис.40**), в котором важную роль играет технология FAST, особенно в части консолидации наномасштабных материалов. Немецкие проекты НИОКР на основе технологии SPS для получения наноматериалов с особыми свойствами перечислены в таблице на рис.**41**. Акцент делается на алюминиевые материалы, композиты и комбинированные материалы, в т.ч. градиентные. Растет число

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

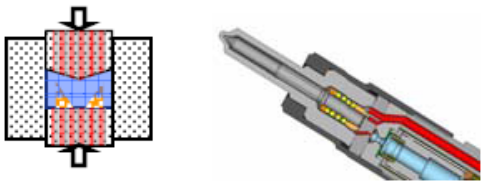
проектов, которые финансируются при поддержке промышленности, и имеют четко очерченные цели по разработке материалов и изделий.

***Рис.**40: Интегрированный европейский проект в сфере нано-науки и нанотехнологии (European Integrated Project on Nanotechnologies and Nanosciences)*

Помимо важной фундаментальной работы по разработке материалов, дальнейшие исследования будут также посвящены получению изделий более сложной формы. До сих по получены только относительно простые изделия (диски, кольца, цилиндры, и т.п.) (**см.рис.42**). Сейчас проводится первый проект по получению изделий с уголками (прямоугольных, квадратных). Основная задача по получению более сложных геометрий (в практически готовом виде) еще предстоит в будущем.

"HPMAT"

Июль 2006 – декабрь 09



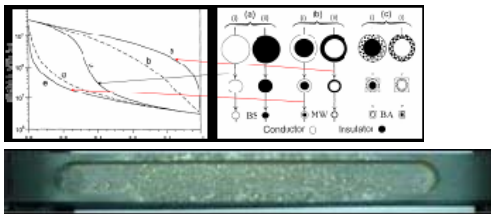
Новые керамо-металлические композиты для систем высокого давления

Например, системы впрыска для дизелей

TU KA, BOSCH

«EVAPORATORS»

Апрель 2006 – июнь 2009

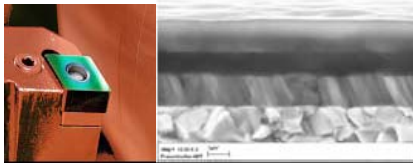


Лодочки для высокотемпературного испарения, например, Cr-Ni.

IKTS, Sintec

"nanoHM"

Июнь 2008 – май 2011

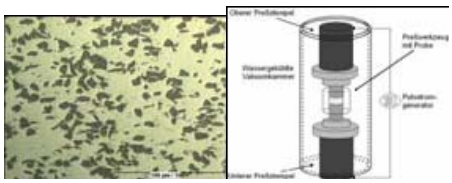


Режущие пластины из нанотекстурных материалов со сверхтвердым покрытием

IKTS Kenna

"SintMMC"

Июнь 2008 – май 2011



Новые, износостойкие металломатричные композиты, спеченные в электрическом поле (FAST)

IFAM Buedia m

***Рис.41**: Немецкие проекты НИОКР с участием компании FCT.*

FCT Systeme GmbH
FCT Group

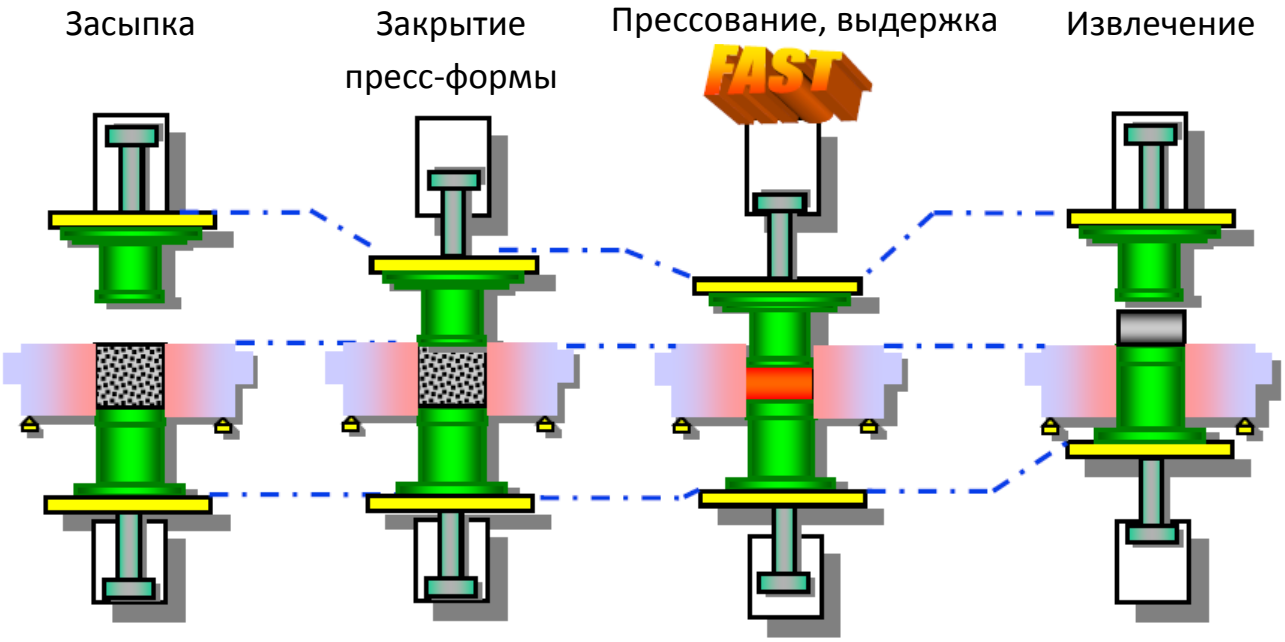
Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

Современные изделия с «простой» геометрией, ∅ до 300мм

Сложнопрофильные изделия в практически готовом виде ("near net shape")

***Рис.**42: Перспективы геометрии изделий*

Поскольку все промышленные пользователи FAST-установок должны работать экономически эффективно, наряду с ростом свойств материалов важно добиться максимального сокращения длительности циклов. Поскольку для массового производства и применения соответствующих изделий требуются адекватные показатели эффективности за единицу времени, метод FAST в настоящее время интегрируется в технологию автоматического прессования сухих порошков (TPA). С одной стороны, это самая сложная из выполнявшихся до сих пор задач по разработке, но она также является наиболее перспективной (см.рис.**43**). Уже имеются первые успехи, но в ближайшие годы предстоит еще много работы. Сейчас разрабатывается система , которая обеспечит более быстрый переход от низких температур (500 °C) к высоким (свыше 2200 °C). Основные требования: воспроизводимость процесса, приемлемые износ (ресурс пресс-формы) и допуски на механическую обработку.



Двухстороннее прессование с FAST-нагревом

FCT Systeme GmbH
FCT Group

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

***Рис.**43: Реализация метода FAST в технологии сухого пресс-автомата (TPA).*

И в данном проекте особый интерес вызывает оптимизация пресс-форм, поскольку форма должна обладать требуемыми механическими и электрическими свойствами, особенно с учетом предполагаемых высоких температур.

Рассматривая любое возможное применение данного процесса требуется учитывать, что несмотря на очевидные уже сейчас преимущества, успех разработки может быть гарантировать только при существенном снижении себестоимости производства и/или столь же существенном приросте свойств материала. Мы с огромным интересом ожидаем появления новых возможностей практического применения этого крайне перспективного процесса.

Библиография

[**1**] Field Assisted Sintering Technology (“FAST”) for the consolidation of innovative materials, J. Hennicke, H.U. Kessel, cfi/Ber.DKG 81 [11] (2004) E14-E16.

[**2**]Effect of porosity on thermal conductivity of Al-Si-Fe-X alloy powder compacts, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, E.H. Bentefour and C. Glorieux, International Journal of Thermophysics, 25 [15] (2004) 1611-1622.

[**3**] Modelling of the temperature distribution during and improvement of the SPS process, A Laptev, K. Vanmeensel, J. Vleugels, O. Van der Biest. Proceedings of the 4th InternationalConference on Science, Technology and Applications of Sintering, August- September 2005, Grenoble, France, CD-ROM p. 130-133.

[**4**] Modelling of the temperature distribution during Field Assisted sintering, K. Vanmeensel, A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels and O. Van der Biest, Acta Materialia, 53 (2005) 4379-4388.

[**5**] Finite Element Simulation of Field Assisted Sintering of WC-Co Hardmetals, K.Vanmeensel, A. Laptev, J. Hennicke, G. Anne, J.Vleugels, O.Van der Biest, Proc. Of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rodhammer and H. Wildner, vol. 2, HM9, 266-282, (2005).

[**6**] Simulation of Temperature Evolution During Field Assisted Sintering of Rapidly Solidified Al-alloy Powder, K.Y. Sastry, K. Vanmeensel, L. Froyen, O. Van der Biest, A. Laptev and J. Hennicke, PM2005, 2-5 October 2005, Prague.

[**7**] Spark Plasma Sintering of Nanometer Sized ZrO2-Al2O3-TiC0.5N0.5 Composites, K. Vanmeensel, S.Y. Kandukuri, J. Hennicke, G. Anne, D. Jiang, J. Vleugels, and O. Van der Biest, EMRS 2004, September 6-10, 2004, Poland.

[**8**]High-Energy Ball-Milling Synthesis and Densification of Fe-Co Alloy Nanopowders by Field-Activated Sintering, R. Nicula, V.D. Cojocaru, M. Stir, J. Hennicke, E. Burkel, Int. Symp. Metastable Nano Mat. (ISMANAM) July 3-7, 2005, Paris.

[**9**] Herrmann, M.; Weise, B.; Sempf, K.; Bales, A.; Raethel, J.; Schulz, I.: “Field assisted sintering of ceramic materials”; Workshop FhG IFAM Dresden, 03/2006.

[**10**] Herrmann, M.; Schulz, I.; Shen, Z.: “Nano-Si3N4 materials produced by SPS and conventional hot pressing”; presentation at CIMTEC 2006.

[**11**] Nygren, M.; Shen, Z.: “Novel assemblies via spark plasma sintering”; Silic. Ind. Spec. Issue Vol. 69; 2004 211-218.

[**12**] Shen, Z.: “Spark plasma sintering of ceramics with tailored microstructures”; Seminar IKTS Dresden, 2004.

[**13**] B. Basu; J.K. Lee,D.Y. Journal of the American Ceramic Society (2004), 87(9), 1771- 1774.

[**14**] Sintering Behaviour of Low Co Content cBN-WC/Co Composites by Either GEHIP or FAST, J. Echeberria, V. Martinez, J.M. Sanchez, L. Bourgeois,G. Barbier and J. Hennicke, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rodhammer and H. Wildner, vol. 2, HM23, 434-448, (2005).

[**15**] Echeberria, J.; Martinez, V.; HM23; 434-447.

[**16**] Shi, Xiaoliang; Shao, Gangqin; Duan, Xinglong; Yuan, Runzhang. Rare Metals (Beijing, China) (2006), 25(2), 150-155.

[**17**] Nygren, M.; Shen, Z.: Adv. Mater. 13; 2001; 214-216.

[**18**] Sempf, K.; Diploma work FhG IKTS/ TU- Dresden; 2006.

[**19**] Herrmann, M.; Schulz, I; Zalite, I.: “Materials based on nanosized β-Si3N4-composite powders”; J. Europ. Ceram. Soc. 24; 2004; 3327-3335.

Gewerbepark 16
96528 Rauenstein / Germany
Phone: +49 36766 824-0
Fax: +49 36766 824-150
info@fct-systeme.de
www.fct-systeme.de

[**20**] Personal communication, FhG IFAM Dresden.

[**21**] Personal communication, FhG IKTS Dresden.

[**22**] Mechanical milling and Field Assisted sintering consolidation of nanocrystalline Al-Si-Fe-X alloy powder, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest, R. Schattevoy and J. Hennicke, Reviews on Advanced Materials Science 8 (2004) 34-40.

[**23**] PM brings out the best form from complex aluminium alloys, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest. Metal Powder Report 59 [15] (2004) 44-47.

[**24**] Simulation of Temperature Evolution During Field Assisted Sintering of Rapidly Solidified Al-alloy Powder, K.Y. Sastry, K. Vanmeensel, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest, A. Laptev and J. Hennicke, Euro PM2005 Powder Metallurgy Congress & Exhibition, Prague October 2005, EPMA, Volume 1, p. 99-105. (ISBN 1899072 18 7).

[**25**] Personal communication, Powder Light Metals.

[**26**] Densification of Nanocrystalline Ti(C,N) Powders with Nickel Aluminide Binder Phases: Field Assisted Sintering (FAST) vs. Glass Encapsulated HIP, M. Alvarez, J.M. Sanchez, J. Etxeberria, L. Bourgeois, G. Barbier and J. Hennicke,. Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rodhammer and H. Wildner, vol. 2, HM22, 419-433, (2005).

[**27**] Development of CDCC Composites by either GE-HIP or Field Assisted Sintering Technology, L. Bourgeois, G. Barbier, J. Hennicke, H.-U. Kessel, V. Martinez, J. Echeberria, J.M. Sanchez and P. Harden, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rodhammer and H. Wildner, vol. 2, HM46, 684-698, (2005).

[**28**] Hot Pressing and Spark Plasma Sintering of Si3N4-SiC Nanocomposites, I. Zalite, N. Zhilinska, J. Grabis, P. Sajgalik, R. Kirchner, G. Kladler, Nano 05, Brno, Nov. 8-10, 2005 (www.fme.vutbr.cz/nano05.

[**29**] Field Assisted sintering of electro-conductive ZrO2-based composites, K. Vanmeensel, D. Jiang, J. Vleugels and O. Van der Biest, Submitted to the 9th Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, June 2005, Portoroz, Slovenia (see: http://www.ecers2005portoroz.com.

[**30**] Densification of Nanocrystalline Ti(C,N) Powders with Nickel Aluminide Binder Phases using Field Assisted Sintering (FAST), M. Alvarez and J.M. Sanchez, submitted for publication to J. Amer. Ceram. Soc.

[**31**] Field Assisted Sintering of Cubic Boron Nitride Dispersed Cemented Carbide (CDCC) Composites, K. Vanmeensel, J. Echeberria, J.M. Sanchez, V. Martinez, L. Bourgeois, J. Hennicke, H.-U. Kessel, P. Harden, O. Van der Biest, J. Vleugels, EuroPM 2006.