

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ V LIBERCI

nositelka Řádu práce

Fakulta strojní

Katedra sklářských a keramických strojů

ZHUTŇOVÁNÍ PRÁŠKU Al_2O_3 IZOSTATICKÝM LISOVÁNÍM

Kandidátská disertační práce

Aspirant: Ing. František Novotný

Školitel: Doc. Ing. Oldřich Krejčíř, CSc

Liberec, prosinec 1980

Prohlašuji, že jsem kandidátskou disertační práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

flornduy

OBSAH

	strana
Přehled označení	5
Úvod	9
1. Přehled o současném stavu problematiky, která je předmětem disertace a odborné literatury, jež se zabývá zkoumanými otázkami	12
1.1 Teoretické poznatky o zhutňování keramických prášků	13
1.1.1 Kvalitativní popis mechanismu zhutňování stlačováním	14
1.1.2 Možnosti kvantitativního popisu procesu zhutňování	16
1.2 Zhutňování při izostatickém lisování	34
1.2.1 Základní parametry ovlivňující proces izostatického lisování a jeho výsledek	37
1.3 Shrnutí poznatků o zhutňování	45
2. Cíl disertace	47
3. Zvolená metoda zpracování	49
4. Vztah materiálových vlastností prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a vlastností izostaticky lisovaných výlisků	50
4.1 Charakteristika použitých prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	50
4.2 Volba výstupních veličin a metody jejich určování	56
4.2.1 Objemová hmotnost	56
4.2.2 Ohybová pevnost	60
4.3 Výběr nezávisle proměnných faktorů	62
4.3.1 Vlastnosti prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	62
4.3.2 Lisovací tlak	63
4.3.3 Okrajové podmínky napjatosti a přetvoření	66
4.4 Experimentální postup s vyhodnocením výsledků	66
4.4.1 Experimentální postup a vyhodnocení I. etapy	66
4.4.2 Matematický model závislosti ohybové pevnosti trubíc na lisovacím tlaku a měrném povrchu prášku	73

	strana
4.4.3 Kompresní rovnice prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	85
4.5 Shrnutí výsledků	90
5. Model zhutňování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	91
5.1 Odvození modelu zhutňování	91
5.1.1 Matematická formulace přírůstkového vztahu	91
5.1.2 Aplikace modelu pro případy osově souměrné napjatosti	98
5.1.3 Interpretace modelu aplikací teorie mezní plochy stavu	102
5.1.4 Princip zjišťování parametrů modelu	103
5.2 Experimentální stanovení parametrů modelu	105
5.2.1 Charakteristiky zpevnění $\beta(e)$ a $k(e)$	105
5.2.2 Zkoušky v tříosém přístroji	106
5.2.3 Vyhodnocení naměřených hodnot	112
5.3 Ověřování platnosti modelu	119
5.3.1 Určování napjatosti rotačně souměrných výlisků při rovinném přetvoření	119
5.3.2 Odvození kompresní křivky výlisků trubic	120
5.4 Aplikace modelu pro specifikaci podmínek lisování trubic	122
5.4.1 Vzpěrné namáhání trnu	122
5.4.2 Rozbor důsledků deformací trnů pro výmět trubic	125
Závěr	128
Seznam použité literatury	134

PŘEHLED OZNAČENÍ

A	koeficient, parametr
dA	přírůstek plastické práce
$a, \bar{a}$	regresní koeficient
a_1, a_2	koeficienty Cooper - Eatonovy rovnice
B	koeficient, pomocná proměnná
b	regresní koeficient
C	koeficient
$c, \bar{c}$	regresní koeficient
D	dilatanční faktor, koeficient, průměr vzorku /plunžru/
D_σ	deviátor napjatosti
d	průměr vzorku, průměr plunžru
d_{v_2}	průměr válcového vzorku
E	modul pružnosti
E_1	absolutní chyba
e	číslo pórovitosti, excentricita
e_0	počáteční číslo pórovitosti
F	síla, Fisherovo rozdělení / $= \frac{s_1^2}{s_2^2}$ /
$F_\alpha(v_1, v_2)$	kritické Fisherovo rozdělení na hladině významnosti α
f	frekvence
$f(\sigma_{ij}, \nu)$	plastický potenciál
H	výška vzorku
J_1, J_{II}, J_{III}	základní invarianty tenzoru napjatosti
J'_{II}	druhý invariant deviátoru napjatosti
J_y	osový moment setrvačnosti
K	pomocná proměnná

K_{σ}	sférický tenzor napjatosti
k	konstanta, mez pevnosti ve všesměrném tahu
$k(e)$	autohezní složka zpevnění
k_1, k_2, k_1', k_2'	exponenty Cooper - Eatonovy funkce
l	délka, vzdálenost
M	smykový parametr / $= \frac{3}{\sqrt{2}} \tan \phi_r$ / , pomocná proměnná / $= \mu^2$ /
M_0	ohybový moment
N	pomocná proměnná
n	pórovitost, exponent, smykový index
P	pomocná proměnná, povrch vzorku
p, p_0	parametr napětí / $= \frac{J_1}{3}$ / a jeho počáteční hodnota
p_L, p_{Lmax}	lisovací tlak a jeho maximální hodnota
p^2	parametr / $= \frac{F}{E \cdot J_y}$ /
q	parametr napětí / $= \sqrt{3/2 \cdot J_{II}}$ /
S	měrný povrch, transformovaná hodnota napětí
s_1^2	rozptyl kolem regresní čáry
s^2	reziduální rozptyl /rozptyl experimentální chyby/
s_{12}^2	rozptyl příslušný interakci
T	transformovaná hodnota napětí
t	doba, tloušťka
V	objem vzorku
$V(p_L)$	okamžitý objem při tlaku p_L
V_0	počáteční objem
V_{∞}	objem pevné fáze
v	měrný objem
W_0	průřezový modul v ohybu
w	relativní vlhkost

x	velikost částic
$\bar{x}_{50}$	vypočtená střední velikost agregátů
$\bar{x}_{NE}$	vypočtená střední velikost základního zrna
y_{ij}	hodnota výstupního kritéria
α	hladina významnosti
α_i	statistický efekt
$\beta, \beta(e)$	parametr plastického potenciálu
β_0, β_1	parametry pracovního zpevnění
β_i	statistický efekt
Γ	relativní objem při jednotkovém tlaku $/ = \Gamma' + 1 /$
γ	konstanta $/ = \frac{2}{3} /$
γ_{oct}^p	oktaedrické plastické posunutí
δ	funkce deformačního zpevnění
δ_{ij}	Kroneckerovo delta
δ_L	relativní objemová hmotnost
ε_{oct}^p	normální oktaedrické plastické přetvoření $/ = \varepsilon_v^p /$
$\varepsilon_I, \varepsilon_{II}, \varepsilon_{III}$	základní invarianty tenzoru přetvoření
$d\varepsilon_a, d\varepsilon_r$	přírůstek osového a radiálního přetvoření
$d\varepsilon_v, d\varepsilon_v^p$	přírůstek celkového a plastického objemového přetvoření
$d\varepsilon_{ij}^e$	přírůstek elastického přetvoření
$d\varepsilon_{ij}^p$	přírůstek plastického přetvoření
$d\varepsilon_{ij}$	přírůstek celkového přetvoření
$d\bar{\varepsilon}^p$	parametr přírůstku deviátoru plastického přetvoření
η	parametr napětí $/ = \frac{q}{p} /$
ϑ	poměr $/ = \frac{\sigma_I}{\sigma_K} /$, resp. poměr $/ = \frac{\sigma_{p_0}}{p_L} /$
θ	úhel anizotropie napjatosti
θ_p	horní hranice θ /bez porušení vzorku/

Θ_{PS}	úhel anizotropie napjatosti při $d\varepsilon_a = 0$
Θ_r	úhel anizotropie napjatosti při $d\varepsilon_v^p = 0$
Θ_{UA}	úhel anizotropie napjatosti při $d\varepsilon_r = 0$
κ	součinitel pružného stlačení
κ	poměr $/ = \frac{\sigma_a}{\sigma_r}$ / při $d\varepsilon_a = 0$
λ	součinitel celkové hydrostatické stlačitelnosti
$d\lambda$	parametr > 0
μ	průvodič
ν_σ	Lodeho parametr napětí
ν_1, ν_2, ν_r	počet stupňů volnosti
ξ	součinitel bočního tlaku, tlaku v klidu
ϱ	objemová hmotnost
ϱ_K	objemová hmotnost po konsolidaci
ϱ_T	teoretická hustota
σ	napětí
$\sigma_a, \sigma_r, \sigma_t$	axiální, radiální a obvodové normální napětí
σ_{ij}	tenzor napětí
σ'_{ij}	deviátor napětí
$\bar{\sigma}'_{ij}$	směrový tenzor napjatosti
σ_K	konsolidační tlak
σ_{oct}	oktaedrické normální napětí
σ_{p_0}	mez pevnosti v ohybu
σ_T	mez pevnosti prášku v tahu
$\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$	hlavní napětí
τ_{oct}	oktaedrické tečné napětí
φ	vrcholový /statický/ úhel vnitřního tření
Φ_μ	intergranulární úhel vnitřního tření
Φ_r	reziduální úhel vnitřního tření

ÚVOD

Požadavky národního hospodářství za současného bouřlivého rozvoje vědy a techniky přinášejí nutnost hledat uplatnění nových nekonvenčních materiálů tam, kde dosud užívané osvědčené materiály jsou brzdou kvalitativního rozvoje příslušného odvětví. Klasickým příkladem je uplatnění keramických materiálů ve strojírenství, v energetice nebo při rozvoji součástkové základny elektroniky, což je provázeno intenzivním vývojem nových speciálních kysličníkových materiálů s řadou vynikajících vlastností na jedné straně, na druhé straně je výzkum veden snahou podat vývojem a aplikací nových netradičních technologií klasickým materiálům takové vlastnosti, které posunou hranici jejich užité hodnoty.

Zároveň se ukazuje, že dnes je mnohdy menší problém realizovat v rámci základního výzkumu nový materiál v laboratorním měřítku, než připravit podmínky pro jeho hromadnou výrobu. Proto je zřejmé, že urychlená aplikace výsledků základního výzkumu, t.j. zkrácení cyklu výzkum-vývoj-výroba-užití, které bylo prezentováno 18. zasedáním ÚV KSČ jako jeden z hlavních úkolů nastávající 7. pětiletky, je nutnou podmínkou efektivity vědeckovýzkumné práce. Tento trend přináší nutnost řešení celé řady problémů technologického rázu a samozřejmě také neustále se zvyšující nároky na stroje a zařízení.

Z tohoto hlediska typickým příkladem, a navíc jednou z cest k významné úspoře elektrické energie v národohospodářském měřítku, je zavádění hromadné výroby vysokotlakých sodíkových výbojek, moderních vysoce efektivních svítidel se světelnou účinností přes 100 lm W^{-1} /oproti 55 lm W^{-1} u klasických rtuťových výbojek/ a velmi dobrým barevným podáním. Výbojová trubice, tzv. hořák výbojky, je během provozu vystaven chemicky agresivnímu působení sodíkových par při pracovních teplotách až 1200°C , během spínání pak teplotním rázům, což klade extrémní nároky na materiál hořáku. Oba uvedené důvody pak vylučují použití hořáku ze skla.

Uspokojivé řešení přinesla teprve aplikace průsvitného keramického materiálu - transparentního korundu, který byl poprvé připraven podle prací COBLA /8/. Jde o špičkovou, technologicky velmi náročnou výrobu, která je prozatím v měřítku velkoseriové výroby zvládnuta jen několika málo světovými firmami, jako např. americkou General Electric Co., Norton Co., nebo japonskou NGK Insulators Ltd. Význam problematiky nadto podtrhuje skutečnost, že na zavedení seriové výroby v plném měřítku závisí uplatnění naší produkce v rámci RVHP. Její řešení je proto zahrnuto do státního plánu technického rozvoje a na základě dohody o spolupráci s k.p. Tesla Holešovice se na něm podílí i katedra sklářských a keramických strojů VŠST v Liberci.

V ČSSR byl výzkum a vývoj transparentního korundu pro trubice prováděn na konci 60. let ve VÚEK Hradec Králové /22, 23, 24, 25/. Na základě uvedených výzkumných prací byly formulovány požadavky na výchozí surovinu a vlastnosti finálního střepu, což je jednak transparence, jednak vhodné mechanické vlastnosti /pevnost a odolnost proti teplotnímu rázu/.

Ukázalo se, že pevnost i transparence souvisejí se zvládnutím postupů, které umožňují řídit mikrostrukturu polykrystalického materiálu. Pro dosažení transparence a splnění pevnostních požadavků je dominantním faktorem střední velikost zrna slinutého materiálu, rovnoměrná struktura a praktická eliminace pórů. Při výrobě slinutého korundu se vychází z prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, který po vytvarování slinuje za vysokých teplot. Vhodnou volbou teploty, výdrže a pecní atmosféry lze dojít k jemnozrnným materiálům se střední velikostí zrna cca $1\text{ }\mu\text{m}$ a pevností v ohybu až 600 MPa, vysoce odolných vůči otěru ale netransparentních, nebo k materiálům hrubozrnnějším se střední velikostí zrna 10 - 30 μm , které jsou transparentní /propustnost 90%/, avšak mají sníženou pevnost na cca 150 MPa. Dosahovaná objemová hmotnost transparentního korundu je minimálně $3,98 \cdot 10^3\text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Výlučně se zřetelem ke kvalitě finálního výrobku byly formulovány kvantitativně /56/ podmínky jeho přípravy a technologický postup výroby izostatickým lisováním /32/. Provozní zkušenosti však ukazují, že tento postup není optimální.

Vzhledem k značným problémům v mechanických operacích technologického postupu výroby, především z důvodů kolísání materiálových vlastností prášku, obtíží při plnění prášku do forem před vlastním lisováním a značného výmětu syrových výlisků, je nutné podrobněji analyzovat proces zhutňování při izostatickém lisování a jeho výsledek. V souladu s LACHOVÝM /37/ " novým konceptem keramiky " je tedy nutno definovat proces tvorby a výslednou mikrostrukturu syrového střepu, která je rozhodujícím činitelem pro mikrostrukturu finálního výrobku.

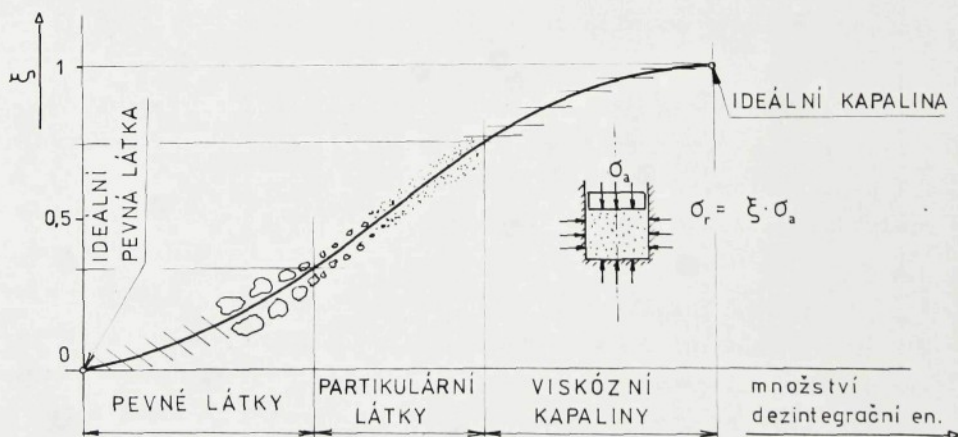
V předložené práci je řešena problematika zhutňování suchého, vysoce disperzního prášku Al_2O_3 v jeho α -modifikaci při izostatickém lisování tak, aby byl objasněn probíhající proces a souvislost vlastností syrového střepu po vylisování /jeho mikrostruktury/ k materiálovým a mechanickým proměnným. V teoretické části práce je proveden rozbor možností kvantitativního popisu procesu zhutňování a specifikace tohoto popisu pro podmínky izostatického lisování formulací modelu zhutňování. Dále je rozpracována obecněji platná metodika stanovení parametrů modelu zhutňování a navrhovaný model aplikován pro stanovení vztahů napjatosti a přetvoření při izostatickém lisování ve speciálních případech. Experimentálně jsou popsány vlivy, které se uplatňují při izostatickém lisování trubic.

Výsledky práce jsou formulovány tak, aby byly na jedné straně použitelné nejen pro izostatické lisování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, ale i pro popis zhutňování jiných keramických /i kovových/ prášků a zároveň jsou uváděné závěry konkretizovány pro přímou aplikaci při racionalizaci výroby trubic pro vysokotlaké sodíkové výbojky.

1. PŘEHLED O SOUČASNÉM STAVU PROBLEMATIKY, KTERÁ JE PŘEDMĚTEM DISERTACE A ODBORNÉ LITERATURY, JEŽ SE ZABÝVÁ ZKOUMANÝMI OTÁZKAMI

Zhutňování keramických prášků je komplikovaný mechanický proces provázený strukturálními změnami, t.j. změnami v pohybové autonomii částic prášku, spojený s kontrakcí objemu. Možnosti prognózy výsledného efektu procesu zhutňování jsou podmíněny nejen znalostí strukturního uspořádání před, ale i jeho změn během a po zhutňovacím procesu.

Při hodnocení procesu zhutňování keramického prášku je nutné mít na zřeteli, že zpracovávaná hmota má zvláštní charakter určený tím, že se jedná o typickou disperzní látku. Hlavní disperzní fázi přitom tvoří částice pevné látky, dále kapalina a vzduch. Podle zastoupení těchto fází se disperze blíží svými vlastnostmi k pevným látkám, kapalinám nebo plynům. Velmi ilustrativní je hodnocení těchto partikulárních /částicových/ látek podle velikosti součinitele bočního tlaku ξ /obr. 1.1/.



Obr. 1.1 Závislost součinitele bočního tlaku ξ na charakteru látky - podle KÉZDIHO /31/; σ_a - osový tlak, σ_r - radiální tlak

Výraznou vlastností keramických prášků, jako látek partikulárního charakteru, je konsolidační schopnost, t.j. stlačitelnost s převahou plastického přetvoření. V důsledku omezené pohybové autonomie částic /vnitřního tření/ má proces výrazně disipativní charakter /2/. Při popisu tohoto procesu provázeného strukturálními změnami je nutné s uvedenými zvláštnostmi počítat a plně je respektovat.

1.1 Teoretické poznatky o zhutňování keramických prášků

Řešení problematiky zhutňování není vlastní jen keramické technologii, ale zabývá se jí řada příbuzných oborů, jako prášková metalurgie, mechanika zemin, farmacie a jiné. Rozdíly jsou v metodickém přístupu k řešení problematiky a také ve formulaci cílů vypracovávaných teorií.

Kvalitativně nejvyšší úroveň mají v tomto pohledu teorie mechaniky zemin, které vycházejí převážně ze strukturních hledisek, na kterých staví své fyzikální i matematické modely a také experimentální práce, s cílem specifikovat deformace k dané napjatosti.

Teorie práškové metalurgie jsou vedeny cílem nalézt podmínky pro žádoucí kontrakci objemu /minimalizovat pórovitost/ se snahou po rovnoměrné prolisovatelnosti, dosažení maximálních pevností syrových výlisků a zajištění řady kvalitativních vlastností finální produkce.

Zhutňování keramických prášků /ve speciální kysličníkové keramice především/ řeší příbuznou problematiku jako prášková metalurgie, avšak charakterem zpracovávané hmoty má blíže k mechanice zemin, přitom používá v největší míře empirická východiska, která ztěžují reprodukovatelnost a omezují platnost prováděných závěrů /48/.

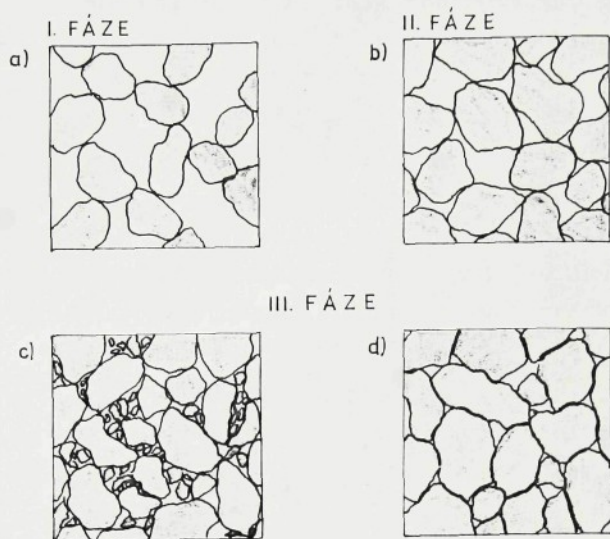
Následující rozbor je veden snahou stručně konfrontovat tyto odlišné přístupy a upozornit na vlivy, které rozhodujícím způsobem ovlivňují průběh procesu zhutňování.

1.1.1 Kvalitativní popis mechanismu zhutňování stlačováním

Proces zhutňování stlačováním má několik kvalitativně odlišných stádií s rozdílným mechanismem konsolidace. Jednotliví autoři konsolidačních teorií se liší nejen klasifikací počtu, ale také hlediskem, kterým hodnotí kvalitativní odlišnosti jednotlivých stádií procesu.

BALŠIN, MEERSON, SEELIG a další autoři v oboru práškové metalurgie /2/ ohraničují jednotlivé fáze procesu zhutňování v souvislosti s kvalitativními změnami kontaktů. Obecným rysem všech fází této teorie je vyrovnávání tlaku v kritických /kontaktních/ průřezích, lisovací tlak přitom koná nevratnou deformační práci, která se spotřebovává na překonání vnitřního tření. Jednotlivá stadia hodnotí podle charakteru závislosti kontaktního napětí a pevností kontaktních můstků, přičemž rozlišují tři kvalitativně odlišné fáze procesu /obr. 1.2/ :

- I. fáze - Je spojena s existencí tzv. můstkové struktury a s postupnou likvidací makropórů, přičemž na změně struktury se podílí jen malá část kontaktů. Výrazná je role pružného zatěžování a přenášení zatížení na kontakty okolní. Tento proces lokálního odlehčování usnadňuje vlastní zhutňování a tato fáze je provázena nejvýraznějšími objemovými změnami.
- II. fáze - Dochází k progresivnímu zvětšování koordinačního čísla /zvětšuje se počet kontaktů/ a roste kontaktní plocha, přitom dochází ke změnám konfigurace částic, a tím k procesu záměn fixních a kluzných kontaktů při současné kontrakci objemu.
- III. fáze - Odpovídá maximálním tlakům, kdy většina kontaktů je fixních, jejich pohyblivost je prakticky vyčerpána a plastické přetvoření souvisí s plastifikací většího objemu zrn.



Obr. 1.2 Rozlišení jednotlivých stadií procesu zhutňování

FEDA /14/ charakterizuje také tři kvalitativně odlišné fáze procesu zhutňování stlačováním, přičemž při jejich hodnocení vychází z rozsahu strukturálních změn:

- I. fáze - Tzv. primární konsolidace, kdy se látka chová jako porézní kontinuum /např. stlačování částečně sli nutého vzorku/. U sypkých a málo soudržných látek se tato fáze prakticky neuplatňuje /většina keramických prášků/.
- II. fáze - Nastává porušení kontaktních vazeb a zvětšení počtu kontaktů kluzných /změna křehkých vazeb na třecí/ a zároveň pronikavé zmenšení velikosti strukturních jednotek - převaha intergranulárního porušení.
- III. fáze - Mizí pohybová autonomie částic, význam kontaktních vazeb roste a dochází k významné plastické deformaci zrn a zároveň roste podíl intragranulárního porušení.

Je zřejmé, že druhá fáze zhutňovacího procesu tohoto mechanismu zahrnuje první dvě fáze procesu popisované BALŠINEM. Třetí fáze má identický význam v obou pojetích, avšak má rozdílný průběh pro křehké materiály /keramické kysličníkové prášky - obr. 1.2 c/ a plastické materiály /kovové prášky - obr. 1.2 d/.

Pro křehké materiály dochází ve třetí fázi k fragmentaci případně destrukci částic /9/, a tím k postupné regeneraci kluzných kontaktů. Třetí fáze tak přechází v druhou a naopak /48/. Tento jev, který je pro křehké chování prášků charakteristický, bývá označován jako kataklastická fáze zhutňování /14/.

U tvárných materiálů dochází ve třetí fázi k intenzivnímu růstu plochy kontaktních můstků, kontaktní tření přitom roste a kontakty se fixují. Potom dochází k postupnému vyplňování pórů plastickou deformací.

1.1.2 Možnosti kvantitativního popisu procesu zhutňování

Výše provedený rozbor vychází převážně z empirických podkladů bez snahy po teoretické nebo alespoň kvantitativní interpretaci popisovaného procesu.

Snaha po vytvoření kvalifikovaného modelu vedla k řadě teorií více či méně výstižně popisujících reálné chování částicových látek /prášků/. Odlišnosti jsou především v přístupu k formulaci teorií, které v zásadě mohou mít strukturní nebo fenomenologický základ, přičemž první případ vychází ze statických a deformačních vztahů mezi jednotlivými částicemi elementárního objemu částicové látky obsahujícího několik částic. Nalezené vztahy pak zobecňují na celý objem vzorku přechodem od diskrétního rozdělení kontaktních sil ke spojitě definovanému prostředí. Ve druhém případě se vzorek pokládá za kvazikontinuum, neboť se přímo operuje pojmy spojitého napětí a přetvoření. Vliv struktury se projevuje charakterem a velikostí fyzikálně mechanických parametrů konstitučních vztahů.

A. Strukturní modely

Nejrozšířenější monodispersní deterministické modely nejčastěji složené z koulí /většinou skleněných nebo olověných/, vedou k řadě dominantních struktur /pravidelných uspořádání/ se stabilním počtem kontaktů částic a nutným předpokladem konstantní ulehlosti a fixního uspořádání kontaktů.

HENDRON a obecněji RAJU in /13/ podávají teoretické vztahy pro řešení pevnostních otázek, např. pro definici vrcholového úhlu vnitřního tření, při určování součinitele bočního tlaku v klidu ξ v závislosti na úhlu interpartikulárního tření Φ_μ a úhlu α , který svírá normála ke kontaktní rovině koulí a vodorovná plocha. Pro prognózu vztahu napjatosti a přetvoření reálné sypké látky, tedy i pro popis zhutňování jsou jejich vztahy nevhodné, neboť absence intergranulárního přetvoření /klouzáni zrn a pohyblivost kontaktů/ modelového prostředí je z fyzikálních důvodů nepřijatelná a je zdrojem až o dva řády menších přetvoření oproti reálným látkám.

ROWE /53/ podal a rozvinul tzv. teorii dilatantního chování, vycházející ze statických a geometrických podmínek při aplikaci termodynamického principu minima disipační práce. Teorie vede v případě osově symetrické napjatosti, když $\sigma_a > \sigma_r$, při tlakové trojosé zkoušce ke vztahu

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_r} = \left(1 - \frac{d\varepsilon_v^p}{d\varepsilon_s^p} \right) \cdot \operatorname{tg}^2 \left(\frac{\pi}{4} + \frac{\Phi_\mu}{2} \right) \quad /1.1/$$

kde $d\varepsilon_v^p$ je přírůstek objemového a $d\varepsilon_s^p$ osového plastického přetvoření a Φ_μ je úhel interpartikulárního tření. Vztah /1.1/ platí pro případ, že se zrna nedrtí. V případě drcení zrn je platný korigovaný vztah

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_r} = D \cdot \operatorname{tg}^2 \left(\frac{\pi}{4} + \frac{\Phi_r}{2} \right) \quad /1.2/$$

kde $D = 0 - 2$ je dilatantní faktor a $\Phi_r > \Phi_\mu$ je reziduální úhel vnitřního tření platný při $d\varepsilon_v^p = 0$.

stlačování, kdy $p_L = \sigma_H$. V jiných případech je vždy napjatost aplikovaná na vzorcích složitější, což kompresní rovnice nedovolují postihnout.

Praktická důležitost kvantitativního popisu procesu zhutňování a zároveň prakticky nemožné obecné analytické vyjádření, plně respektující mechanismus zhutňování, vysvětluje převážně empirický přístup, simultánní existenci a použitelnost značného množství kompresních rovnic. Tyto rovnice mají značně omezený rozsah platnosti, neboť jsou zaměřeny vždy na popis prokazatelně nejvýraznějších rysů zhutňovaného prášku.

Poloempirická východiska, která slouží k odvození těchto rovnic, mají kvalitativně společný základ. Liší se však vysvětlitelním vazby na strukturální přeměny během lisování. Např. FEDA /14/ vychází z analogie se vztahy mechaniky pevných látek, přičemž rozdíly mezi jednotlivými kompresními rovnicemi vyvozuje z rozdílů v definici tzv. objemového modulu přetvárnosti. BALŠIN /2/ spojuje objemové změny, které závisejí na použitém lisovacím tlaku s kvalitativními změnami kontaktů a závislost objemového modulu přetvárnosti na tlaku pokládá za analogickou se závislostí kritické kontaktní plochy na vnějším tlaku. COOPER a EATON /9/ respektují svým vztahem kvalitativní odlišnosti jednotlivých stádií procesu zhutňování, přičemž tato stádía charakterizují vždy určitým typem pórů, kterým přisuzují jisté statistické rozdělení jejich počtu /resp. objemu/, v závislosti na tlaku. Celková objemová změna je potom součtem parciálních objemových změn příslušejících distribucí jednotlivých typů pórů.

Orientace v kompresních rovnicích je ztížena nejen jejich množstvím /několik desítek/, ale také formou jejich vyjádření, neboť se liší vztažnými veličinami /viz tab. 1.1/, kterými je vyjadřován vztah mezi objemovou deformací a aplikovaným tlakem.

V řadě publikací, např. /48,49 a 58/, je provedena podrobná konfrontace jejich platnosti a vzájemných vztahů. Z hlediska systematického přístupu jsou cenné práce KAWAKITY, např. v /30/,

neboť provedl podrobný přehled rovnic různých autorů s rozбором jejich vzájemných souvislostí. K vyjádření užil jednotně objemové charakteristiky V_0 , $V(p_L)$ a V_∞ . Ještě lepším ukazatelem vztahů mezi rovnicemi je užití jednotného srovnávacího kritéria, kterým může být např. rychlost úbytku pórovitosti - $\frac{dn}{dp_L}$, jak je zřejmé z tab. 1.II.

TABULKA 1.I Vztahy popisující zhutnění

Název	Označení	Definice a přepočtní vztahy
Relativní objem.hmotnost	δ_L	$\delta_L = \frac{\rho}{\rho_T} = \frac{V_\infty}{V} = \frac{1}{v}$
Relativní objem	v	$v = \frac{V}{V_\infty} = \frac{1}{\delta_L}$
Relativní změna objemu	ϵ_v	$\epsilon_v = \frac{V_0 - V}{V_0}$
Pórovitost	n	$n = \frac{V - V_\infty}{V} = \frac{e}{e + 1} = \frac{e}{v}$
Číslo pórovitosti	e	$e = \frac{V - V_\infty}{V_\infty} = v - 1 = \frac{n}{1 - n}$

V ... počáteční objem; $V=V(p_L)$ objem při lisování tlakem p_L ;

$V_\infty = \lim_{p_L \rightarrow \infty} V$ objem pevné fáze /monokrystalu/.

Matematicky lze sice formulovat nejrůznější vztahy, které více nebo méně přesně vystihují fyzikální podstatu procesu, avšak ve většině případů je pro rozlišení jejich užívání rozhodující jednoduchost vyjádření /7/ a ne přesnost, s kterou fyzikálně proces zhutňování postihují. Je však nutné brát v úvahu, že matematicky

TABULKA 1.II Přehled a porovnání kompresních rovnic

Autor	Tvar rovnice	Srovnávací vztah
Balšín I	$\ln p_L = -c_1 \left(\frac{V}{V_\infty} \right) + c_2$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_1 \cdot (1-n)^2 \cdot p_L^{-1}$
Balšín II	$\ln p_L = -c_3 \ln \frac{V}{V_\infty} + c_4$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_2 \cdot (1-n) \cdot p_L^{-1}$
Berežnoj	$\frac{V - V_\infty}{V} = c_5 \cdot \ln p_L + c_6$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_3 \cdot p_L^{-1}$
Smith	$\frac{1}{V} - \frac{1}{V_0} = c_7 \cdot p_L^{1/3}$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_4 \cdot p_L^{-2/3}$
Murray	$\ln \frac{V}{V - V_\infty} = c_8 \cdot \left(\frac{V}{V - V_\infty} \right)^{1/3} + c_8 p_L$	
Ballhausen	$\ln \frac{V}{V - V_\infty} = c_{10} p_L + \ln c_{11}$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_5 \cdot (1-n) \cdot n$
Athv Konopický	$\frac{V - V_\infty}{V} = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} \exp(-c_{12} p_L)$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_6 \cdot n$
Jones	$\ln p_L = c_{13} \left(\frac{V}{V_\infty} \right)^2 + c_{14}$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_7 \cdot (1-n)^3 \cdot p_L^{-1}$
Nutting	$\ln \frac{V_0}{V} = c_{15} \cdot p_L^{c_{16}}$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_8 \cdot (1-n) \cdot p_L^{\bar{c}_9 - 1}$
Tanimoto	$\frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{c_{17} \cdot p_L}{V_0} + \frac{c_{18} \cdot p_L}{p + c_{19}}$	
Terzaghi	$\frac{V_0 - V_\infty}{V_\infty} = -c_2 \cdot (\ln(p_L c_2) + c_{22} p_L + c_{21}) - c_{23} p_L + c_{24}$	$-\frac{dn}{dp_L} = (1-n) \cdot \left(\frac{\bar{c}_{10}}{p_L + \bar{c}_{11}} + \bar{c}_{12} \right)$
Cooper	$\frac{V_0 - V}{V_0 - V_\infty} = c_{25} \exp\left(-\frac{c_{26}}{p_L}\right) + c_{27} \exp\left(-\frac{c_{28}}{p_L}\right)$	
Gurham	$p_L = c_{29} \exp\left(\frac{c_{30}}{V}\right)$	
Nishihara	$\ln \frac{V_0}{V} = - \left(\frac{p_L}{c_{31}} \right)^{c_{32}}$	
Kawakita Tsuwa	$\frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{c_{35} \cdot c_{36} \cdot p_L}{1 + c_{36} p_L}$	$-\frac{dn}{dp_L} = \bar{c}_{13} \cdot n^2$

Poznámka : $c_1, c_2, c_3, \dots, c_{36}; \bar{c}_1, \bar{c}_2, \bar{c}_3, \dots, \bar{c}_{13}$... jsou konstanty

jednoduché vztahy /např. často užívaný Balšínův/ mají platnost jen pro úzký interval tlaků, přičemž v limitních hodnotách nemají, až na výjimky /Athy, Cooper a Eaton, Konopicky, Kawakita, Ballhausen/, fyzikální opodstatnění.

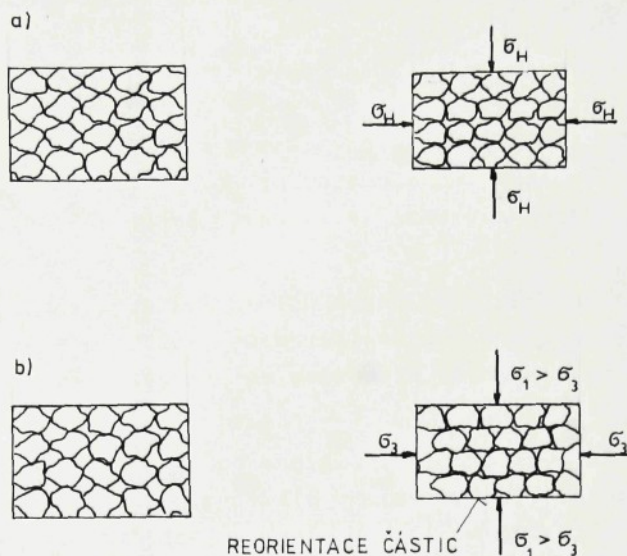
ŠPIČÁK a KUTZENDÖRFER /59/ ukázali, že při jednoosém lisování není v rozmezí tlaků 10 - 60 MPa podstatný rozdíl mezi rovnicemi I. a II. Balšinovou a Berežného, což potvrzuje pouze matematickou přiléhavost všech tří rovnic k experimentálním datům uvnitř daného intervalu, ale ne fyzikální výstižnost procesu, neboť extrapolační prognóza těchto rovnic /tamtéž/ dává rozdílné výsledky.

Jestliže je nutné aplikovat kompresní rovnice pro větší rozsah tlaků /v případě izostatického lisování/, kdy zájmový interval tlaků zasahuje několik kvalitativně odlišných stádií procesů, je nutné pro popis objemových změn aplikovat vztahy, které tyto odlišnosti respektují, např. vztah Cooper a Eatonův.

C. Formulace konstitučních vztahů

Při posuzování vztahů napjatosti a přetvoření při lisování je nutno předeslat, že každý technologický způsob vede k obecně tříosé napjatosti, avšak s rozdílným stupněm anizotropie. Na vzniklých objemových změnách se podílejí jak izotropní složka napjatosti /hydrostatická napjatost - kulový tenzor napjatosti/, tak i její anizotropní část /deviátor napětí/. Hydrostatická napjatost je přitom spojena s kvalitativními změnami fixních kontaktů a plastickou deformací částic, anizotropní složka napjatosti způsobuje pohyblivost kontaktů a objemovou změnu vlivem reorientace částic. Tyto dva kvalitativně odlišné stimulatory objemových změn názorně ukazuje obr. 1.4.

Vzniklé objemové změny mohou být kontraktantní /zmenšování objemu/ nebo dilatantní /zvětšování objemu/, a právě tento výrazný rys chování prášku, jako partikulární látky, vyjadřuje účinek deviátoru napětí na sférický tenzor. Obecně není přijatelný předpoklad koaxiality tenzorů napětí a přetvoření, neboť na objemových změnách se podílejí obě složky napjatosti v důsledku zpevňování sdruženým účinkem.



Obr. 1.4 Vliv charakteru napjatosti na průběh objemových změn :
 a - objemová změna při hydrostatické napjatosti;
 b - objemová změna při anizotropní rotačně souměrné napjatosti

Uvedené zvláštnosti mechanického chování keramického prášku vylučují pro popis napjatosti a přetvoření finitní /pseudoelastické/ vztahy s funkčním vztahem tenzorů napětí a přetvoření. Vzhledem k zpevňování zprostředkovává vztah tenzorů napětí a přetvoření jistý funkcionál. Formulaci konstitučních vztahů umožňuje plocha plasticity /případně plastického potenciálu/, jejíž tvar je výsledkem materiálových vlastností a předchozí deformační /napjatostní/ historie. V tom případě může konstituční vztah definovat mechanické chování materiálu pouze pro malý přírůstek deformační dráhy na základě předchozí plochy plasticity /plastického potenciálu/, deformační historie a přírůstku napětí. Výše definovaný mechanismus geneze konstitučního vztahu patří k přírůstkovým vztahům teorie plasticity, která za předpokladu výstižnosti pro částicové látky /14/

a v případě lineární závislosti přírůstku plastického přetvoření $d\varepsilon_{ij}$ a napětí $d\sigma_{ij}$ dostane aplikací zákona normality tvar

$$d\varepsilon_{ij} = d\lambda \cdot \frac{\partial f(\sigma_{ij}, \nu)}{\partial \sigma_{ij}}, \quad /1.4/$$

kde $d\lambda > 0$ je parametr proměnný s přetvořením, $f(\sigma_{ij}, \nu)$ je tzv. plastický potenciál a ν je parametr zpevnění. Přírůstky plastického přetvoření udává vztah /1.4/ jako gradienty plastického potenciálu /33/.

V praktických aplikacích dosáhly největšího rozšíření případy, kdy je plastický potenciál sdružený /totožný/ s plochou plasticity /11, 14, 57/ se současným předpokladem izotropního zpevnění.

Tvar plastického potenciálu lze odvodit z předpokladu, že plocha plastického potenciálu charakterizuje deformační proces při němž se stav látky nemění. V určitém přiblížení lze předpokládat, že se její stav nemění, zůstává-li její objem stálý. Plochu plastického potenciálu lze experimentálně zjistit zkouškou se stálým objemem, nebo jsou-li okrajové podmínky dány v napětí, korigovat stav napjatosti objemově se deformující látky o vliv objemových změn. Odvození plastického potenciálu je možné z energetické koncepce /13/, aplikací Roweho teorie dilatantního chování /53/ nebo axiomatickým přístupem /52, 54, 57/.

FEDA /12/ použil metodu energetické korekce při tříosých zkouškách s pískem a s její pomocí formuloval /13/ vztahy pro výpočet součinitele bočního tlaku ξ při osově souměrné napjatosti

$$\xi = \frac{\sigma_r}{\sigma_a} = \frac{1 - \sin \phi_r}{\sin \phi_r + \left(1 - \frac{d\varepsilon_v^p}{d\varepsilon_a^p}\right)}, \quad /1.5/$$

kde $d\varepsilon_v^p$ je přírůstek objemového a $d\varepsilon_a^p$ přírůstek axiálního plastického přetvoření.

Nejčastější je axiomatický přístup, který byl aplikován v řadě prací a plastický potenciál /mezní plocha plasticity/

bývá vyjadřován jako funkce základních invariantních tenzorů napjatosti^{x/}

$$f(J_I, J_{II}, J_{III}, k) = 0 \quad , \quad /1.6/$$

kde $k > 0$ je konstanta závislá na historii zatěžování a jednotlivé invarianty jsou definovány podle /29/ vztahy

$$J_I = \sigma_{ij} \cdot \delta_{ij} = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} = \sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 \quad /1.7/$$

druhý invariant

$$J_{II} = - \frac{1}{2} \cdot e_{ijk} \cdot e_{jst} \cdot \sigma_{js} \cdot \sigma_{kt} \quad /1.8/$$

třetí invariant

$$\begin{aligned} J_{III} &= \frac{1}{6} e_{irk} \cdot e_{jst} \cdot \sigma_{ij} \cdot \sigma_{rs} \cdot \sigma_{kt} = \\ &= \sigma_{11} \cdot \sigma_{22} \cdot \sigma_{33} + 2 \sigma_{12} \cdot \sigma_{23} \cdot \sigma_{31} - \sigma_{11} \cdot \sigma_{23}^2 - \sigma_{22} \cdot \sigma_{31}^2 - \\ &- \sigma_{33} \cdot \sigma_{12}^2 = \sigma_1 \cdot \sigma_2 \cdot \sigma_3 \end{aligned} \quad /1.9/$$

Za předpokladu izotropního zpevnění, t.j. předpokladu, že plocha plasticity nezávisí na dráze napětí /ve vztahu /1.6/ je tato závislost indikována třetím invariantem J_{III} /, lze zvláštní případ podmínky plasticity zapsat v obecném tvaru /11/

$$f(J_I, J'_{II}) = k \quad , \quad /1.10/$$

kde J'_{II} je druhý invariant deviátoru napjatosti definovaný vztahem

$$\begin{aligned} J'_{II} &= \frac{1}{2} \sigma'_{ij} \cdot \sigma'_{ij} = \frac{1}{6} \cdot [(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + \\ &+ (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2] + \sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2 \end{aligned} \quad /1.11/$$

^{x/} přitom je nutné poznamenat, že vyjádření vztahem /1.6/ předpokládá izotropní materiál, kdy mezní plocha závisí na zatěžovací historii, nikoliv však na volbě vztahné soustavy, k níž je invariantní.

příčemž

$$\sigma'_{ij} = \sigma_{ij} - J_1/3 \cdot \delta_{ij} \quad /1.12/$$

a

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{pro } i = j \\ 0 & \text{pro } i \neq j \end{cases} \quad /1.13/$$

je Kroneckerovo delta.

V tomto vztahu reprezentuje J_1 hydrostatický stav napjatosti, zatímco J_2 představuje maximum střižných napětí v dané rovině.

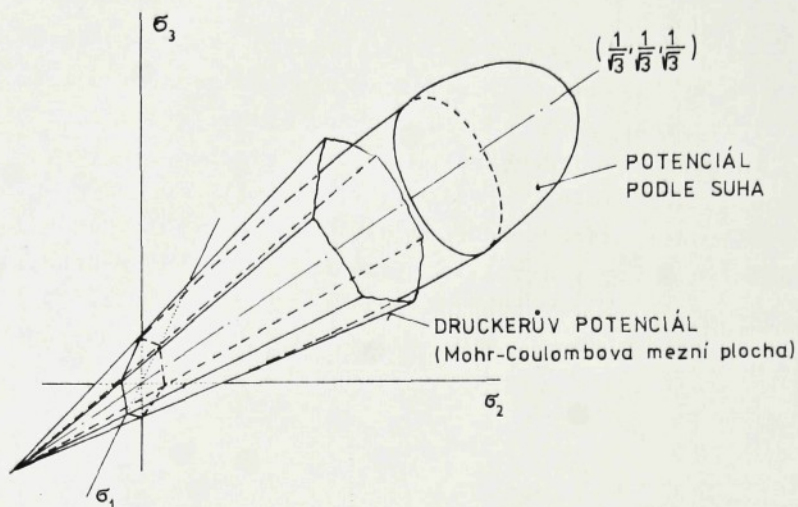
Má-li být podmínka plasticity výstižná pro částicovou látku, musí zahrnovat vliv čistě normálového napětí /hydrostatická složka/, neboť Coulombovo tření je úměrné k normálovému napětí a navíc hydrostatické napětí způsobuje větší část změny objemu při zhutňování. Zároveň je přijatelné, že plastická tečná přetvoření jsou funkcí střižných napětí v dané rovině, přičemž je zachována možnost interakce hydrostatické a deviátorové složky napětí při zhutňování.

Uvedených východisek pro formulaci podmínky plasticity užívali DRUCKER, GIBSON a HENKEL /11/, kteří předložili vztah

$$\alpha \cdot J_1 + J_2^{1/2} = k \quad , \quad /1.14/$$

kde k a α jsou kladné konstanty materiálu, přičemž tento vztah představuje zobecněnou Mohr - Coulombovu plochu plasticity v prostoru hlavních napětí $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ /obr. 1.5 /.

SCHWEDES /55/ hodnotí možnosti aplikace této mezní plochy a poukazuje na její neudržitelnost pro popis kontraktantní fáze zhutňování, neboť v celém rozsahu predikuje zvětšování objemu v rozporu s praktickou aplikací při procesech zhutňování v práškové metalurgii.



Obr. 1.5 Plochy plastických potenciálů

SUH /57/ podobně odmítá obecnou platnost vztahu /1.14/ a předkládá podmínku plasticity třením zpevňovaného částicového materiálu ve tvaru lemniskáty

$$\left[(1 - J_{1/3} + k)^2 + \gamma \cdot J_{II} \right]^{1/2} - \beta \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi} \right) = 0, \quad /1.15/$$

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{\sqrt{\gamma J_{II}}}{-J_{1/3} + k}, \quad \gamma = 2/3. \quad /1.15a/$$

Tento čtyřparametrový vztah, kde n , φ ^{x/} jsou materiálové konstanty a β , k jsou charakteristiky zpevnění, umožňuje popsat izotropní pracovní zpevnění práškového materiálu /vše-
směrné zvětšování plochy plasticity/ zavedením závislostí para-
metrů β a k na daném konsolidačním napětí pomocí vztahů

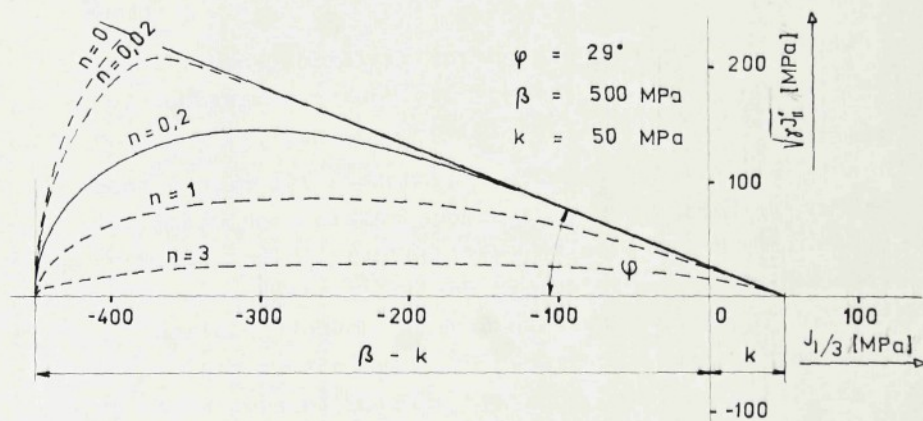
$$\beta = \beta_0 - \beta_1 \cdot J_{1/3}, \quad /1.16/$$

$$k = k_0 - k_1 \cdot J_{1/3}, \quad /1.17/$$

^{x/} Jen za předpokladu regulárnosti práškového materiálu.

kde β_0 , k_0 , β_1 , k_1 jsou kladné konstanty materiálu zjišťované experimentálně / $J_1 < 0$ /.

Uvedený plastický potenciál je cenný zejména tím, že v souvislosti s možností široké variability parametrů n a φ umožňuje realistický popis poměrně široké třídy částicových látek. Pro vysoké hodnoty exponentu, nazývaného podle /60/ též index smyku, n /jednotky/ predikuje získaný tvar plochy plasticity pozvolný přechod od zhutňování /kontraktance/ k dilatanci, naopak pro nízké hodnoty $n \ll 1$ je přechod k dilatanci náhlý. Z rozdílů hodnot n lze rovněž usuzovat na účinnost zhutňování stříhem /obr. 1.6/.



Obr. 1.6 Tvar Suhova plastického potenciálu pro různé hodnoty indexu smyku n

Přijetím koncepce plastického potenciálu sdruženého s plochou plasticity lze aplikací zákona normality /1.4/ popsat proces zhutňování, resp. odvodit podmínky pro napjatost v některých speciálních případech.

GREEN /16/ obdobně vychází při formulaci plasticitní teorie porézního materiálu ze vztahu /1.10/, avšak v plném pojetí platnosti ostatních vztahů teorie plasticity kontinua.

Předpokládáný porézní materiál idealizuje jako ideální tuhoplastickou hmotu s možností plastické změny objemu. Podmínky plasticity předkládá ve tvaru

$$\alpha \cdot J_1^2 + J_{II}' = \delta \cdot k^2 \quad /1.18/$$

kde k je mez pevnosti neporézního materiálu a α , δ jsou funkcemi deformačního zpevnění. Jako parametr zpevnění je brána pórovitost n /viz tab. 1.I/. Na základě předpokladu kulových pórů odvozuje pro hodnoty $\alpha(n)$, $\delta(n)$ zjednodušené vztahy, kterými dostává konečnou podmínku plasticity ve tvaru

$$3 \cdot J_{II}' + \frac{1}{4} \cdot \left[\frac{3 \cdot (1 - v^{1/3})}{(3 - 2v^{1/4}) \ln v} \right]^2 \cdot J_1^2 = \left[\frac{3 \cdot (1 - v^{1/3})}{3 - 2v^{1/4}} \right]^2 \cdot k^2 \quad /1.19/$$

dále aplikací zákona normality vztahy pro jednotlivá přetvoření, resp. teoretické vztahy pro výpočet jednoosé pevnosti materiálu v tahu v závislosti na pórovitosti.

Uvedená teorie při stanovování podmínky plasticity sdružené s plastickým potenciálem nebere v úvahu vnitřní tření materiálu, nepřipouští dilatantní jevy, je středově symetrická v prostoru hlavních napětí a limitně se ztotožňuje s Missesovou podmínkou plasticity /podobně postupoval také HU in /33/ str. 21 - 22/. Lze konstatovat, že výstižnost uvedené teorie je omezena na popis porézní matrice tvárného kovového materiálu a pro keramické prášky je nevhodná.

FEDA /14/ použil metodu energetické korekce a ze zkoušek ve smykové krabici odvodil pro tvar plastického potenciálu vztah, který opět koresponduje s obecným vztahem /1.10/, ve tvaru

$$\frac{J_{II}'^{1/2}}{J_1} = \frac{1}{\sqrt{6}} \cdot \operatorname{tg} \Phi_r \cdot \ln \left(\frac{\sigma_{oct}^0}{J_{1/3}} \right) \quad /1.20/$$

což je rovnice svazku logaritmických spirál, kde σ_{oct}^0 je tzv. komorový tlak, který je považován za parametr izotropního zpevnění.

D. Mezní plocha stavu

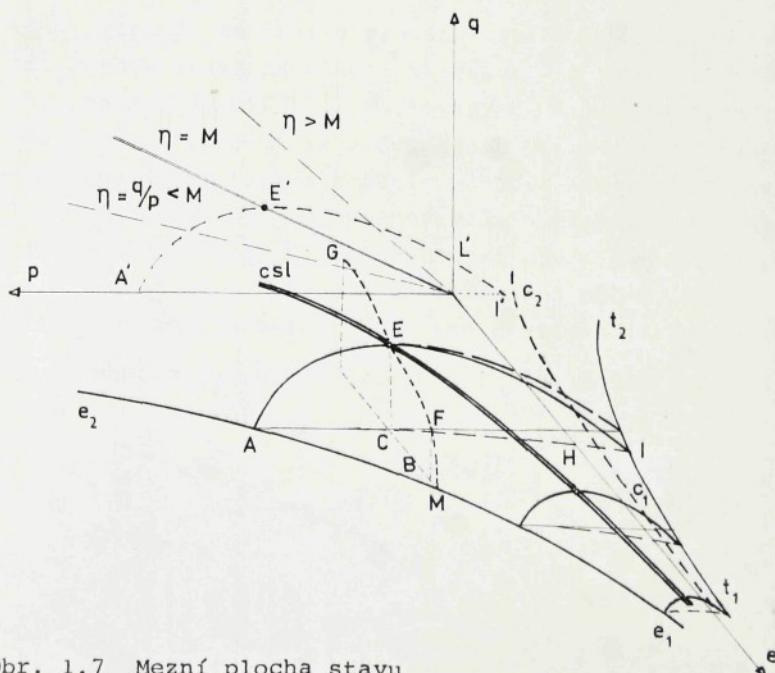
Kvalitativně jiný přístup k formulaci konstitučního vztahu částicové látky je formulace tzv. mezní plochy stavu, jejíž základ položil Roscoe a propracoval na základě Hvorslevových a Rendulickových zkoušek.

ROSCOE /52/ definuje mezní plochu stavu pro normálně konsolidované jíly v třírozměrném prostoru / p , q , e /, přičemž pro osově symetrickou napjatost značí

$$p = \frac{1}{3} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) = J_1/3, \quad /1.21/$$

$$q = \sigma_1 - \sigma_3 = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot J_{II}} \quad /1.22/$$

a e je číslo pórovitosti /tab. 1.1./ . Mezní plocha přitom vymezuje tu část prostoru / p , q , e /, kde lze body o souřadnicích / p , q , e / charakterizovat různé stavy částicové látky /obr. 1.7/.



Obr. 1.7 Mezní plocha stavu

Závislost e, e_2 odpovídá izotropní konsolidaci při $q=0$ /čistě hydrostatické stlačování/ a bývá vyjadřována ve tvaru semilogaritmické Balšinyovy rovnice

$$e = e_0 - \lambda \cdot \ln p \quad /1.23/$$

kde e_0 je počáteční, e je okamžitá pórovitost odpovídající hydrostatické napjatosti p a λ je koeficient celkové stlačitelnosti. Přitom plocha vymezená křivkami e_1, e_2 a čarou kritického stavu csl charakterizuje stavy spojené s kontraktancí /zhutňováním/, plocha vymezená křivkami csl a t_1, t_2 charakterizuje stavy provázené dilatancí. Čára t_1, t_2 v rovině $q=0$ reprezentuje korelaci mezi pórovitostí a tahovou pevností. Čára c_1, c_2 v rovině $p=0$ představuje závislost mezi kohezí a pórovitostí e . Křivka ACH_1 charakterizuje vratné objemové deformace při odlehčování systému z konsolidovaného do stavu představovaného bodem A . Pro matematické vyjádření této závislosti se užívá vztahu shodného s rovnicí /1,23/, kde λ se nahrazuje součinitelem K pružného stlačení.

V případě, že není uvažována pružná hystereze lze považovat mezní plochu stavu za plochu plasticity a průměty "pružných stěn" /např. $AELIHCA$ / do roviny $e=0$ za plastické potenciály, jejichž velikost souvisí s dosaženou pórovitostí /resp. odpovídajících hydrostatickým napětím na čáře izotropní konsolidace/, které jsou potom parametry zpevnění. V případě, že lze brát $K=0$, což je základem teorie Granta-Gravel /54/, jsou křivky plastického potenciálu přímo vrstevnicemi mezní plochy stavu. Tvar plastického potenciálu byl pak odvozen z axiomatických představ.

Zavedením vhodných deformačních parametrů pro přírůstky plastického přetvoření

$$d\epsilon_v^p = d\epsilon_1^p \quad /1.24/$$

a

$$d\bar{\epsilon}^p = \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot d\epsilon_{II} = d\bar{\epsilon} \quad /1.25/$$

lze zapsat přírůstek plastické práce dA ve tvaru

$$dA = p \cdot d\varepsilon_V^p + q \cdot d\bar{\varepsilon} \quad /1.26/$$

Pro dA bylo axiomaticky tak, aby bylo dosaženo dobré shody s experimenty, zvoleno

$$dA = M \cdot p \cdot d\bar{\varepsilon}, \quad /1.27/$$

resp.

$$dA = p \cdot [(d\varepsilon_V^p)^2 + (M \cdot d\bar{\varepsilon})^2]^{\frac{1}{2}}. \quad /1.28/$$

Z toho dosazením do /1.26/ a integrací byly odvozeny vztahy pro plastický potenciál ve tvaru

$$\eta = M \cdot \ln \frac{p_0}{p}, \quad /1.29/$$

resp.

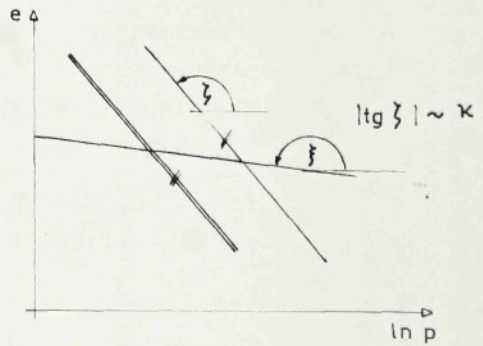
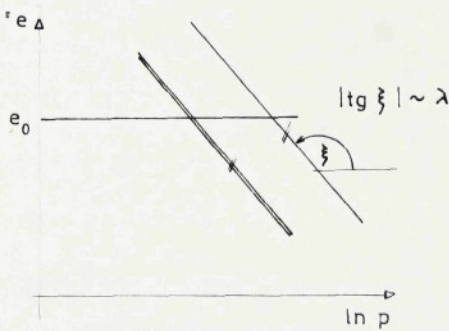
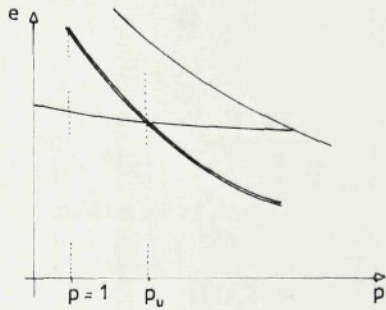
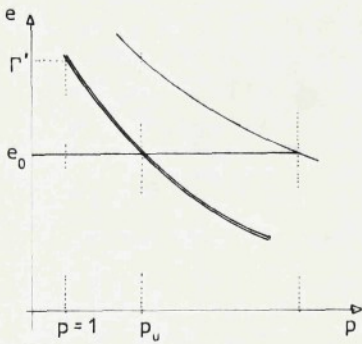
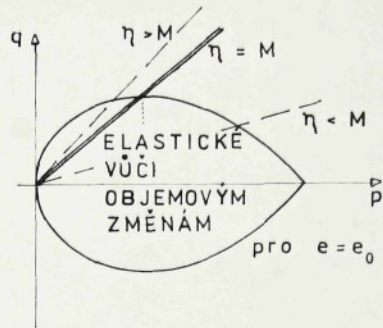
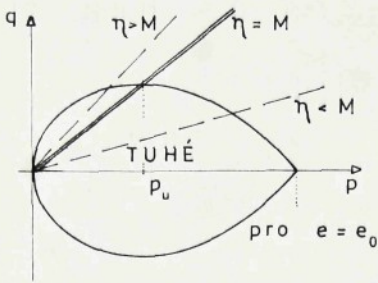
$$\frac{p}{p_0} = \frac{M^2}{M^2 + \eta^2}. \quad /1.30/$$

SCHOFIELD a WROTH /54/ odvodili tvar plastického potenciálu /1.29/ a experimentálně potvrdili jeho použitelnost pro sypké látky za předpokladu nulové soudržnosti. V teorii Granta-Gravel vyšli z předpokladu, že průmět čáry kritického stavu do roviny $/p, q/$ je přímka definující tzv. smykový parametr a průmět čáry kritického stavu do roviny $/p, e/$ je závislost, která má v souřadnicích $/\ln p, e/$ konstantní směrnici λ /tentýž předpoklad se uplatňuje pro všechny další dráhy anizotropní konsolidace, t.j. když $\eta = \frac{p}{q} \approx M$ je konstantní/.

Uvedený předpoklad dovolil zapsat matematicky vztah pro mezní plochu stavu formou jediné stavové rovnice

$$|q| = M \cdot p \cdot \left[1 + \frac{\Gamma' - e}{\lambda} - \ln p \right], \quad /1.31/$$

z čehož jednoduše pro $e = \text{konst}$ lze obdržet rovnici plastického potenciálu, resp. pro $\eta = \frac{q}{p} = \text{konst}$ čáru anizotropní konsolidace.



Obr. 1.8 Porovnání teorií Granta-Gravel a Cam-Clay /platí vztah $M = \frac{3}{\sqrt{2}} \cdot \text{tg } \Phi_r$ /

Aplikační možnosti vztahu /1.31/ jsou omezeny oprávněností předpokladu $\kappa = 0$ resp. $\kappa/\lambda \rightarrow 0$, poněkud obecnější je jejich vztah označovaný jako Cam-Clay teorie

$$|q| = M \cdot p \cdot \left\{ 1 + \frac{r' - e}{\lambda - \kappa} - \frac{\lambda}{\lambda - \kappa} \cdot \ln p \right\}, \quad /1.32/$$

platný pro případ pružnoplastického chování, kdy $\kappa \neq 0$. Rozdíl obou koncepcí je zřejmý z obr. 1.8.

Ze vztahu /1.32/ pro $e = \text{konst}$ má rovnice plastického potenciálu po úpravě tvar

$$\eta = \frac{M}{1 - (\kappa/\lambda)} \cdot \ln \frac{p_0}{p} \quad /1.33/$$

nebo adekvátně

$$\eta = - \frac{M}{1 - (\kappa/\lambda)} \cdot \ln p + \text{konst}. \quad /1.34/$$

Obdobně pro modifikovaný vztah /1.30/ podle /52/ bude

$$\frac{p}{p_0} = \left(\frac{M^2}{M^2 + \eta^2} \right)^{1 - \kappa/\lambda} \quad /1.35/$$

Obecnost a současná přehlednost a srozumitelnost teorie mezní plochy stavu naznačuje, že při vhodném výběru disipační funkce /plastického potenciálu/ může nalézt uplatnění i pro popis zhutňování keramických prášků.

1.2 Zhutňování při izostatickém lisování

Lisováním izostatickým, resp. hydrostatickým, ^{x/} je označováno všesměrné stlačování, při kterém je aplikován přes pružnou formu tlak přímo na lisovaný prášek.

^{x/} Hydrostatické lisování je zvláštním případem izostatického lisování, kdy napjatost je izotropní / $J'_H = 0$ /.

Izostatické lisování patří principiálně k velmi starým technologiím ^{x/}. Praktické uplatnění našla však tato technologie teprve v souvislosti s nutností zpracovávat nové netradiční materiály /pro nukleární účely, elektrokeramické materiály pro elektroniku a pod./ s velmi přísnými požadavky na mechanické, elektrické, optické a další speciální vlastnosti výlisků, resp. finálních výrobků.

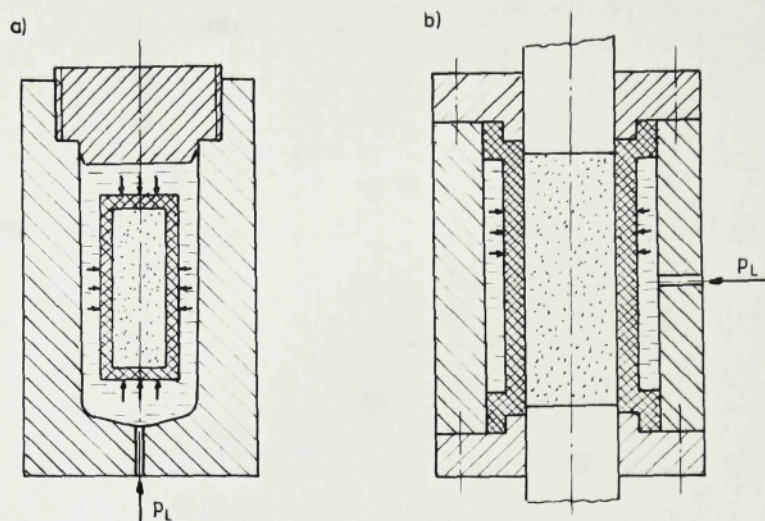
Prakticky se izostatické lisování provádí dvěma způsoby: lisováním v tzv. "mokrém" /volném/ formě, nebo lisováním v "suché" /pevné/ formě /1/.

Izostatické lisování v mokré formě je faktickou aplikací principu izostatického lisování /obr. 1.9a/. Prvním krokem je plnění pryžové formy, která bývá vyztužena perforovaným plechovým košem, práškem a uzavření formy pomocí pryžové zátky s "o" - kroužkem. Po vložení do tlakové nádoby je provedeno její uzavření a tlakování na žádoucí tlak /60-300 MPa, vyjimečně i více/, technologická výdrž a odtlakování. Následuje vyjímání forem.

Jednotlivé operace technologického postupu se provádějí odděleně, což vyžaduje značný podíl ruční manipulace. Na druhé straně však tato technologie umožňuje širokou variabilitu rozměrů výlisků, které jsou omezeny pouze vnitřním prostorem tlakové nádoby lisu.

Lisování v suché formě modifikuje předchozí technologický způsob tak, že pružná forma ve tvaru válcového mezikruží je trvale fixována na tlakovou nádobu / obr. 1.9b/, obě čela jsou uzavřena válcovými kovovými razníky. V první fázi se provádí plnění pryžové formy práškem, poté se tlakovou kapalinou provede radiální stlačení prášku ve formě. Po odtlakování a následném otevření vrchního razníku je výlisek vysunut spodním razníkem /vyhazovačem/. Výhodou tohoto způsobu je možnost automatizace procesu lisování, ovšem jen za předpokladu úpravy tokových vlastností suroviny /nutnost granulace/.

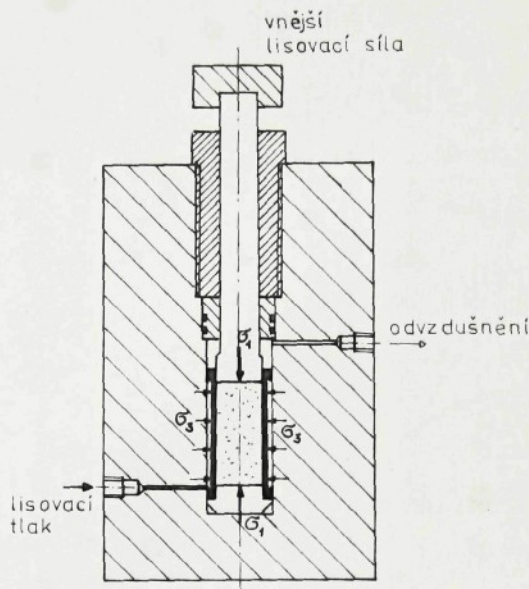
^{x/} K.H.MADEN /pat. USA 1,081.618, 17.12.1913/



Obr. 1.9 Princip izostatického lisování: a - lisování v mokré formě; b - lisování v suché formě

Triaxiální lisování, jako nová modifikace izostatického lisování předložená KOERNEREM /34, 35, 36/, vychází z poznatku, že lze účinně zhutňovat aplikací anizotropní napjatosti /zhutňování stříhem/. Princip uvedený na obr. 1.10 spojuje v sobě výhody izostatického lisování v suché formě s možností nezávislého zatěžování ve svislé ose, podobně jako u jednoosého lisování, což dovoluje simulovat velmi rozdílné dráhy napětí a tím řídit vliv deviátoru napjatosti na objemové změny tak, aby bylo dosaženo maximálního zhutnění a pevnosti výlisků.

Uvedeným způsobem byl kvalitativně analyzován /36/ vliv deviátoru napětí na objemové změny osmnácti typů kovových i nekovových prášků, přičemž bylo zjištěno, že tento vliv velmi silně klesá s tvrdostí částic, takže účinnost zhutňování stříhem pro tvrdé kysličníkové keramické prášky je minimální.



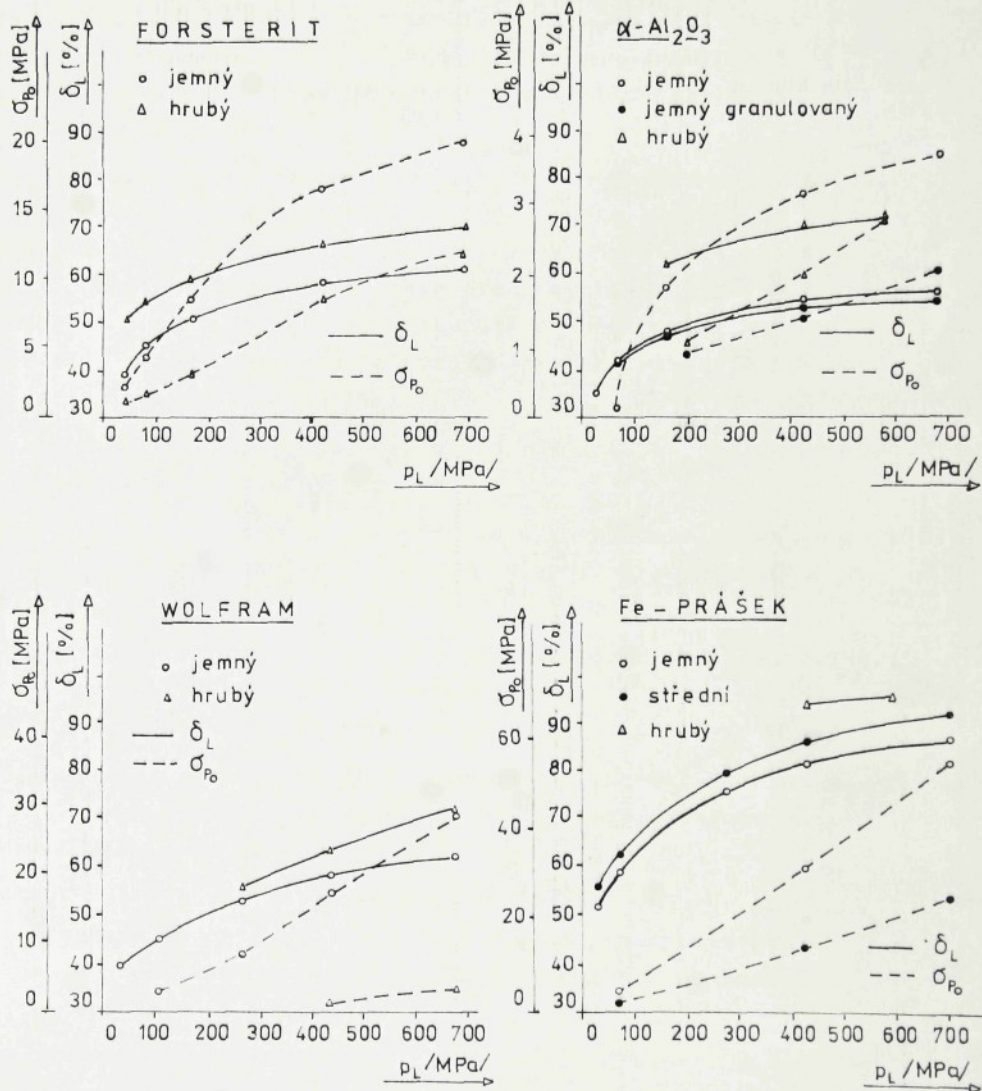
Obr. 1.10 Princip triaxiálního lisování

1.2.1 Základní parametry ovlivňující proces izostatického lisování a jeho výsledek

Proces izostatického lisování je ovlivňován celým komplexem faktorů a pro posouzení možností optimalizace výsledných vlastností je nezbytná znalost nejen kvalitativní, ale také kvantitativní míry vlivu a znalost vzájemných vztahů a souvislostí mezi jednotlivými faktory.

A. Vlastnosti výchozího prášku

Přestože lze z hlediska technologických požadavků na vlastnosti izostaticky lisovaných výlisků považovat vliv výchozí suroviny, jak shodně potvrzuje řada autorů /6, 18, 19, 20, 22/, za dominantní, je důsledný a reprodukovatelný popis vlivu jednotlivých charakteristických vlastností prášku problematický - ve shodě se závěry kandidátského minima autora - /43/.



Obr. 1.11 Závislost relativní objemové hmotnosti δ_L a pevnosti syrových výlisků v ohybu σ_{P_0} na tlaku pro různé výchozí granulometrie prášku; podle /6/

Z tohoto důvodu jsou velmi cenné výsledky systematických experimentálních prací van BURENA a HIRSCHÉ /6/, neboť umožňují sledovat vliv výchozí granulometrie, druhu prášku a vliv předběžných úprav na mechanické vlastnosti izostaticky lisovaných výlisků.

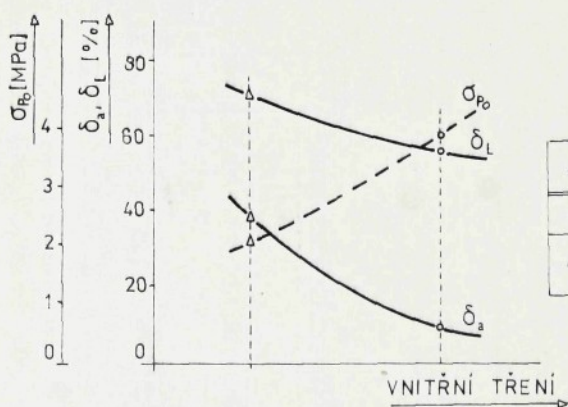
Pro srovnání jsou v obr. 1.11 zachyceny uvedené závislosti pro čtyři typické prášky. Keramické prášky α - Al_2O_3 a forsterit, a kovové prášky wolframu a železa. Kysličník hlinitý v α modifikaci je zde typickým představitelem tvrdých keramických prášků, forsterit zastupuje značně měkkčí keramické prášky, prášek wolframu je tvrdý a prášek železa je měkký, tvárný kovový prášek.

Experimentální výsledky podle /6/ lze stručně shrnout do několika obecně platných bodů:

1. Objemová hmotnost a pevnost za syrova roste s rostoucím tlakem pro všechny typy prášků i výchozí granulometrie monotónně.
2. Pro daný prášek je v prakticky užívaném intervalu tlaků /200 - 600 MPa/ charakter závislosti $\delta_L(p_L)$ obdobný bez ohledu na výchozí granulometrii.
3. Strmost závislosti /t.j. rychlost plastické deformace $\partial \rho / \partial p_L /$ $\rho = \rho(p_L)$ klesá s rostoucí pevností, resp. mikrotvrdostí částic prášku.
4. Vyšší výchozí objemová hmotnost prášku vede ke zřetelně vyšším hodnotám $\rho(p_L)$, jinak řečeno pro hrubší prášky je předpoklad dosažení vyšších objemových hmotností za syrova.
5. Pevnost za syrova σ_{p_0} je pro jemné prášky při stejném použitém lisovacím tlaku podstatně vyšší oproti hrubým.
6. Růst pevností s tlakem je daleko intenzivnější pro jemné prášky oproti hrubým.
7. Granulace prášku nepřináší znatelné zlepšení objemové hmotnosti, avšak u keramických prášků vede k podstatnému snížení pevnosti za syrova.

Rozdíly v charakteru závislostí na obr. 1.11 souvisejí s existencí dvojího mechanismu přetváření /inter a intra granulárního porušování/. Podíl jednoho nebo druhého mechanismu na celkovém přetvoření je pak zdrojem rozdílů v ρ a σ_{p_0} nejen pro prášky různých materiálů, ale také diferencí, které jsou důsledkem rozdílných výchozích stavů prášku, což umožňuje vysvětlit např. vliv granulace na pevnost výlisku. V této souvislosti stojí za povšimnutí vztah charakteru přetvoření /dosažené δ_L / a pevnosti výlisku za syrova k vnitřnímu tření v prášku.

Obr. 1.12 dokumentuje kvalitativní shodu výsledného zhutnění a pevnosti za syrova u izostaticky lisovaných vzorků se závěry Hausnerovy teorie, podrobně v /43/, nejen pro prášky s výrazně nadmikronovými částicemi /Fe, W - prášek/, ale i pro $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a dokonce i pro forsterit s průměrnou velikostí zrna 0,1 μm .



Al_2O_3	velikost částic	δ_a [%]
o jemný	0,2 - 1 μm	9,5
Δ hrubý	150 - 100 μm ...33%	38
	100 - 50 μm ...67%	

δ_a - relat. objemová hmotnost volně sypaného prášku

Obr. 1.12 Závislost objemové hmotnosti za syrova δ_L a pevnosti v ohybu σ_{p_0} na velikosti vnitřního tření v prášku /schematicky/

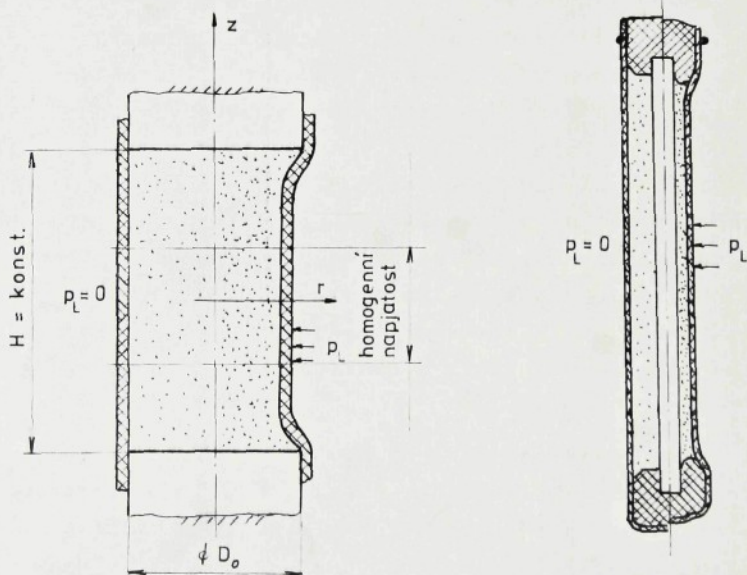
Z uvedeného je zřejmé, že velikost vnitřního tření se svým vlivem uplatňuje i při izostatickém lisování tam, kde se předpokládá čistě hydrostatická napjatost. Tím spíše lze očekávat

jeho uplatnění v těch případech, kdy tento předpoklad není oprávněný /lisování v suché formě/. Při posuzování možností optimalizace podmínek izostatického lisování je nutné brát vnitřní tření v úvahu.

B. Okrajové podmínky a charakter napjatosti

Izostatické lisování je provázeno čistě hydrostatickou napjatostí jen výjimečně, ve většině případů zde existuje jistá anizotropie napjatosti.

V případě izostatického lisování v mokré formě je anizotropie napjatosti velmi malá, jen jako důsledek vrozené anizotropie a vlivu pryžové formy /viz níže/. Při lisování válcových výlisků v suché formě je charakter napjatosti určen okrajovými podmínkami, které jsou zčásti kinematické, neboť $\varepsilon_a = 0$, zčásti statické dané tlakem $\sigma_r = p_L$ /obr. 1.13/.



Obr. 1.13 Porovnání napjatosti válcového výlisku při lisování v suché formě s napjatostí při lisování trubic

Předpokládá-li se rovinné přetvoření - radiální stlačování /58/, které je výsledkem homogenní napjatosti, jsou osové napětí $\sigma_z = \sigma_3$, radiální σ_r a tangenciální σ_t napětí hlavní a platí, že $\sigma_r = \sigma_1 = \sigma_2 = p_L$, $\sigma_3 = \sigma_3 < p_L$. Rozvoj anizotropie napětí v průběhu procesu stlačování /t.j. rozdíl napětí $\sigma_r - \sigma_3$ / je podmíněný podobně jako při jednoosém lisování tvarem mezní obálky, avšak při Lodeho parametru $\nu = +1$.

Přitom je nutno zdůraznit, že při stejném lisovacím tlaku p_L lze očekávat výsledné zhutnění při lisování v suché formě poněkud menší, než při lisování v mokré formě s čistě hydrostatickou napjatostí, kdy $p_L = \sigma_H$, neboť hydrostatická napjatost při radiálním stlačování bude

$$\sigma_H = \frac{1}{3} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) = \frac{1}{3} \cdot (2 \cdot \sigma_r + \sigma_3) = \frac{1}{3} \cdot (2 \cdot p_L + \sigma_3) < p_L$$

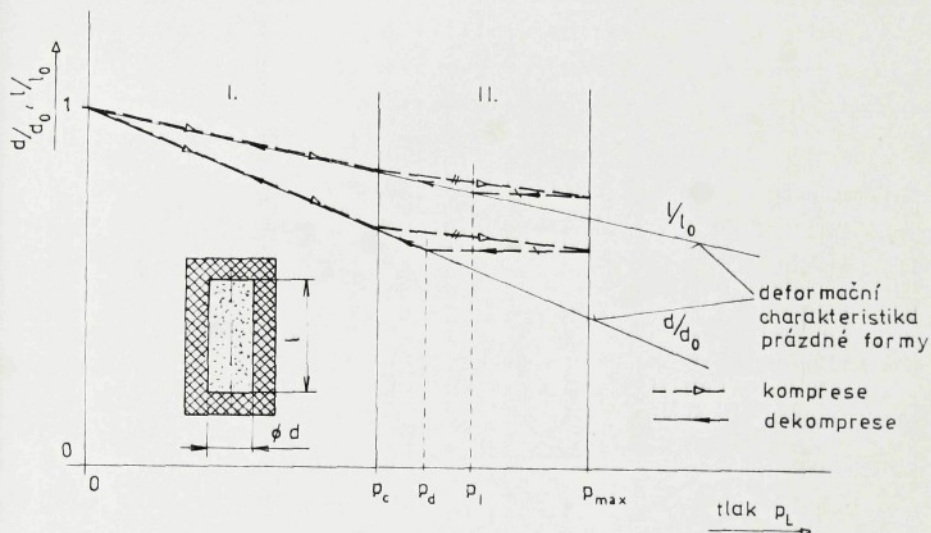
Při lisování trubíc, které se provádí v mokré formě s válcovým stealitovým trnem, centrovaným pryžovými zátkami, je charakter napjatosti obdobný, jako při izostatickém lisování v suché formě /obr. 1.13/. Okrajové podmínky jsou však vzhledem k deformaci pryžových zátek poněkud komplikovanější, neboť jejich relativní deformace v axiálním směru je funkcí deformační charakteristiky nástroje a vlastností prášku. To je spojeno, především v prvním stadiu lisování, kdy je pro zhutňování výlisku rozhodující tuhost formy /viz bod C/, s axiálním přetvořením prášku na okraji trubice. Důsledkem je vytvoření adhezne lpící vrstvičky prášku na rozhraní trn - zátka - prášek, která působí nepříznivě při snímání výlisků z trnů, kde je zdrojem značného výmětu.

Použitím kovových zátek je možno zajistit splnění deformační podmínky $\epsilon_3 = 0$. Jak ukázal systematický technologický výzkum, lze tímto opatřením, které modifikuje napjatost a přetvoření v okrajových zónách trubice /17/, snížit výmět při snímání o cca 8% a zároveň převést případ lisování trubíc /za předpokladu absolutní tuhosti trnu/ na adekvátní případu izostatického lisování v suché formě.

C. Interakce mezi výliskem a formou

Do úplného popisu okrajových podmínek je nutno zahrnout také vliv pryžového nástroje.

Z tohoto hlediska lze na základě silně zjednodušujících předpokladů, které provedli BLOOR, BRETT a POPPER /4/, rozdělit proces izostatického zhutňování válcového výlisku v mokré formě na dvě odlišné fáze /1.14/.



Obr. 1.14 Změny rozměrů vnitřního otvoru formy při izostatickém lisování válcového výlisku /schematicky/

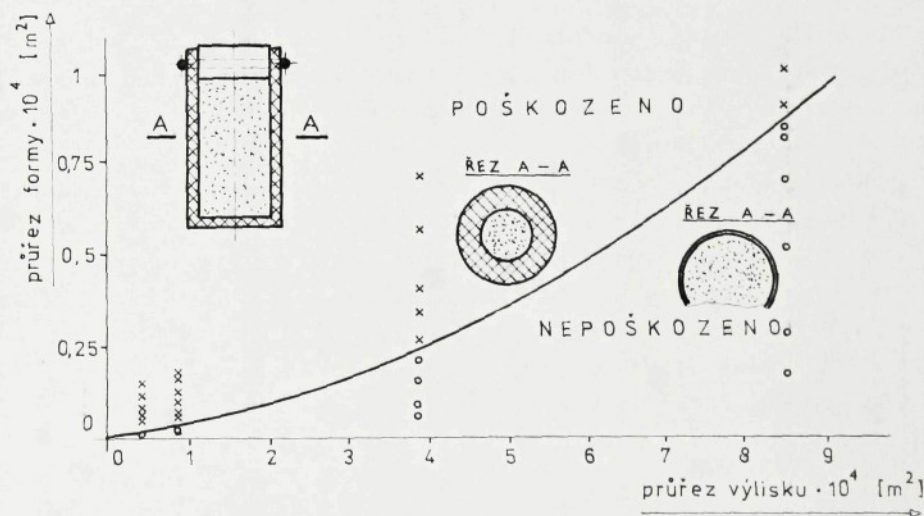
V prvním stadiu lisování, t.j. v intervalu lisovacího tlaku $p_L < p_c$, dochází ke ztláčování formy s práškem tak, že pro objemovou změnu prášku jsou rozhodující deformační charakteristiky pryžového nástroje, přičemž tvarová deformace se nebude příliš lišit od deformace prázdné formy. V případě válcové formy $d_0 < 2l_0$ bude podle /40/ $\epsilon_a \ll \epsilon_r$, to znamená, že dutina formy /tedy i výlisek/ změnila tvar.

Ve druhém stadiu lisování, t.j. v intervalu tlaků $p_L \in (p_c, p_{max})$, kdy je pohybová autonomie částic značně omezena, jsou pro objemové i tvarové změny rozhodující kompresní charakteristiky prášku

a lze předpokládat, že se v této fázi výlisek tvarově nemění / platí $\varepsilon_s = \varepsilon_r$ /.

Během dekomprese při tlaku $p \in (p_c; p_{\max})$ bude forma i výlisek v kontaktu, přičemž vzájemná interakce je pouze normální. V intervalu tlaků $p \in (p_d; p_l)$ se vlivem deformační charakteristiky a mechanické adheze /tření/ mezi formou a výliskem vytvoří ve výlisku tahová pnutí, která závisí na elastických konstantách, příčném průřezu formy a na koeficientu tření mezi formou a výliskem. Při tlaku $p_l < p_d$ obvodový kontakt i tahová pnutí mizí a z tohoto hlediska se nebezpečí poškození výlisku váže na poměrně úzký interval tlaků $p_d \div p_l$.

Má-li se zabránit poškození výlisku, je nutné dimenzovat průřez formy v relaci k pevnosti a velikosti příčného průřezu výlisku /obr. 1.15/.



Obr. 1.15 Závislost kritických průřezů formy a výlisku na hranici porušení; rozprachově sušený Al_2O_3 , lisováno v latexové formě při 207 MPa - podle /4/

D. Vakuování, pracovní režim tlakování a dekomprese

Velmi často se provádí vakuování forem po naplnění se snahou po zvýšení výsledné objemové hmotnosti, ale především pevnosti syrového výlisku a pevnosti po sintrování. Jeho význam úzce souvisí s prodyšností výlisku, t.j. jeho schopností uvolňovat vzduch uzavřený v pórech. Prodyšnost je dána především poměrem uzavřené a otevřené pórovitosti a roste s vlhkostí, resp. obsahem pojiva, a rychlostí dekomprese.

U plastických keramických prášků aplikace vakuování zvyšuje velmi silně pevnost syrových i vypálených výlisků. Pro suché keramické prášky s vysokou mikrotvrdostí částic je vliv vakuování nevýznamný, jak shodně konstatují JACKSON /28/, van BUREN a HIRSCH /6/ i BLOOR, BRETT a POPPER /4/, kteří navíc upozorňují, že v některých případech může mít vakuování dokonce negativní vliv, neboť dekomprese částečně eliminuje adhezi výlisku a formy.

Vliv vakuování úzce souvisí s pracovním režimem lisování. Kompresní fáze se řídí ve většině případů pouze technickými možnostmi zařízení. Technologická výdrž je nutná jen v některých případech, především při lisování větších průměrů výlisků k eliminaci rozdílů v radiálním tlaku způsobovaných tzv. "klenbovým efektem" /58/ a k zajištění prolisovatelnosti. Nejzávažnější je dekompresní fáze provázená infiltrací v pórech uzavřeného vzduchu. Vzhledem k velkým individuálním rozdílům v prodyšnosti nelze učinit pro řízení dekomprese obecnější závěr. Často se však v případech, kdy není možné provést evakuování, realizuje dekomprese ve dvou stupních, nejprve v rozmezí tlaku $p \in (p_L; 0,3 \cdot p_L)$ rychleji, v intervalu $p \in (0,3 \cdot p_L; 0)$ s rychlostí přibližně poloviční.

1.3 S h r n u t í p o z n a t k ů o z h u t ň o v á n í

Rozbor prováděný v kandidátském minimu autora /43/ a výše prováděný stručný přehled ukázaly, že stav znalostí o problematice zhutňování vysoce disperzních prášků Al_2O_3 je nedostatečný. Popis zhutňování při izostatickém lisování má v dostupných publikovaných pramenech pouze kvalitativní a empirický charakter.

V případech, kdy vzhledem k okrajovým podmínkám není napjatost výlisku izotropní, nelze kvantitativní popis procesu zhutňování provést jen pomocí kompresních rovnic.

Přehled možností kvantitativního popisu zhutňování naznačil, že s využitím poznatků z plasticity /11, 16, 29, 33/, mechaniky zemin /3, 13, 14, 52, 54/ a práškové metalurgie /34, 55, 57/ lze přistoupit k řešení problematiky zhutňování keramického prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ při izostatickém lisování na novém, kvalitativně vyšším základě.

Jako zvlášť vhodné se jeví použití přírůstkových plasticitních vztahů, kdy podle zákona normality /11/ lze vyjádřit přírůstek plastického přetvoření vztahem

$$d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \frac{\partial f(\sigma_{ij}, \nu)}{\partial \sigma_{ij}} \quad /1.36/$$

Při aplikaci koncepce plastického potenciálu sdruženého s plochou plasticity, daného obecným tvarem

$$f(\sigma_{ij}, \nu) = f(J_1, J_{II}', k) = 0, \quad /1.37/$$

dává vztah /1.36/ možnost popsat nejen výsledný efekt procesu zhutňování, ale také jeho průběh, nebo pro dané okrajové podmínky dovoluje definovat napjatost /47/. Přitom je však nutné respektovat zvláštnosti prášku Al_2O_3 , jako partikulární látky /14, 43, 60/, a na základě jeho vlastností definovat charakter zpevnění.

Aplikace teorie mezní plochy stavu /52, 54/ otevírá současně možnost přehledné a srozumitelné interpretace experimentálních výsledků.

2. CÍL DISERTACE

Řešení problematiky izostatického lisování trubíc z prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ při výrobě transparentního korundu bylo prováděno v rámci vědeckovýzkumné spolupráce mezi katedrou sklářských a keramických strojů VŠST a k.p. TESLA Holešovice v letech 1977 - 1980 formou dílčího řešení státního úkolu P 01 - 124 - 010/01 "Vysokotlaké výbojky". Pozornost byla přitom zaměřena na problematiku zhutňování prášku, zejména na specifikaci výchozího práškového materiálu a podmínek jeho přípravy, popis materiálových vlastností prášku, lisovacího tlaku ve vztahu k výmětu z mechanických operací technologie a dále na prověření možností snižování nutných lisovacích tlaků.

Cílem předkládané závěrečné disertační práce je teoretické objasnění procesu zhutňování při izostatickém lisování suchého, vysoce disperzního prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, kvantitativní popis vztahu aplikované napjatosti a přetvoření prášku s respektováním zpevnění pomocí matematického modelu a jeho experimentální ověření.

Výsledky zformulovaného matematického modelu zhutňování jsou aplikovány pro prognózu výsledného zhutnění trubíc, dále pro popis izostatického lisování v suché formě stanovením axiálních sil na razníky v závislosti na lisovacím tlaku, resp. pro výpočet axiálního zatížení trnů v ekvivalentním případě lisování trubíc. Tyto poznatky jsou dále analyzovány v souvislosti s příčinami praskání trubíc v mechanických operacích.

Základem pro zjišťování výše uvedených vztahů bylo :

- a/ Stanovení základních materiálových vlastností a stavových charakteristik prášků Al_2O_3 , popřípadě jejich vztahů.
- b/ Specifikace vztahu vlastností prášku, lisovacího tlaku a výsledného zhutnění, resp. ohybových pevností, výlisků trubíc.
- c/ Popis vlivu okrajových podmínek na výsledné zhutnění při izostatickém lisování s izotropní napjatostí a anizotropní napjatostí s předpokladem rovinného přetvoření.

Na základě dílčích závěrů byl další postup zaměřen na :

- d/ Návrh matematického modelu zhutňování s odvozením vztahů pro zvláštní případy izotropního zhutňování a anizotropního zhutňování s rovinným přetvořením a při jednoosém ztlačování.
- e/ Experimentální zjišťování parametrů modelu pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ aplikací metody tříosého zhutňování.
- f/ Experimentální ověření platnosti modelu a jeho aplikace pro případ lisování trubic.

3. ZVOLENÁ METODA ZPRACOVÁNÍ

Zvolená metoda zpracování byla podřízena tomu, že naplňování cílů disertace bylo prakticky prováděno ve dvou fázích.

První fáze zahrnuje podrobný rozbor vztahů mezi jednotlivými parametry ovlivňujícími sledovaný proces zhutňování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Metodicky vychází z podrobného rozboru odborných pramenů a dosavadních prací autora a je provázena dílčími experimentálními kroky k prověření sledovaných korelací, jejich postupnému třídění a objektivní kvalitativní vyhodnocení výsledků metodami matematické statistiky, zejména aplikací analýzy rozptylu. Staticky významné korelace jsou hodnoceny kvantitativně regresním formulováním aproximačních matematických vztahů s vymezením rozsahu jejich platnosti. Dílčí zhodnocení dosažených výsledků posloužilo jako fenomenologický základ a východisko pro formulaci teoretického modelu zhutňovacího procesu.

Ve druhé fázi byl formulován zjednodušený matematický model procesu zhutňování vycházející z teorií plasticity a mechaniky zemin formou přírůstkového vztahu. Byla zpracována metodika triaxiálních zhutňovacích zkoušek pro experimentální ověření platnosti modelu. Aplikací metod regresní analýzy byly pomocí výpočetní techniky naměřené hodnoty zpracovány a vypočteny konkrétní hodnoty parametrů modelu pro daný prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Některé výsledky byly posléze interpretovány aplikací teorie mezní plochy stavu.

Zpracování je provedeno tak, aby výsledky práce byly použitelné pro řešení konkrétních speciálních případů zhutňování, zejména případů rotačně souměrné napjatosti při rovinném přetvoření, resp. jednoosém lisování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, avšak zároveň obecnost teoretického odvození modelu připouští jeho aplikace pro jiné kvalitativně odlišné prášky.

Jestliže v první fázi řešení je uplatňován především induktivní inženýrský přístup s experimentálním ověřením jednotlivých korelací, pak v druhé části jde zejména o deduktivní uplatňování obecněji platných teorií na podmínky zhutňování keramických prášků, konkrétně prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

4. VZTAH MATERIÁLOVÝCH VLASTNOSTÍ PRÁŠKU $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ A VLASTNOSTÍ IZOSTATICKY LISOVANÝCH VÝLISKŮ

Analýza vztahů vlastností zhutňovaného prášku a základních vlastností výlisku /t.j. jeho zhutnění a pevnosti/ a aplikované napjatosti během lisování je spojeno s nutností objektivně klasifikovat řadu současně působících vlivů.

Cílem etapy řešení předkládané v této kapitole bylo především shrnutí dosavadních dílčích poznatků autora získaných při řešení sledované problematiky, jejich utřídění a doplnění tak, aby svými závěry umožnily zúžit řešenou problematiku a orientovat řešení správným směrem.

Rozsah jednotlivých dílčích problémů byl minimalizován na nejmenší míru, která dovolila objektivní posouzení vlivu rozdílů ve vlastnostech použitých prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ na výsledné zhutnění, resp. pevnost výlisků, při rozdílných úrovních lisovacího tlaku. K testování bylo použito metod analýzy rozptylu ^{x/} /15/. Některé statisticky významné měnlivosti uvažovaných výstupních veličin byly posléze analyzovány podrobněji. Zvláštní pozornost byla věnována specifikaci vlastností prášku a popisu metod měření, které jsou využívány i v další etapě řešení.

4.1 Charakteristika použitých Prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Úplný popis vysoce disperzních prášků je z mnoha důvodů problematický, podrobně v /43/. U prášků Al_2O_3 je situace ztížena navíc komplikovanou polymorfií související s typem použité výchozí suroviny a podmínkami granulogeneze prášku.

Další rozbor, t.j. experimentální výsledky i teoretické závěry, je prováděn pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ připravovaný kalcinací tzv. startovacího prášku - prášku $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, který vyrábí Spolek

^{x/} Záměr, aplikovat ortogonální faktorový experiment zde nebylo možné realizovat, neboť připravit prášek splňující podmínky ortogonalit víceúrovňového plánovaného experimentu, tedy prášek přesně požadovaných vlastností, není možné.

pro chemickou a hutní výrobu Ústí nad Labem tepelným rozkladem síranu hlinitoamonného /kamence/.

Vzhledem k tomu, že jednotlivé základní vlastnosti uvedeného prášku se v důsledku šaržovitého postupu přípravy poněkud mění, jsou níže definovány, jak jeho základní chemické a strukturální vlastnosti, geometrické charakteristiky, tak i charakteristiky vazebného působení.

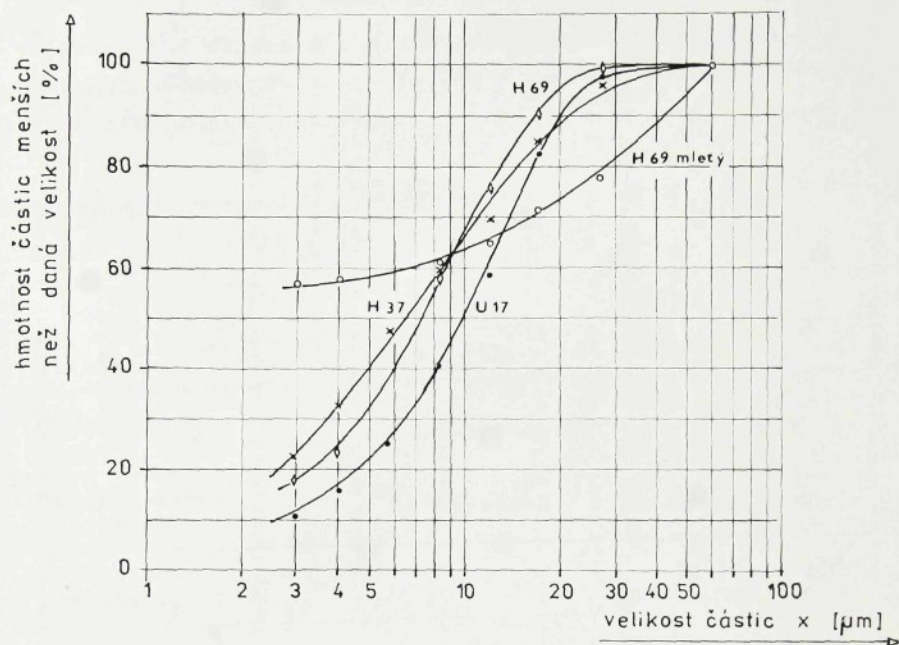
Z hlediska chemického je obsah Al_2O_3 v surovině minimálně 99,9%, jako nečistoty se vyskytují SiO_2 řádu $10^{-2}\%$, PbO , Fe_2O_3 , MgO řádu $10^{-3}\%$ a stopově Ca , Na a K . Chemická čistota jednotlivých šarží není přitom zaručena a obsah nečistot se v rámci 0,1% mění /46/.

Základní informace o strukturních a geometrických charakteristikách prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ byly získány stanovením měrného povrchu, disperzním rozbořem sedimentačními metodami a mikroskopicky.

Hodnoty měrných povrchů, stanovené výběrovou nízkoteplotní adsorpcí dusíku ze směsi $\text{N}_2 + \text{H}_2$ podle Neelsena a Egertsena /18/, se pohybují ve velmi širokých mezích /5 - 40 . $10^3 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$ /, což je důsledek aplikovaného režimu kalcinace. Zjištěné výsledky ukazují, že základní zrno prášku má podmikronovou velikost /0,3 - 0,03 μm /.

Výsledky z měření provedených Andreasenovou sedimentační analýzou /17/ jednoznačně ukázaly, že prášek obsahuje značný podíl mnohem větších částic - agregátů. Střední velikost agregátů daná mediánem $\bar{x}_{50}$ z výsledků sedimentační analýzy se pohybuje v rozmezí 6,5 - 16 μm , přičemž podíl částic větších než 25 μm činí až 10% / obr. 4.1/. Poměrně rozsáhlý soubor hodnocených prášků nevykazoval korelaci mezi velikostí měrného povrchu a stupněm agregace prášku. Uvedené poznatky dokumentují i snímky prášku pořízené na elektro-novém rastrovacím mikroskopu /obr. 4.2/.

Ze všech provedených měření vyplývá, že kalcinát $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ má velmi komplikovanou strukturu. Je tvořen polydisperzními porézními agregáty nepravidelného tvaru, které sestávají z přibližně izometrických částic s různým stupněm slinutí.



Obr. 4.1 Granulometrické charakteristiky prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$



Obr. 4.2 Mikrostruktura prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ /zvětšeno 10 000x/

Základní vlastnosti sledovaného typu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ jsou přehledně uvedeny v tab. 4.I, kde jsou pro srovnání též údaje o výchozím prášku $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

TABULKA 4.I Vlastnosti prášků Al_2O_3

Prášek Vlastnost	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
Chemická čistota	99,9 %	99,9 %
Krystalizační soustava	kubická	rhomboedrická
Teoretická hustota ρ_T / kgm^{-3} /	$3,65 \cdot 10^3$	$3,985 \cdot 10^3$
Sypná objemová hmotnost ρ_s / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ /	$0,2 - 0,35 \cdot 10^3$	$0,4 - 0,6 \cdot 10^3$
Měrný povrch S / $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ /	cca $100 \cdot 10^3$	$5 - 40 \cdot 10^3$
Velikost základního zrna $\bar{x}_{NE}$ / μm /	0,015	$0,04 - 0,3$
Velikost sekundárních agregátů $\bar{x}_{50}$ / μm /	--	$6,5 - 16$
Vlhkost prášku w /%/	--	$0,2 - 0,4^{x/}$

Složitá struktura prášku dává předpoklad ke komplikovanému vazebnému působení. Třecí vazby, jako vazby spojené s vnějším silovým působením /ve volně sypaném prášku především s gravitací/, naleznou největší uplatnění v souvislosti s vazebným působením sekundárních částic agregátní povahy. Stupeň agregace, který

x/ V celém rozsahu práce bylo prováděno hodnocení "suchých" prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ bez lubrikantů a vlhkost, jako kontrolovaný faktor, nevybočila z uvedených mezí.

souvisí s kalcinančními podmínkami, je dán střední velikostí sekundárního zrna /agregátu/ a je jedním z dominantních faktorů určujících sypné vlastnosti prášku. Sypný úhel, který je nejjednodušším kvantitativním vyjádřením působení uvedených vazeb, je pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nereprezentativní /18/, což lze vzhledem ke značné disperzi prášku vysvětlit působením vazeb s vnitřním silovým působením. Ty se uplatňují jednak jako křehké vazby částečně zesintrovaných základních částic /v sekundární agregáty/, jednak jako vazby poddajné, které se projevují v adhezním chování sekundárních částic shlukováním v makročástice terciální.

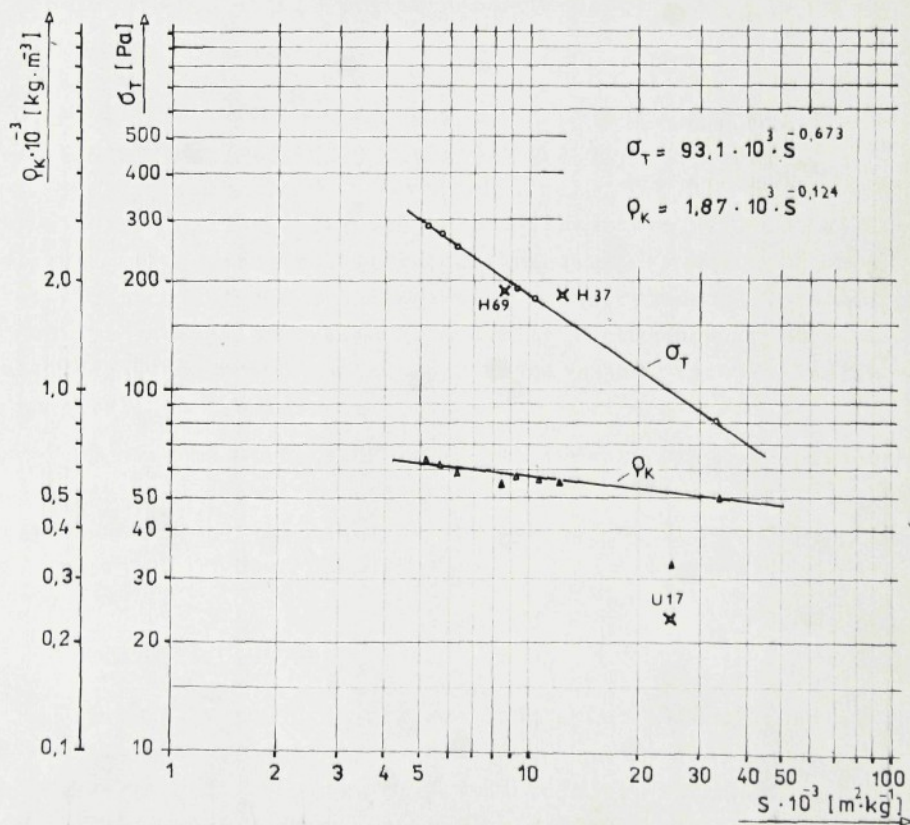
Míra uplatnění jednotlivých vazeb limituje chování prášku v mechanických operacích, proto byla tato otázka sledována podrobněji.

Snaha definovat autohezní vlastnosti prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nejjednodušším způsobem vedla k stanovování tahových pevností prášku. Aplikací poměrně precizní metodiky /41/ měření na upraveném přístroji z Ústavu chemické techniky ČSAV byly proměřeny tahové pevnosti souboru prášků a stanoveny základní korelace s dalšími geometrickými charakteristikami, zejména s měrným povrchem. Vlastní měření bylo prováděno tak, že jednoosým stlačením připravená /konsolidovaná/, rozměrově definovaná válcová tableta byla zatěžována tahem v ose kolmé na předchozí osu konsolidačního tlaku σ_k a destrukční síla byla následně přepočítána na napětí definující pevnost konsolidovaného prášku v tahu σ_T .

Naměřená hodnota je poměrně komplikovanou funkcí vlastností prášku a okrajových podmínek měření, zejména velikosti konsolidačního napětí σ_k a doby konsolidace t . Pro určení vztahu měrného povrchu S a tahové pevnosti prášku σ_T byly na základě experimentálních podmínek zpracovaných v /10/ stanoveny konstantní hodnoty doby konsolidace $t = 180$ s a konsolidačního napětí $\sigma = 0,125$ MPa. Z důvodů eliminace vlivu dalších vlastností byly pro prášky označené L1 - L6, které byly připraveny kalcinací v laboratorních podmínkách, stanoveny objemové hmotnosti po konsolidaci ρ_k a příslušné tahové pevnosti σ_T za uvedených konsolidačních podmínek /tab. 4.II/.

TABULKA 4.II Tahová pevnost a objemová hmotnost po konsolidaci

Vlastnost Prášek	$S \cdot 10^{-3}$ /m ² · kg ⁻¹ /	$\bar{x}_{50}$ / μm/	ρ_K /kg · m ⁻³ /	σ_T /Pa/
L 1	5,3	7,9	622,6	290,0
L 2	5,8	7,9	620,2	278,7
L 3	6,4	7,6	581,2	244,9
L 4	9,3	7,7	576,4	198,2
L 5	10,5	7,3	550,7	187,3
L 6	33,3	7,3	495,8	84,2



Obr. 4.2 Závislost tahové pevnosti a objemové hmotnosti po konsolidaci na měrném povrchu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Statistickým zpracováním naměřených hodnot byly stanoveny významné korelace tahové pevnosti i objemové hmotnosti po konsolidaci a měrného povrchu prášků. Výsledky včetně regresního vyjádření příslušných závislostí jsou přehledně graficky shrnuty v obr. 4.2, z kterého je zřejmý :

- a/ Pokles tahové pevnosti, t.j. snižování autoheze prášku, i snižování objemové hmotnosti po konsolidaci s rostoucím měrným povrchem přibližně lineárně.
- b/ Charakteristický bezrozměrný poměr $\vartheta = \sigma_T / \sigma_K$ má hodnoty řádově 10^{-3} a jeho hodnota s rostoucím měrným povrchem klesá od hodnoty $\vartheta = 2,3 \cdot 10^{-3}$ při $S = 5,3 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$ na hodnotu $\vartheta = 0,7 \cdot 10^{-3}$ při měrném povrchu $S = 33 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$.

4.2 V o l b a v ý s t u p n í c h v e l i č i n a m e - t o d y j e j i c h u r č o v á n í

V předchozích publikovacích pracích autora /17, 19, 45/ byl aplikací metod plánovaného ortogonálního experimentu hodnocen proces zhutňování jen kvalitativně a zprostředkovaně, přičemž hodnotícím kritériem byl podíl nekvalitní produkce /výmetu/ k celkovému sledovanému množství produkce v jednotlivých fázích výroby výlisků trubic.

Ve snaze kvantifikovat vztah vlastností prášku a aplikované napjatosti k vlastnostem výlisku pomocí fyzikálních veličin byla zde jako hodnotící kritéria použita objemová hmotnost výlisků ϱ a jejich ohybová pevnost σ_p .

4.2.1 Objemová hmotnost

Objemová hmotnost je základní charakteristikou určující reálné zhutnění výlisků a je zároveň základním údajem pro výpočet pórovitosti nebo dalších charakteristik zhutnění, které určují deformační zpevnění materiálu a pevnost výlisku. Kromě toho její dosažená hodnota podmiňuje slinovací schopnost materiálu v žárových operacích, dosaženou objemovou hmotnost

po sintrování i velikost výsledného smrštění výlisku. Protože přesnost určení objemové hmotnosti podmiňuje platnost dále prováděných závěrů, byla jejímu experimentálnímu zjišťování věnována značná pozornost.

Pro stanovení objemové hmotnosti syrových výlisků není zpravidla možné určovat objem vzorku klasickými metodami, t.j. pyknometricky, nebo dvojím vážením na vzduchu a ve vodě, vzhledem k nasákavosti výlisku, která zároveň vede k jeho degradaci. Přesné stanovení objemu geometricky není také možné, neboť pro izostaticky lisované vzorky je dominantní vlastností rovnoměrné zhutnění /oprávněný předpoklad $\rho = \text{konst.}$ / ovšem na úkor geometrické přesnosti výlisků. Důsledkem je chyba stanovení objemové hmotnosti cca $\pm 2,5 \%$, což je z hlediska níže prováděných závěrů považováno za neúnosné.

Princip použité metody určování objemu vzorků spočívá ve dvojím vážení, avšak namísto vody byla použita rtuť. Protože vzorky keramiky ve rtuti plavou, musí být do ní vtlačovány a vahami je s analytickou přesností zjišťována síla k tomu potřebná, která zvětšená o sílu tíže je přesně rovna vztlaku tělíska ve rtuti a z Archimedova zákona je pak snadné spočítat objem tělíska.

Realizace uvedené jednoduché metody vedla ke konstrukci přístroje, popsaného autorem podrobně v /42/. Při vlastním měření bylo postupováno vždy metodou čtyřnásobného vážení.

Kontrola reprodukovatelnosti metody byla prováděna na vzorcích připravených z trubic izostaticky vylisovaných tlakem ≈ 250 MPa z prášku označeného dále H 69. Řezem kolmo na osu trubice byly připraveny dvě skupiny válcových dutých vzorků s výškami $v_1 = 15$ mm a $v_2 = 3$ mm vždy po deseti vzorcích. Hodnoty naměřených objemových hmotností jsou v tabulce 4.III.

TABULKA 4.III Kontrola reprodukovatelnosti měření objemové hmotnosti

V e l k ý v z o r e k		M a l ý v z o r e k	
Číslo vzorku	Objemová hmotnost /kg m ⁻³ /	Číslo vzorku	Objemová hmotnost /kg m ⁻³ /
I/1	1 858,1	II/1	1 854,1
I/2	1 858,7	II/2	1 854,5
I/3	1 858,9	II/3	1 854,7
I/4	1 859,7	II/4	1 855,2
I/5	1 859,9	II/5	1 855,4
I/6	1 860,2	II/6	1 855,7
I/7	1 860,4	II/7	1 856,1
I/8	1 860,7	II/8	1 856,7
I/9	1 861,8	II/9	1 856,9
I/10	1 862,1	II/10	1 857,4
Průměr	1 860,1	Průměr	1 855,6
Rozptyl	1,656	Rozptyl	1,208

Z naměřených hodnot byly stanoveny průměry a výběrové rozptyly experimentální chyby. F - test ukázal, že platí $\sigma_1^2 = \sigma_{II}^2 = \sigma^2$, neboť testová charakteristika

$$F = \frac{s_1^2}{s_{II}^2} = 1,372 < F_{KR} = F_{0,05}(9,9) = 3,18.$$

Provedený t - test prokázal, že rozdíl průměrných hodnot je významný a jeho příčinu je nutno rozebrat podrobněji.

Vezmeme-li v úvahu, v souladu se závěry v /42/, skutečnost, že rtuť nesmáčí na rozdíl od vody povrch keramických hmot, lze předpokládat na povrchu vzorků vrstvičku adsorbovaného vzduchu a navíc vzhledem k velkému povrchovému napětí nevyplní rtuť dokonale všechny nerovnosti povrchu. V každém případě budou hodnoty objemu zjištěné ve vodě menší, než objemy zjištěné ve rtuti, tedy objemová hmotnost zjištěná ve vodě je větší než ve rtuti - měření je zatíženo systematickou chybou, která pro použité vzorky činí cca 1 - 2 %.

Uvážíme-li existenci vzduchové vrstvy, je zřejmé /a výše experimentálně potvrzené/, že pro menší vzorky s větším poměrem povrch : objem bude rozdíl od skutečné hodnoty větší. Pro rozdíl skutečné ρ a naměřené $\bar{\rho}$ lze snadno odvodit vztah

$$\rho = \bar{\rho} (1 + \frac{P}{V} \cdot t) , \quad /4.1/$$

kde (P/V) je podíl povrchu vzorku ku jeho objemu $/m^{-1}/$ a t je efektivní vzduchová vrstvička $/m/$. Pro dvě hodnoty naměřené objemové hmotnosti při známých, ale rozdílných hodnotách poměru (P/V) , lze vypočítat tloušťku vzduchové vrstvy t ze vztahu

$$t = \frac{1 - \frac{\rho_1}{\rho_2}}{\frac{\rho_1}{\rho_2} (\frac{P}{V})_1 - (\frac{P}{V})_2} . \quad /4.2/$$

Hodnoty poměru (P/V) byly vypočteny z geometrických rozměrů vzorku pomocí vztahu

$$\frac{P}{V} = \frac{4}{D - d} + \frac{2}{v} , \quad /4.3/$$

kde d , D jsou vnitřní, resp. vnější průměr vzorku a v je výška vzorku.

Pro hodnoty $d = 9,3$ mm, $D = 12,5$ mm, $v_1 = 15$ a $v_2 = 3$ mm byly s přesností zaručeně větší než ± 10 % vypočteny hodnoty

$$(\frac{P}{V})_1 = 1,383 \cdot 10^3 /m^{-1}/ \text{ a } (\frac{P}{V})_2 = 1,917 \cdot 10^3 /m^{-1}/$$

a pro efektivní tloušťku vrstvy vzduchu hodnota $t = 4,2^{+0,5} \cdot 10^{-6}$ m, která dovoluje pro známý poměr (P/V) vzorku provést korekci naměřené hodnoty objemové hmotnosti $\bar{\rho}$ pomocí vztahu /4.1/. Např. pro hodnoty uvedené v tab. 4.III je skutečná hodnota $\rho = 1,871 \pm 0,001 /kg m^{-3}/$.

Při pětinasobném opakování měření a splnitelném předpokladu, že chyba stanovení poměru (P/V) nepřesáhne $\pm 10\%$, bude při srovnatelné kvalitě povrchu vzorků dosažitelná hodnota přesnosti určení objemové hmotnosti po provedené korekci $\pm 0,003 \cdot 10^3 kg m^{-3}$, což představuje relativní chybu menší, než 0,5%, která je z hlediska dalšího postupu experimentální práce přijatelná.

4.2.2 Ohybová pevnost

Ohybová pevnost syrového výlisku, jako doplňkové hodnotící kritérium, byla volena především z důvodu experimentálních /nej- snadněji měřitelný pevnostní údaj/, avšak pevnost u izostaticky lisovaného výlisku je důležitou charakteristikou především vzhledem k nutnosti dodatečného obrábění.

Pro vlastní měření ohybové pevnosti syrových výlisků byla zvolena metoda tříbodového ohybu, přičemž experimentální podmínky byly voleny z několika hledisek. Jednak z hlediska technologických možností přípravy vzorků, jednak z technických možností použitého trhacího zařízení při současné snaze přiblížit se podmínkám normy DIN 51 030 a DIN 51 090 /ČSN 72 50 17, určená pro měření ohybových pevností keramických výrobků vypálených, nevyhovuje/.

A. Měřicí zařízení

Vzhledem k tomu, že jednoúčelové speciální zařízení nebylo k dispozici, bylo pro měření využito trhací zařízení ZT - 4 fy Turingia NDR, určeného pro měření tahové pevnosti textilních vláken. Pro měření ohybové pevnosti výlisků trubíc bylo opatřeno speciálním přípravkem, podrobně popsáným v práci /18/, který dovolil simulovat konstantní zátěžnou rychlost $1,6 \text{ N s}^{-1}$ při měřicím rozsahu zátěžných sil 40 N a vzdálenosti pevných opor 100 mm.

B. Příprava vzorků

Z metodického hlediska by bylo nejsprávnější používat pro měření pevností vzorky konstantních rozměrů. To však není u izostaticky lisovaných vzorků možné bez dodatečného obrábění. Vzorek v syrovém stavu nelze obrábět, nehledě k tomu, že u křehkého výlisku každá mechanická úprava povrchu vnáší do vzorku dodatečné trhliny s podstatným vlivem na pevnost.

Měření pevností bylo z uvedených důvodů realizováno přímo na trubících připravených postupem uvedeným v kap. 4.4.1. Takto připravené vzorky mají konstantní vnitřní průměr $d = 9,3 \text{ mm}$, vnější průměr $D = 12 - 13 \text{ mm}$ v závislosti na podmínkách plnění a velikosti lisovacího tlaku. Pro měření byly vybrány vzorky

jejichž ovalita, t.j. kolísání vnějšího průměru po obvodu nepřesáhlo $\pm 0,1$ mm. Střed trubice v místě budoucí lomové plochy byl označen a čtyřikrát opakovaným měřením stanovena průměrná hodnota průměru D s přesností $\pm 0,05$ mm.

C. Postup měření

Vzorek umístěný do přípravku tak, aby označený průměr sledoval osu střední opory, byl postupně zatěžován. Destrukční síla byla přepočtena na momentové zatížení. O absenci tzv. slabých článků svědčil fakt, že k lomu docházelo v naprosté většině případů v místě největšího momentového zatížení. Ohybová pevnost byla vypočtena ze vztahu

$$\sigma_{p_0} = \frac{M_0}{W_0} \quad , \quad /4.4/$$

$$\text{kde } M_0 = \frac{F \cdot l}{4} \quad \text{a } W_0 = \frac{\pi D^3}{32} \cdot \left[1 - \left(\frac{d}{D}\right)^4\right],$$

přičemž značí F zátěžnou destrukční sílu, l vzdálenost opor, D vnější průměr vzorku a d vnitřní průměr vzorku.

D. Kontrola reprodukovatelnosti metody

Pro kontrolu reprodukovatelnosti měření bylo použito experimentálních hodnot 5-ti, resp. 10-ti kvalitativně shodných vzorků /z téhož prášku dále označovaného H 69, odlisovaných v jednom pracovním cyklu tlakem cca 180 MPa/. Pro měření 10 x opakované byla zjištěna průměrná hodnota pevnosti $\bar{\sigma}_{p_0} = 1,019$ MPa a výběrový rozptyl $s^2 = 1,647 \cdot 10^{-3}$. Intervalovým odhadem byl zjištěn interval konfidence $\langle 0,990; 1,015 \rangle$ MPa, v němž s 95 % - ní pravděpodobností skutečná hodnota leží a chyba měření přitom činila méně než ± 3 %. Zároveň bylo testováno, že redukováním počtu opakovaných měření na pět bude chyba menší než ± 5 % a konfidenční interval se rozšíří na $\langle 0,963; 1,055 \rangle$ MPa.

Ze stanovených intervalů spolehlivosti je možno usuzovat na poměrně dobrou reprodukovatelnost měření, která je jednak důsledkem vhodnosti zvolené metodiky, ale především důsledkem pevnostní homogenity vzorků získaných izostatickým lisováním. Lze konstatovat, že zvolená metodika je vhodná pro zjišťování relativních rozdílů statických ohybových pevností vzorků. Objektivita absolutních

hodnot naměřených pevností je omezena zvolenými uzanci /velikost a tvar vzorku, okrajové podmínky měření/ a nedovoluje odhalit další vlivy /vliv velikosti vzorku a povrchové kvality/ specifikované Weilbulovou statistickou teorií pevnosti, k tomu nutný rozbor přesahuje rámec práce.

4.3 V ý b ě r n e z á v í s l e p r o m ě n n ý c h f a k t o r ů

Výběr nezávisle proměnných faktorů ovlivňujících zhuštění a ohybovou pevnost vycházel jednak z rozboru uvedeného v kap. 1., jednak z omezení souvisejících s použitým experimentálním zařízením a také z respektování charakteru zpracovávaného práškového materiálu. Jako proměnné vstupní faktory byly nakonec zvoleny :

- a/ Vlastnosti prášku Al_2O_3 ;
- b/ Nejvyšší úroveň lisovacího tlaku;
- c/ Okrajové podmínky napjatosti /lisovací způsob/.

4.3.1 Vlastnosti prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Komplikovanost popisu vlastností prášku umožnila zachytit vliv změn těchto vlastností pouze kvalitativně na třech úrovních. Experimentálně byly sledovány tři základními vlastnostmi se lišící prášky označené dále H 69, H 37 a U 17 /z komerční provenience/ podle vzestupných hodnot základní strukturální charakteristiky - měrného povrchu. Kvantitativní vyjádření jejich dostupných základních charakteristik je shrnuto v tab. 4.IV a navíc distribuce velikostí sekundárních částic je uvedena na obr. 4.1. Vliv rozdílů dalších vlastností těchto tří prášků se projevuje v jejich autohezních vlastnostech, které se vymykají závislostem na obr. 4.2. Údaje v následující tabulce jsou doplněny vlastnostmi prášku H 69 mletého 32 hodin v kulovém mlýnu za sucha bez intenzifikátorů mletí /podrobněji v kap. 4.4.3/.

TABULKA 4.IV Základní vlastnosti použitých prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Prášek Vlastnost	H 69	H 37	U 17	H 69 ml
Měrný povrch $S / \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1} /$	$8,6 \cdot 10^3$	$12,4 \cdot 10^3$	$25,3 \cdot 10^3$	$8,5 \cdot 10^3$
Velikost základního zrna $\bar{x}_{NE} / \mu\text{m} /$	0,17	0,12	0,06	0,17
Střední velikost agregátů $\bar{x}_{50} / \mu\text{m} /$	7,2	6,5	9,9	< 2
Sypná obj. hmotnost $\rho_s / \text{kg} \cdot \text{m}^{-3} /$	$0,34 \cdot 10^3$	$0,31 \cdot 10^3$	$0,33 \cdot 10^3$	$0,72 \cdot 10^3$
Objemová hmotnost po konsol. $\rho_k / \text{kg} \cdot \text{m}^{-3} /$	$0,56 \cdot 10^3$	$0,56 \cdot 10^3$	$0,44 \cdot 10^3$	$1,04 \cdot 10^3$
Tahová pevnost $\sigma_T / \text{Pa} /$	193 ± 8	236 ± 8	21 ± 14	--

Pozn.: Konsolidováno tlakem $\sigma_k = 0,125 \text{ MPa}$ po dobu $t = 180 \text{ s}$.

4.3.2 Lisovací tlak

Nejvyšší úroveň lisovacího tlaku p_L , t.j. hydrostatického tlaku kapalného média v tlakové komoře izostatického lisu během lisovacího cyklu, byla brána za reprezentativní charakteristiku aplikované napjatosti.

A. Použité experimentální zařízení

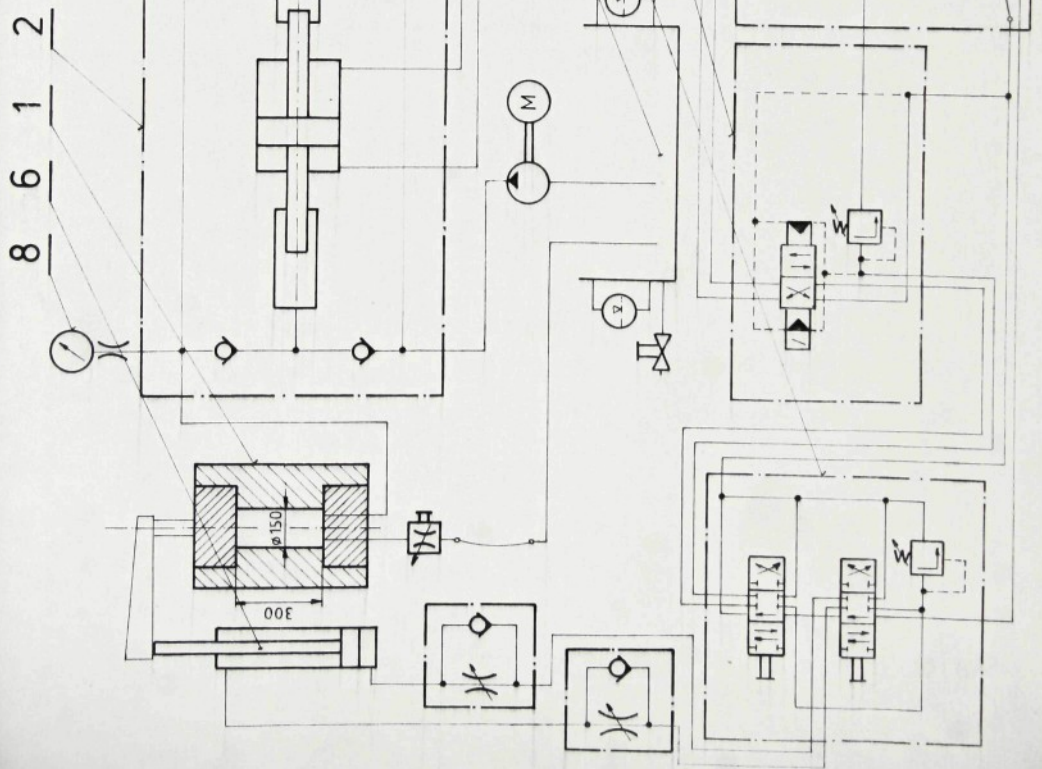
Pro izostatické lisování vzorků v celém průběhu experimentálních prací byl použit laboratorní izostatický lis CJZ 4/0103 /obr. 4.3/ s válcovým pracovním prostorem tlakové komory $\phi 150 \text{ mm}$, výška 300 mm , určený pro maximální provozní tlak 420 MPa .

Vzhledem k požadovaným vysokým tlakům a také proto, že tlakovým médiem je voda upravená nepatrným přídatkem lubrikantů, je tlakový obvod rozdělen na dvě části. Vysokotlaká část obsahuje tlakový

Obr. 4.3 Hydraulický obvod izostatického lisu CJZ 4/0103

L_e_g_e_n_d_a :

- 1 - Tlaková nádoba;
- 2 - Multiplikátor;
- 3 - Nádoba s pracovní kapalinou vysokotlakového obvodu;
- 4 - Rozvaděč ručního ovládání pracovního cyklu;
- 5 - Rozvaděč nízkotlaké kapaliny pro pohon multiplikátoru;
- 6 - Hydraulický válec víka tlakové nádoby;
- 7 - Hydraulický agregát nízkotlakového obvodu;
- 8 - Manometr pro měření lisovacího tlaku.



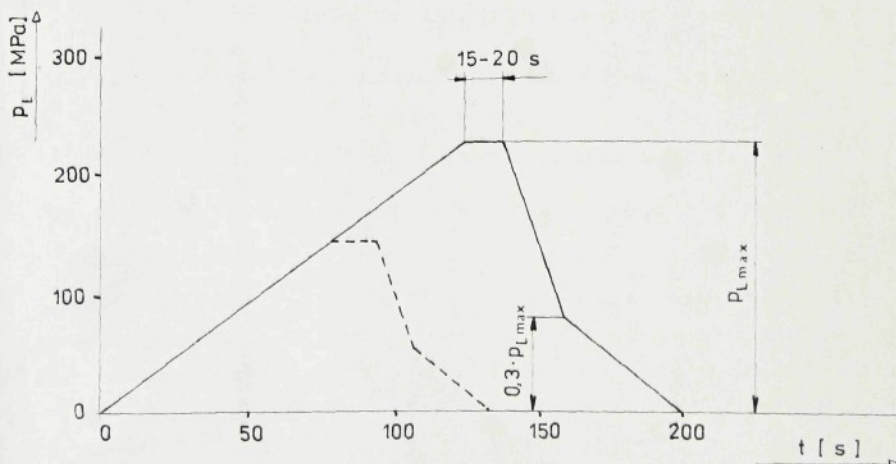
multiplikátor 2, kterým je dosahováno pracovního lisovacího tlaku v tlakové komoře 1. Nízkotlaká část slouží jednak k pohonu multiplikátoru, jednak zahrnuje hydraulický pohon pomocných mechanismů 6. Funkce tlakového obvodu lisu je zřejmá ze schematu.

B. Měření hodnot lisovacího tlaku

Skutečné hodnoty lisovacího tlaku byly měřeny přímým odečítáním ze stupnice deformačního tlakoměru 8, fy VIKA 0 - 6000 kp.cm^{-2} s dělením stupnice po 100 kp.cm^{-2} , třídy přesnosti 1,5 %. Systematická chyba manometru byla eliminována korekcí odečítaného tlaku z cejchovní tabulky manometru a hodnoty tlaku byly přepočteny do SI soustavy na jednotky MPa.

C. Průběh lisovacího cyklu

Časový průběh lisovacího cyklu, t.j. rychlost tlakování, výdrž i dekomprese byly udržovány na konstantní úrovni tak, aby v mezích možností ruční regulace izostatického lisu byl dodržen pracovní diagram /obr. 4.4/ s vyloučením tlakových rázů během dekomprese.



Obr. 4.4 Pracovní režim tlakování a dekomprese /schematicky/

4.3.3 Okrajové podmínky napjatosti a přetvoření

Vliv okrajových podmínek na výsledné zhutnění byl sledován kvalitativně. Byl porovnáván účinek lisovacího tlaku při izostatickém lisování trubic /předpokládaný případ rovinného přetvoření/ a izostatickém lisování v "mokrém" formě /případ izotropní napjatosti/.

4.4 Experimentální postup s vyhodnocením výsledků

Vlastní experimentální práce byla rozdělena do dvou dílčích etap :

I. etapa - Nalezení kvalitativních závislostí mezi vybranými proměnnými faktory, výsledným zhutněním a ohybovou pevností výlisků a to prověřením vlivu :

- a/ materiálových vlastností prášku a lisovacího tlaku na výsledné zhutnění a ohybovou pevnost trubic;
- b/ lisovacího způsobu na výsledné zhutnění v celém prakticky využitelném rozsahu lisovacího tlaku.

II. etapa - Podrobnější zhodnocení významných korelací.

4.4.1 Experimentální postup a vyhodnocení I. etapy

A. Zjišťování vlivu vybraných faktorů na velikost zhutnění a ohybovou pevnost výlisků

Pro hodnocení vlivu vlastností prášku a lisovacího tlaku na výsledné zhutnění a ohybovou pevnost výlisků byly oba proměnné faktory měněny na třech úrovních. Lisovací tlak v úrovních 100, 180 a 250 MPa a vlastností prášku kvalitativně použitím rozdílných prášků H 69, H 37 a U 17. Experimentálně byly prověřovány všechny kombinace sledovaných úrovní v devíti experimentálních bodech. Pro každý experimentální bod bylo připraveno vždy deset vzorků.

a/ Postup přípravy vzorků

Vzorky /trubice/ byly připraveny jednotným experimentálním postupem. Pryžové formy opatřené zátkou a trnem byly vibračně naplněny vibračním plnicím zařízením srázovými impulsními vibracemi při rezonančním naladění systému plnicí kontejner - vibrator, podrobněji v /44/. Parametry vibrací, t.j. frekvence $f = 25$ Hz, měřená čítačem BM 530, dynamické parametry vibrací /výchylka $0,005$ m, rychlost $0,03 - 0,05$ ms⁻¹ a zrychlení $90 - 100$ ms⁻²/, měřené pomocí vibrometru RFT SM - 311 s piezoelektrickými snímači KD 35 a osciloskopem TESLA OPD-80 U, a doba plnění $t = 180$ s byly udržovány v mezích možností zařízení na konstantní úrovni. Tím byly vytvořeny předpoklady pro dosažení poměrně stabilního hmotnostního naplnění forem s minimálními odchylkami průměrů trubíc po odlisování daným tlakem /max. $\pm 0,1$ mm od jmenovitého průměru/. Po uzavření zátek a "o" - kroužky a vložení do autoklávu izostatického lisu bylo provedeno odlisování.

Vzorky odpovídající jedné úrovni lisovacího tlaku byly odlisovány vždy v pěti pracovních cyklech lisu. V každém lisovacím cyklu bylo odlisováno 12 trubíc po čtyřech trubicích každého z prášků H 69, H 37 a U 17. Vždy dvě trubice z každého lisovacího cyklu a téhož prášku byly použity pro přípravu vzorků k měření objemové hmotnosti, dvě pro přípravu vzorků k měření ohybové pevnosti. Tímto způsobem byl eliminován na dosažitelné minimum vliv chyby nastavení požadované hodnoty lisovacího tlaku.

Průměrná hodnota naměřené objemové hmotnosti /resp. ohybové pevnosti/ z každé dvojice vzorků byla po vzestupném uspořádání hodnot zahrnuta do tab. 4.V, resp. tab. 4.VI, tak, aby soubor naměřených dat odpovídal zvolené metodice hodnocení pomocí analýzy rozptylu.

b/ Zpracování a zhodnocení výsledků

K objektivnímu zhodnocení vlivu obou faktorů na velikost zhuštění /ohybovou pevnost/ byl proveden test významnosti efektů zmíněných faktorů metodou analýzy rozptylu. Byl aplikován matematický model dvojného třídění při stejném počtu opakování

TABULKA 4.V Naměřené hodnoty objemových hmotností

Lis. tlak P_L /MPa/ Prášek \ ρ /kg m ³ /	99,8		176,8		245,8	
	naměř.	průměr	naměř.	průměr	naměř.	průměr
U 17	1582,1 1594,2 1598,3 1601,2 1602,3	1595,6	1761,8 1764,8 1764,9 1772,2 1788,2	1770,4	1860,2 1865,8 1867,6 1870,7 1871,6	1867,2
H 37	1584,2 1589,8 1591,7 1593,2 1610,5	1593,9	1786,2 1764,5 1769,2 1771,2 1772,6	1762,7	1845,5 1859,3 1861,2 1864,6 1867,1	1859,5
H 69	1571,8 1577,8 1591,3 1593,4 1606,2	1582,1	1766,1 1767,4 1769,8 1779,2 1780,7	1772,6	1851,7 1862,6 1867,2 1870,7 1871,2	1864,7

TABULKA 4.VI Naměřené hodnoty ohybových pevností

Lis. tlak /MPa/ Prášek \ σ_{p_0} /MPa/	99,8		176,8		245,8	
	naměř.	průměr	naměř.	průměr	naměř.	průměr
U 17	0,834 0,912 0,941 0,965 0,988	0,928	1,409 1,463 1,492 1,547 1,579	1,498	1,808 1,820 1,851 1,874 1,987	1,868
H 37	0,730 0,738 0,742 0,751 0,759	0,744	1,088 1,124 1,149 1,217 1,247	1,165	1,338 1,374 1,376 1,381 1,391	1,372
H 69	0,518 0,596 0,624 0,689 0,718	0,629	0,949 0,972 1,012 1,071 1,136	1,028	1,123 1,184 1,203 1,229 1,291	1,206

v každé podtřídě s respektováním možnosti interakce /15/. Uvedený matematický model předpokládá, že hodnotu výstupního kritéria y_{ij} při i -té úrovni faktoru "typ prášku" a j -té úrovni lisovacího tlaku lze vyjádřit vztahem

$$y_{ij} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \lambda_{ij} + e_{ij} \quad /4.5/$$

kde μ celková průměrná hodnota,
 α_i efekt i -té úrovně pro typ prášku,
 β_j efekt j -té úrovně lisovacího tlaku,
 λ_{ij} efekt interakce, vlastní určitým kombinacím úrovní obou faktorů v případě, že efekty nejsou aditivní a
 e_{ij} experimentální chyba.

Předpokládá se přitom splnění předpokladů :

- 1/ Pozorování jsou normálně rozdělena a mají stejný rozptyl,
- 2/ všechna pozorování jsou vzájemně nezávislá a
- 3/ pro součet efektů platí

$$\sum_i \alpha_i = \sum_j \beta_j = \sum_i \lambda_{ij} = \sum_j \lambda_{ij} = 0.$$

Použitý model dovoluje rozdělit celkovou proměnlivost, reprezentovanou součtem čtverců odchylek jednotlivých pozorování od celkového průměru, na samostatné složky příslušející zkoumaným faktorům. Dělením těchto složek příslušným počtem stupňů volnosti lze získat rozptyly příslušné jednotlivým faktorům /typu prášku s_1^2 , lisovacímu tlaku s_2^2 a interakci s_{12}^2 /. K testování významnosti jednotlivých složek bylo použito reziduálního rozptylu s^2 , který je nezávislým odhadem experimentální chyby a metody F-testu. Vypočtené podíly s_1^2/s^2 , s_2^2/s^2 , s_{12}^2/s^2 byly porovnány s příslušnou kritickou hodnotou $F_{KR} = F_\alpha$ na zvolené hladině významnosti $\alpha = 0,05$. V případě, že výše uvedené podíly překročí kritickou hodnotu F_α je příslušný efekt statisticky významný. Vzhledem k rozsáhlosti výpočtů byl pro tento test pracován program na samočinný počítač HP 9830 A.

Výsledky provedeného testu jsou přehledně uspořádány do tabulek 4.VII a 4.VIII a opravňují k těmto závěrům :

TABULKA 4.VII Analýza rozptylu - objemová hmotnost

Zdroj proměnlivosti	Součet čtverců	Stupeň volnosti	Rozptyl	F ? $F_{0,05}$	Významnost
Prášek	0,0003	2	$1,50 \cdot 10^{-4}$	$1,69 < 3,26$	ne
Lisovací tlak	0,5772	2	$2886 \cdot 10^{-4}$	$3217 > 3,26$	ano
Interakce	0,0007	4	$1,75 \cdot 10^{-4}$	$1,97 < 2,63$	ne
Rezudiální	0,0032	36	$0,888 \cdot 10^{-4}$	-- --	--
Celkem	0,5814	--	--	-- --	--

TABULKA 4.VIII Analýza rozptylu - ohybová pevnost

Zdroj proměnlivosti	Součet čtverců	Stupeň volnosti	Rozptyl	F ? $F_{0,05}$	Významnost
Prášek	1,0481	2	0,9024	$239,9 > 3,26$	ano
Lisovací tlak	3,9462	2	1,9731	$524,6 > 3,26$	ano
Interakce	0,1933	4	0,0483	$12,8 > 2,63$	ano
Reziduální	0,1354	36	$3,76 \cdot 10^{-3}$	-- --	--
Celkem	5,3220	--	--	-- --	--

1. Rozdíly ve vlastnostech použitých prášků neměly významný vliv na dosažené zhutnění, avšak mají prokazatelný vliv na ohybovou pevnost výlisků.
2. Monotónní růst objemové hmotnosti a ohybové pevnosti s lisovacím tlakem je významnou a dominantní charakteristikou.
3. Byla prokázána nevýznamnost interakce vlastnosti prášku - lisovací tlak pro dosažené zhutnění.
4. Tato interakce je však významná ve vztahu k dosažené ohybové pevnosti.

B. Zjišťování vlivu lisovacího tlaku a okrajových podmínek na výsledné zhutnění

Pro objektivní specifikaci vlivu okrajových podmínek při izostatickém lisování bylo porovnáváno výsledné zhutnění dané objemovou hmotností válcových vzorků s hydrostatickou napjatostí se vzorky trubic lisovaných také izostaticky, avšak při předpokladu rovinného přetvoření / $\epsilon_z = 0$ a $d\epsilon_z = 0$ /. Jde o faktor kvalitativní, proměnný na dvou úrovních. Na základě nevýznamnosti vlivu změn vlastností prášku na dosaženou objemovou hmotnost byl tento faktor neproměnný a pro hodnocení byl zde použit pouze prášek označený H 69. V obou případech byl za reprezentativní charakteristiku napjatosti brán lisovací tlak p_l tlakové kapaliny. Pro posouzení případné interakce /lisovací tlak - okrajové podmínky/ byl tlak měněn v pěti úrovních v rozmezí od 80 do 280 MPa.

a/ Příprava vzorků

Postup přípravy vzorků trubic byl identický s postupem popsaným v bodu A. Příprava válcových vzorků pro izotropní izostatické stlačování byla prováděna obdobně s tím rozdílem, že byly použity pryžové formy s velmi tenkou stěnou přibližně 0,05 - 0,1 mm tak, aby /v souladu s obr. 1.15/ nedocházelo vlivem interakce výlisku a formy k destrukci výlisků během dekomprese. Při lisování byly s ohledem na eliminaci chyby nastavení lisovacího tlaku oba typy vzorků lisovány současně a to v pěti cyklech pro každý lisovací tlak. V tab. 4.IX jsou, podobně jako v předchozím případě uváděny průměrné hodnoty dvojic měření z každého lisovacího cyklu.

b/ Způsob zpracování a vyhodnocení výsledků

Pro hodnocení vlivu okrajových podmínek zhutňování a lisovacího tlaku na dosaženou objemovou hmotnost byl opět aplikován výše popsaný model /4.5/, kdy pomocí počítače byla numericky zpracována data z tabulky 4.IX.

TABULKA 4.IX Naměřené hodnoty objemových hmotností

Lisovací tlak /MPa/	i z o s t a t i c k é l i s o v á n í			
	izotropní napjatost		rovinné přetvoření	
	ρ_i /kg m ⁻³ /	$\bar{\rho}$ /kg m ⁻³ /	ρ_i /kg m ⁻³ /	$\bar{\rho}$ /kg m ⁻³ /
79,9	1527,2	1539,6	1549,5	1559,3
	1536,3		1557,2	
	1538,2		1558,5	
	1544,8		1561,2	
	1551,6		1570,2	
99,8	1571,8	1588,1	1597,3	1610,2
	1577,8		1605,7	
	1591,3		1611,8	
	1593,4		1613,5	
	1606,2		1623,0	
145,8	1693,2	1711,9	1718,2	1725,7
	1708,1		1723,8	
	1716,4		1724,5	
	1717,7		1730,4	
	1724,2		1731,4	
197,3	1791,5	1797,4	1803,4	1814,7
	1793,8		1804,2	
	1796,5		1813,5	
	1801,2		1821,4	
	1803,8		1831,1	
275,7	1884,8	1893,5	1912,6	1929,3
	1886,2		1921,1	
	1891,6		1931,2	
	1902,1		1933,7	
	1902,9		1948,1	

TABULKA 4.X Analýza rozptylu - objemová hmotnost /lisovací způsob/

Zdroj proměnlivosti	Součet čtverců	Stupeň volnosti	Rozptyl	F ? F _{0,05}	Význam- nost
Okraj. podmínky	0,005914	1	5,914.10 ⁻³	58,8 > 4,08	ano
Lisovací tlak	0,876853	4	0,219213	2179 > 2,61	ano
Interakce	0,000714	4	1,786.10 ⁻⁴	1,77 < 2,61	ne
Reziduální	0,004024	40	1,006.10 ⁻⁴	-- --	--
Celkem	0,887505	--	--	-- --	--

Výsledky testu, které jsou tabelárně shrnuty v tab. 4.X, opravňují k těmto závěrům :

1. Byla potvrzena očekávaná významnost vlivu úrovně lisovacího tlaku na dosaženou objemovou hmotnost.
2. Vliv okrajových podmínek na dosaženou objemovou hmotnost je významný, t.j. vyšší hodnoty objemové hmotnosti při izostatickém lisování s izotropní napjatostí oproti izostatickému lisování s rovinným přetvořením jsou s 95 %-ní pravděpodobností důsledkem změny okrajových podmínek.
3. Interakce mezi úrovní tlaku a okrajovými podmínkami se ukázala ve vztahu k výsledné objemové hmotnosti jako nevýznamná, t.j. oba zkoumané faktory jsou aditivní.

4.4.2 Matematický model závislosti ohybové pevnosti trubíc na lisovacím tlaku a měrném povrchu prášku

Při hodnocení ohybové pevnosti analýzou rozptylu bylo zjištěno, že efekty obou sledovaných faktorů to jest typ prášku i lisovací tlak a dokonce též jejich vzájemná interakce jsou významné, proto byly uvedené efekty analyzovány podrobněji.

A. Vztah ohybové pevnosti a měrného povrchu prášku

S přihlédnutím ke skutečnosti, že v důsledku zhutňování agregátní struktura degraduje a pozbývá svou významnost, zůstává základní proměnnou charakteristikou použitých prášků velikost základního zrna reprezentovaná přesněji hodnotou měrného povrchu. Proto byl sledován vliv měrného povrchu prášku na hodnotu ohybové pevnosti při konstantním tlaku.

Při výběru souboru hodnocených prášků byly za základ vzaty prášky L1 až L6 z laboratorní kalcinace /viz kap. 4.2/ doplněné dalšími kalcináty L7 až L10, které byly obdobně kalcinovány v laboratorních podmínkách tak, aby byl rovnoměrně pokryt interval měrných povrchů $5,3 - 33,3 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$. Do tohoto

souboru byly zařazeny též dříve hodnocené. komerčně připravované prášky H 37, H 69 a U 17.

Vzorky trubíc byly připraveny dříve popsáním způsobem, přičemž izostatické lisování na konstantní lisovací tlak $p_L = 176,8$ MPa bylo prováděno při pěti lisovacích cyklech, v každém cyklu dvě trubice každého z prášků. Naměřené hodnoty pevností σ_{p_0} jsou vzestupně uspořádány do tab. 4.XI.

TABULKA 4.XI Naměřené hodnoty ohybové pevnosti /při $p_L = 176,8$ MPa/

Měrný povrch $S \cdot 10^{-3} / m^2 kg^{-1} /$		5,3	5,8	6,4	7,0	8,6	9,3
Ohybová pevnost /MPa/	$\sigma_{p_0}^i$	0,684	0,732	0,757	0,738	0,949	0,862
		0,739	0,764	0,823	0,819	0,972	0,994
		0,776	0,792	0,847	0,833	1,012	1,003
		0,794	0,835	0,860	0,865	1,071	1,089
		0,844	0,859	0,927	0,981	1,136	1,141
	$\bar{\sigma}_{p_0}$	0,767	0,796	0,843	0,847	1,028	1,018

pokračování tab. 4.XI

10,5	12,4	13,6	18,7	25,3	27,7	33,3
0,910	1,088	0,984	1,178	1,409	1,374	1,462
0,958	1,124	1,142	1,251	1,463	1,420	1,467
1,032	1,149	1,170	1,272	1,492	1,452	1,526
1,178	1,217	1,182	1,313	1,547	1,468	1,544
1,226	1,247	1,202	1,336	1,579	1,558	1,551
1,061	1,165	1,136	1,270	1,498	1,454	1,510

Z grafického vyjádření /obr. 4.4/ je patrný semilogaritmický průběh závislosti $\sigma_{p_0} = \sigma_{p_0}(S)$, který lze zapsat ve tvaru

$$\sigma_{p_0} = C + D \log S \quad /4.6/$$

kde C a D jsou /při $p_L = \text{konst}$ / konstanty.

Regresně metodou nejmenších čtverců byly pro hodnoty koeficientů C , D nalezeny výběrové odhady a jejich konfidenční intervaly $C = -2,930 \pm 0,123$, $D = 0,990 \pm 0,113$.

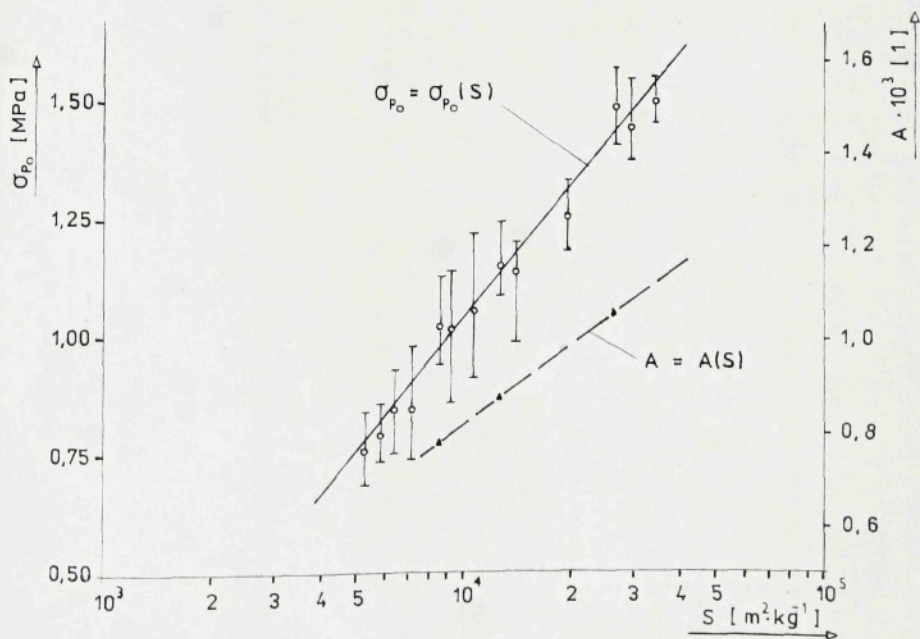
Provedený F - test adekvátnosti prokázal vhodnost navržené aproximující funkce, neboť rozptyl průměrů naměřených hodnot kolem regresní čáry $s_1^2 = 5,44 \cdot 10^{-3}$ je vysvětlitelný rozptylem experimentální chyby $s_r^2 = 6,539 \cdot 10^{-3}$, přičemž

$$F = \frac{s_1^2}{s_r^2} = 0,832 < F_{KR} = F_{0,05}(11, 52) = 1,975.$$

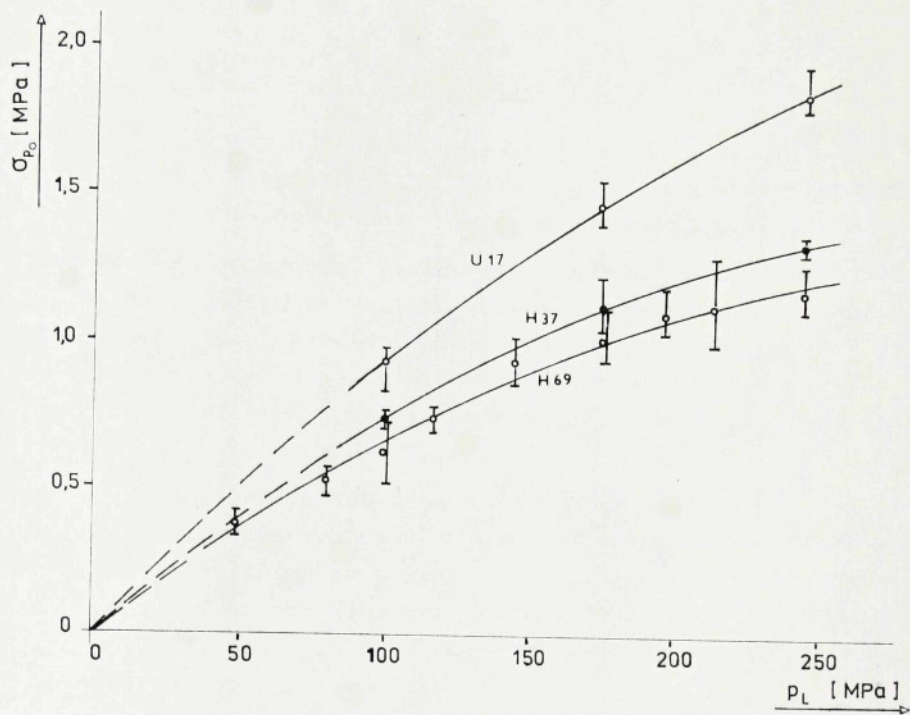
Navržený tvar funkce dostatečně přesně interpretuje sledovaný vztah, pro který lze psát

$$\sigma_{p_0} = -2,930 + 0,990 \cdot \log S \quad /4.7/$$

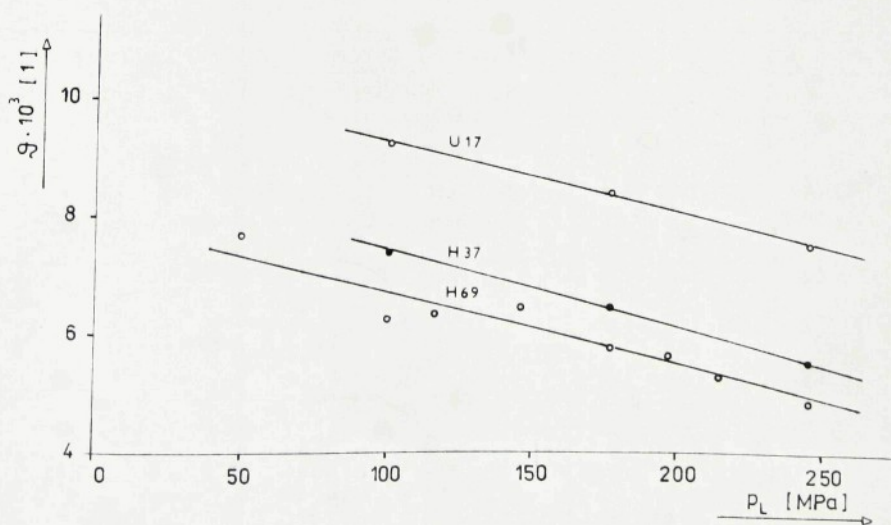
a z kterého při dosazení měrného povrchu S v $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ lze vypočítat σ_{p_0} v MPa, s omezením na interval měrných povrchů $5 \cdot 10^3$ až $35 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ a daný lisovací tlak $p_L = 176,8 \text{ MPa}$.



Obr. 4.5 Ohybová pevnost výlisků v závislosti na měrném povrchu prášku /závislost hodnot koeficientů $A = A(S)$ prášků H 37, H 69 a U 17/



Obr. 4.6 Ohybová pevnost σ_{p0} v závislosti na lisovacím tlaku



Obr. 4.7 Poměr $g = \sigma_{p0}/p_L$ v závislosti na lisovacím tlaku

B. Vztah ohybové pevnosti a lisovacího tlaku

Z grafického vyjádření v obr. 4.6 je zřejmé, že v reálném oboru lisovacích tlaků /0 - 300 MPa/ ohybová pevnost roste monotónně, přičemž rychlost změny $\partial\sigma_b/\partial p_L$ s rostoucím tlakem klesá.

Z hlediska posuzování kvalitativních změn vnitřních kon-
tákních vazeb částic ve výlisku je vhodné sledovat bezrozměrný
poměr $\mathfrak{F} = \frac{\sigma_{p_0}}{p_L}$ a jeho závislost na lisovacím tlaku. Z obr. 4.7 je
patrné, že tento vztah je ve sledovaném oboru lineární a navíc
směrnice regresních přímk je konstantní. Toto tvrzení je nutné
dokázat.

K podrobnějšímu popisu vztahu $\mathfrak{F} = \mathfrak{F}(p_L)$ resp. $\sigma_{p_0} = \sigma_{p_0}(p_L)$
byly pro prášek H 69 proměřeny ohybové pevnosti, kromě dříve namě-
řených experimentálních bodů /tab. 4.VI/ v dalších šesti expe-
rimentálních bodech pro lisovací tlaky v oboru 50 - 250 MPa. Namě-
řené hodnoty pevností pro všech devět hodnot lisovacího tlaku
jsou tabelárně uspořádány do tab. 4.XII.

TABULKA 4.XII Naměřené hodnoty ohybové pevnosti a poměru
při měrném povrchu prášku $S = 8,6 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$

Lisovací tlak p_L /MPa/	Ohybová pevnost		P o m ě r $\mathfrak{F} = \sigma_b/p_L$	
	$\sigma_{p_0}^i$ /MPa/	$\bar{\sigma}_{p_0}$ /MPa/	$\mathfrak{F}_i \cdot 10^3$	$\bar{\mathfrak{F}} \cdot 10^3$
48,7	0,328	0,376	6,73	7,72
	0,364		7,47	
	0,382		7,84	
	0,390		8,01	
	0,417		8,56	
79,9	0,465	0,521	5,82	6,52
	0,513		6,42	
	0,526		6,58	
	0,532		6,66	
	0,568		7,11	
99,8	0,518	0,629	5,19	6,30
	0,596		5,97	
	0,624		6,23	
	0,689		6,90	
	0,718		7,19	

pokračování tab. 4. XII

Lisovací tlak P_L /MPa/	Ohybová pevnost		P o m ě r $\bar{g} = \frac{\sigma_{p0}}{P_L}$	
	σ_{p0}^i /MPa/	$\bar{\sigma}_{p0}$ /MPa/	$\bar{g}_i \cdot 10^3$	$\bar{g} \cdot 10^3$
117,3	0,698	0,753	5,95	6,42
	0,745		6,35	
	0,761		6,49	
	0,772		6,58	
	0,789		6,73	
145,8	0,856	0,951	5,87	6,52
	0,928		6,36	
	0,952		6,53	
	0,981		6,73	
	1,038		7,12	
176,8	0,949	1,028	5,37	5,82
	0,972		5,50	
	1,012		5,72	
	1,071		6,06	
	1,136		6,43	
193,7	1,048	1,122	5,31	5,69
	1,107		5,61	
	1,120		5,68	
	1,126		5,71	
	1,209		6,13	
214,3	1,009	1,145	4,71	5,34
	1,071		5,00	
	1,102		5,14	
	1,217		5,68	
	1,325		6,18	
245,8	1,123	1,206	4,57	4,91
	1,184		4,82	
	1,203		4,89	
	1,229		5,00	
	1,291		5,25	

Regresně metodou nejmenších čtverců byla korelace naměřených dat aproximována přímkou ve tvaru

$$\bar{g}_{H69} = A + B \cdot P_L \quad /4.8/$$

a nalezeny hodnoty regresních koeficientů s příslušnými intervaly spolehlivosti

$$A = 7,85 \cdot 10^{-3} \pm 0,936 \cdot 10^{-3} \quad /1/$$

$$B = 1,160 \cdot 10^{-5} \pm 0,585 \cdot 10^{-5} \quad /MPa^{-1}/$$

a proveden test adekvátnosti přímkové aproximace.

Obdobně byly zhodnoceny naměřené hodnoty pevností prášků H 37 a U 17 a provedeny příslušné statistické testy. Pro srovnání jsou regresní koeficienty a testové charakteristiky uspořádány do tabulky 4.XIII.

TABULKA 4.XIII Regresní koeficienty a testové charakteristiky

Aproximační funkce			$\bar{y} = A + B p_L ; \sigma_{p_0} = A \cdot p_L + B \cdot p_L^2$			
Prášek	A	B	$\frac{s_r^2}{V_r}$	$\frac{s_1^2}{V_1}$	$\frac{s_1^2}{s_r^2}$	F_α
H 69	$7,845 \cdot 10^{-3}$	$-1,16 \cdot 10^{-5}$	$\frac{2,535 \cdot 10^{-7}}{36}$	$\frac{4,789 \cdot 10^{-7}}{7}$	1,889	< 2,28
H 37	$8,754 \cdot 10^{-3}$	$-1,281 \cdot 10^{-5}$	$\frac{0,785 \cdot 10^{-7}}{12}$	$\frac{0,144 \cdot 10^{-7}}{1}$	0,184	< 4,75
U 17	$10,481 \cdot 10^{-3}$	$-1,162 \cdot 10^{-5}$	$\frac{1,952 \cdot 10^{-7}}{12}$	$\frac{0,175 \cdot 10^{-7}}{1}$	0,089	< 4,75

C. Matematický model závislosti $\sigma_{p_0} = \sigma_{p_0}(p_L, S)$

Zjištěné aproximace vztahů $\sigma_{p_0} = \sigma_{p_0}(p_L)$ při $S = \text{konst}$ a $\sigma_{p_0} = \sigma_{p_0}(S)$ při $p_L = \text{konst}$ mají značně omezenou platnost. Snaha zobecnit získané poznatky vztahem ohybové pevnosti lisovacího tlaku a měrného povrchu vedla k následujícím úvahám.

Lze-li považovat závislosti

$$\sigma_{p_0} = A \cdot p_L + B \cdot p_L^2 \quad \text{při } S = \text{konst} \quad /4.9/$$

a

$$\sigma_{p_0} = C + D \cdot \log S \quad \text{při } p = \text{konst} \quad /4.10/$$

za ortogonální trajektorie plochy

$$\sigma_{p_0} = F(p_L, S) , \quad /4.11/$$

pak obecně je nutné považovat koeficienty A , B resp. C , D za funkce měrného povrchu, resp. tlaku, a psát

$$\sigma_{p_0} = A(S) \cdot p_L + B(S) \cdot p_L^2 \quad /4.12/$$

$$\sigma_{p_0} = C(p_L) + D(p_L) \cdot \log S \quad /4.13/$$

protože však z experimentálních údajů a provedené aproximace platí

$$\frac{\partial B(S)}{\partial S} = 0 \quad \text{a tedy} \quad B = \text{konst.} \quad /4.14/$$

lze pro konstantní tlak $p = K$ vztahy /4.12 a 4.13/ zapsat ve tvaru

$$\sigma_{p_0} = A(S) \cdot K + B \cdot K^2 \quad /4.15/$$

a

$$\sigma_{p_0} = \bar{C} + \bar{D} \cdot \log S, \quad /4.16/$$

kde B , $\bar{C} = C(p_L)|_{p_L=K}$, $\bar{D} = D(p_L)|_{p_L=K}$ jsou konstanty a $A(S)$ je funkcí měrného povrchu. Porovnáním vztahů /4.15/ a /4.16/ bude

$$A(S) \cdot K + B \cdot K^2 = \bar{C} + \bar{D} \cdot \log S \quad /4.17/$$

z toho

$$A(S) = \left(\frac{\bar{C}}{K} - B \cdot K \right) + \frac{\bar{D}}{K} \cdot \log S \quad /4.18/$$

označíme-li v tomto vztahu

$$a = \frac{\bar{C}}{K} - B \cdot K, \quad /4.19/$$

$$b = \frac{\bar{D}}{K} \quad \text{a} \quad c = B, \quad /4.20/$$

bude

$$A(S) = a + b \cdot \log S \quad /4.21/^{x/}$$

^{x/} Z obr. 4.4 je zřejmé, že experimentální hodnoty koeficientů $A(8600)$, $A(12\ 400)$ a $A(25\ 300)$ prášků H 69, H 37 a U 17 jsou ve velmi těsné korelaci podle aproximujícího vztahu /4.21/.

a dosazením do vztahu /4.12/ obdržíme konečný vztah

$$\sigma_{p_0} = (a + b \cdot \log S) \cdot p_L + c \cdot p_L^2, \quad /4.22/$$

který je hledaným matematickým modelem. Konstanty ve vztahu /4.22/ je nutno hledat experimentálně.

Pro regresní určení hodnot koeficientů a , b , c metodou nejmenších čtverců byly použity experimentální výsledky 25-ti experimentálních bodů uvedených v tab. 4.VI, 4.VII a 4.XI, průměrné hodnoty naměřených $\bar{\sigma}_{p_0}$, rozpětí experimentálních hodnot, pevnost vypočtená z modelu $\sigma_{p_0}^M$ a rozdíly $\bar{\sigma}_{p_0} - \sigma_{p_0}^M$ jsou shrnuty do tab. 4.XIV.

TABULKA 4.XIV Naměřené a vypočtené hodnoty ohybové pevnosti

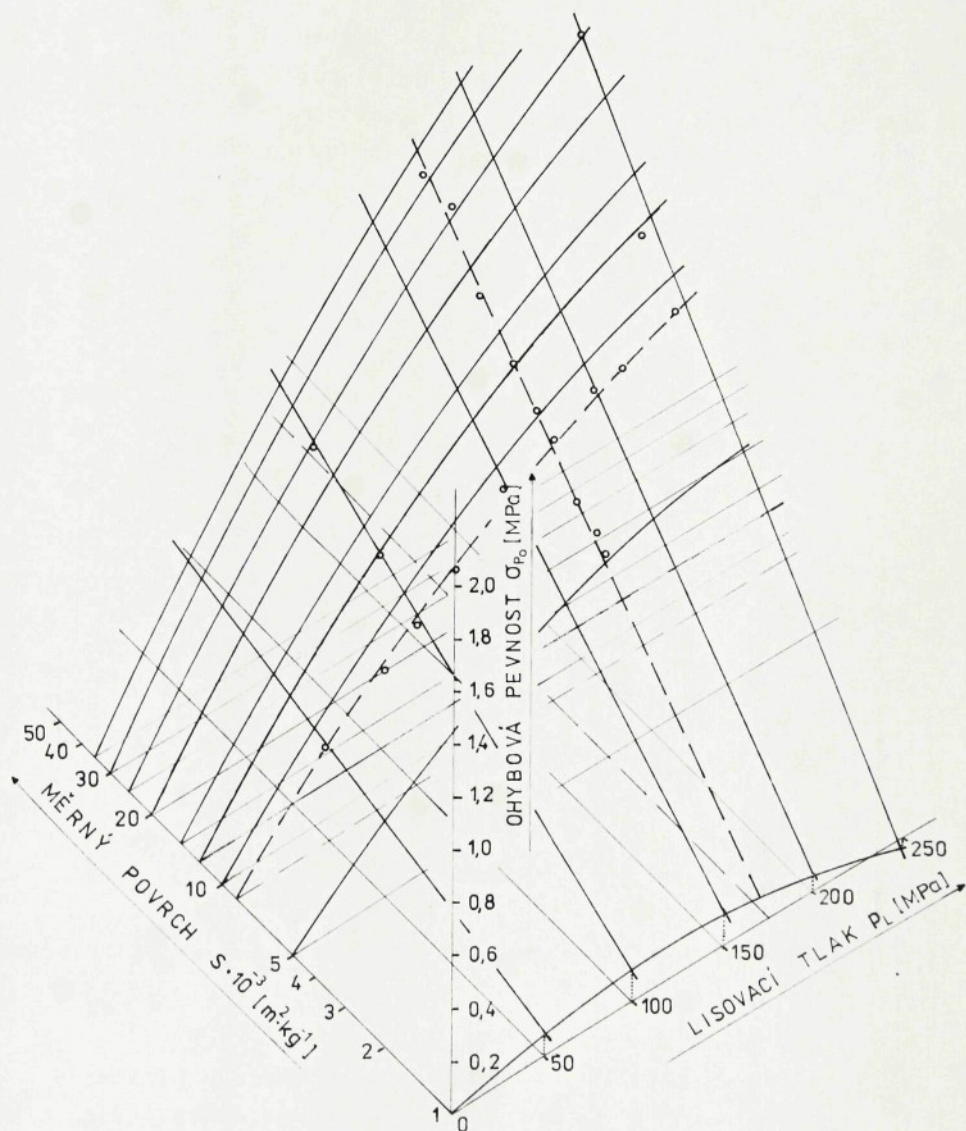
Lisovací tlak p_L /MPa/	Měrný povrch $S \cdot 10^{-3}$ /m ² kg ⁻¹ /	O h y b o v á p e v n o s t		Rozdíl $\bar{\sigma}_{p_0} - \sigma_{p_0}^M$ /MPa/
		naměřená $\bar{\sigma}_{p_0}$ /MPa/	vypočtená $\sigma_{p_0}^M$ /MPa/	
99,8 176,8 245,8	25,3	0,928 1,498 1,868	0,899 1,444 1,822	0,029 0,054 0,046
99,8 176,8 245,8	12,4	0,744 1,165 1,372	0,730 1,145 1,407	0,014 0,020 - 0,035
99,8 176,8 245,8	8,6	0,629 1,028 1,206	0,643 0,092 1,194	- 0,014 0,036 0,012
176,8	5,3	0,767	0,789	- 0,022
	5,8	0,796	0,827	- 0,031
	6,4	0,843	0,868	- 0,025
	7,0	0,847	0,905	- 0,058
	9,3	1,018	1,024	- 0,006
	10,5	1,061	1,075	- 0,014
	13,6	1,136	1,183	- 0,047
	18,7	1,270	1,317	- 0,047
	27,7	1,454	1,482	- 0,028
	33,3	1,510	1,559	- 0,049
48,7 79,9 117,3 145,8 197,3 214,3	8,6	0,376 0,521 0,753 0,951 1,122 1,145	0,341 0,532 0,734 0,867 1,063 1,114	0,035 - 0,011 0,019 0,084 0,059 0,031

Vypočtené hodnoty koeficientů a statistické charakteristiky testu adekvátnosti jsou uvedeny v tab. 4.XV. Bylo prokázáno, že model v navrhovaném tvaru /4.22/ je vhodnou aproximací sledované závislosti v oboru hodnot měrného povrchu $5 \cdot 10^3 - 35 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ a tlaků od 50 do 350 MPa, přičemž vypočítaná hodnota ohybové pevnosti má rozměr MPa.

TABULKA 4.XV Regresní koeficienty modelu /4.22/

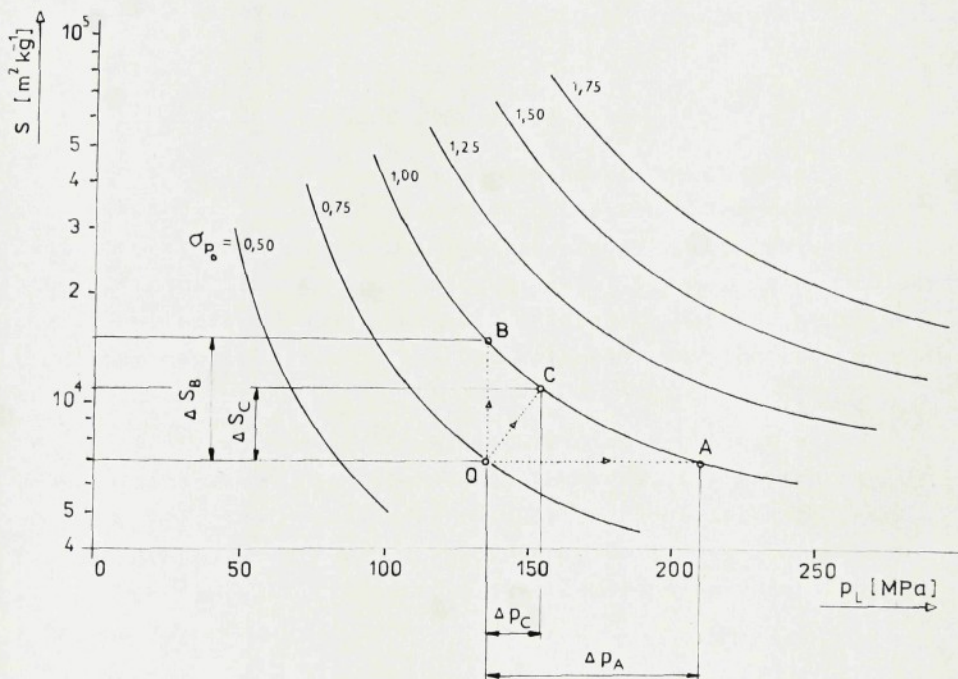
Vypočtené regresní koeficienty	a	$- 13,933 \cdot 10^{-3}$
	b	$5,456 \cdot 10^{-3}$
	c /MPa/	$- 1,089 \cdot 10^{-5}$
Rozptyl kolem regresní funkce	s_1^2	$8,389 \cdot 10^{-3}$
Počet stupňů volnosti	v_1	22
Rozptyl experi- mentální chyby	s_r^2	$5,288 \cdot 10^{-3}$
Počet stupňů volnosti	v_r	100
$F = s_1^2 / s_r^2$		1,586
$F_{KR} = F_{0,05} (22; 100)$		1,655

Klasifikací navrhovaného modelu bylo podle /51/ zjištěno, že geometricky představuje v systému kartézských souřadnic / p , $\log S$, σ_{p_0} / vztah /4.22/ přímkovou plochu zborčené kvadriky - konkrétně hyperbolického paraboloidu potočeného o přibližně 45° oproti hlavním osám kolem osy σ_{p_0} - obr.4.8.



Obr. 4.8 Závislost ohybové pevnosti výlisků trubíc na lisovacím tlaku p_l a měrném povrchu S prášku $\alpha-Al_2O_3$

V porovnání s výsledky kvalitativního rozboru /kap. 4.5.1, tab. 4.VIII/ signalizuje člen $b \cdot p_L \cdot \log S$ vztahu /4.22/, že model svým vyjádřením respektuje významnost interakce obou faktorů ve vztahu k dosažené ohybové pevnosti.



Obr. 4.9 Zobrazení výsledkové plochy /4.22/ vrstevnicemi
 $\sigma_{P_0} = \text{konst}$

Praktický význam uváděného modelu je zřejmý, uvažíme-li podle obr. 4.2, že model dovoluje :

- a/ Pro daný prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ /určený hodnotou měrného povrchu/ lze k danému lisovacímu tlaku provádět prognózu ohybové pevnosti trubic a zprostředkovat také velikost očekávaného výmětu z mechanických operací.

- b/ Pro daný prášek a stanovenou hodnotu pevnosti určit nutný lisovací tlak.
- c/ Pro předem stanovenou nejvyšší míru lisovacího tlaku a požadovanou pevnost výlisků dovoluje stanovit technologický požadavek na velikost měrného povrchu prášku.

4.4.3 Kompresní rovnice prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Popis výsledného zhutnění v závislosti na lisovacím tlaku formou kompresní rovnice je adekvátní vztahu objemového přetvoření a aplikované napjatosti /jak je zřejmé z rozboru v kap. 1.1/ jen v případě izotropní napjatosti, kdy $\sigma_{\text{izo}} \equiv p_L$. Ovšem pro popis přetvoření při komplikovanějších drahách napětí, který je předmětem kapitoly 5., je znalost kompresní rovnice izotropního zhutňování nezbytná.

Konečná volba tvaru kompresní rovnice vycházela z požadavku platnosti v celém sledovaném intervalu lisovacích tlaků 50 - 300 MPa. Tento požadavek vyloučil možnost aplikace jednodušších dvouparametrových rovnic, např. Balšínovy I nebo Kawakity / viz tab. 1.II/. Pozornost byla zaměřena na vztah Coopera a Eatona /9/

$$\frac{V_0 - V}{V_0 - V_\infty} = a_1 \cdot \exp(-k_1/p_L) + a_2 \cdot \exp(-k_2/p_L), \quad /4.23/$$

který reprezentuje kvalitativní odlišnosti v průběhu jednotlivých fází procesu zhutňování. První část pravé strany vztahu /4.23/ popisuje objemové změny, jež jsou důsledkem eliminace makropórů vlivem pohybové autonomie částic. Výraz $a_2 \exp(-k_2/p_L)$ popisuje pak objemové změny spojené s procesem fragmentace a destrukce částic. Oba procesy probíhají přitom současně, což uvedený vztah umožňuje popsat /obr. 4.10/, a proto je i fyzikálně výstižný. Navíc lze vztah /4.23/ snadno převést do tvaru

$$\varepsilon_v = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} \cdot \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i/p_L), \quad /4.24/$$

kde $\varepsilon_v = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0}$ je objemové relativní přetvoření. Tento tvar je vhodný pro uplatnění v přírůstkových vztazích /kap. 5/. Nejčastěji byl vztah /4.23/ užíván v adekvátní formě vyjádřené pomocí čísla pórovitosti e ve tvaru

$$1 - \frac{e}{e_0} = \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / p_L) \quad /4.25/$$

nebo

$$e = e_0 \cdot [1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / p_L)] \quad /4.26/$$

kde $e = \frac{V_0 - V_\infty}{V_\infty}$ je číslo pórovitosti odpovídající výchozímu stavu.

Pro daný prášek je nutné stanovit hodnoty koeficientů a_1 , a_2 , k_1 a k_2 . Jejich vyjádření na základě experimentálních dat je značně komplikované. Aplikace klasické metody nejmenších čtverců vede k systému transcendentních normálních rovnic a výpočet bez použití výpočetní techniky není reálný. K vlastnímu výpočtu byla zvolena efektivní iterační metoda přímé minimalizace funkcionálu součtu čtverců kombinací gradientové a Fibonacciho metody hledání /39/ a vlastní výpočet prováděn na počítači HP 9830 A.

Vzhledem k nevýznamnosti rozdílů v dosahovaných objemových hmotnostech prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ v závislosti na lisovacím tlaku byla experimentálně hledána závislost pouze pro jeden typ prášku - prášek označený H 69. Pro kvantitativní vyjádření evidentního vlivu předběžné úpravy prášku suchým mletím v kulovém mlýně na průběh sledované závislosti $e=e(p_L)$ byla tato specifikována jednak pro prášek H 69 bez úprav, jednak pro tentýž prášek mletý 32 hodin v kulovém mlýně bez přísad intenzifikátorů mletí.

U vzorků z obou prášků připravených postupem uvedeným v kap. 4.4.1 byly proměřeny objemové hmotnosti $x/$, které byly přepočteny na číslo pórovitosti. Naměřené hodnoty jsou přehledně uspořádány do tab. 4.XVI a 4.XVII.

$x/$ Vzorky z prášku H 69 mletý byly odlisovány pro každý lisovací tlak pouze v jednom lisovacím cyklu.

TABULKA 4.XVI Naměřené hodnoty objemové hmotnosti prášku H 69 bez úprav při izostatickém lisování vzorků s izotropní napjatostí

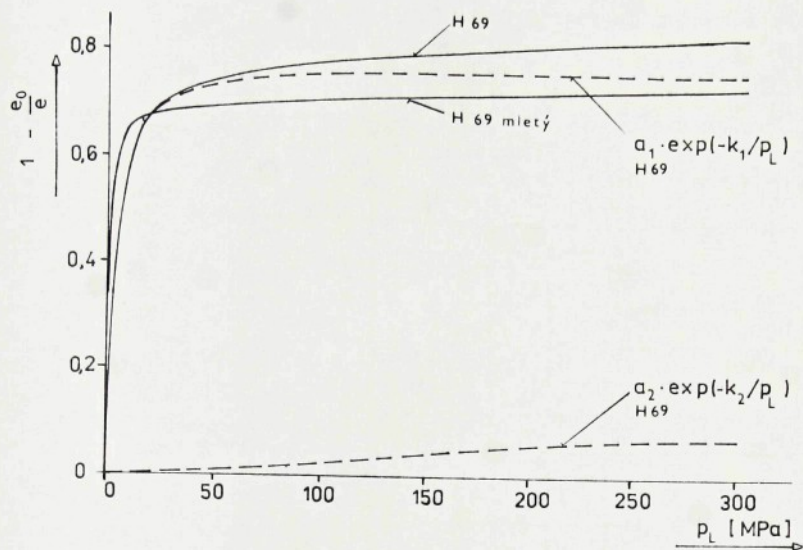
Lisovací tlak p_L /MPa/		48,7	79,9	99,8	145,8	197,3	226,3	275,7
Objemová hmotnost /kg m ⁻³ /	ρ_i	1423,2	1549,5	1597,3	1718,2	1803,4	1845,6	1912,6
		1432,2	1557,2	1605,6	1723,8	1809,2	1865,8	1921,1
		1441,6	1558,5	1611,8	1724,5	1813,5	1871,6	1931,2
		1451,2	1561,2	1613,5	1730,4	1821,4	1884,2	1933,7
		1472,3	1570,2	1623,0	1731,4	1831,1	1891,8	1948,1
	$\bar{\rho}$	1444,1	1559,3	1610,2	1725,4	1815,7	1871,8	1929,3

TABULKA 4.XVII Naměřené hodnoty objemové hmotnosti prášku H 69 mletý při izostatickém lisování vzorků s izotropní napjatostí

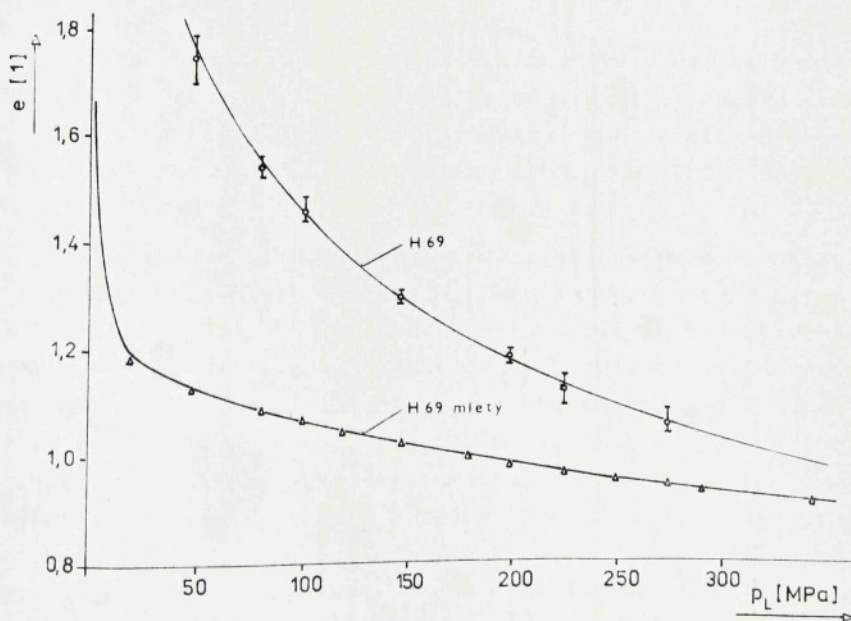
Lisovací tlak p_L /MPa/		23,1	29,2	48,7	79,9	99,8
Objemová hmotnost /kg m ⁻³ /	ρ_i	1809,5	1823,1	1857,0	1891,6	1902,6
		1815,2	1829,6	1859,5	1894,6	1914,5
		1817,6	1831,5	1859,8	1895,7	1916,4
		1818,6	1832,6	1864,2	1898,0	1917,2
		1823,4	1833,2	1867,2	1895,7	1920,2
	$\bar{\rho}$	1816,9	1830,0	1861,5	1889,2	1914,2

pokračování tab. 4.XVII

p_L	117,3	145,8	176,8	197,3	226,3	275,7
ρ_i	1932,8	1958,2	1971,2	1997,1	2009,7	2024,7
	1933,7	1959,3	1979,6	1998,4	2014,2	2029,3
	1935,8	1963,8	1981,5	2002,0	2015,2	2032,1
	1936,1	1964,2	1982,3	2005,2	2017,9	2036,2
	1937,4	1965,7	1985,3	2006,4	2022,0	2038,5
$\bar{\rho}$	1935,2	1962,2	1980,0	2001,8	2015,8	2032,2



Obr. 4.10 Kompresní charakteristika podle Coopera a Eatona /parciální změny objemu čárkovaně/



Obr. 4.11 Kompresní závislost izotropního stlačování

TABULKA 4.XVIII Regresní koeficienty a testové charakteristiky vztahu Coopera a Eatona /4.26/

Hodnota \ Prášek	H 69	H 69 mletý
e_0	6,68	3,97
a_1	0,7825	0,6956
a_2	0,1249	0,0911
k_1	3,16	0,655
k_2	167,6	171,0
s_1^2	$3,76 \cdot 10^{-4}$	$1,157 \cdot 10^{-4}$
v_1	3	9
s_r^2	$3,592 \cdot 10^{-4}$	$0,248 \cdot 10^{-4}$
v_r	28	52
$F = s_1^2/s_r^2$	1,047	4,658
$F_{KR} = F_{0,05}(v_1; v_r)$	2,95	2,07

Zjištěné hodnoty koeficientů a testové charakteristiky shrnuté do tab. 4.XVIII ukazují na adekvátní vyjádření kompresní rovnice vztahem /4.26/ v celém rozsahu experimentálně prověřovaného intervalu hodnot lisovacího tlaku jen v případě prášku H 69 bez úprav.

Analyzujeme-li podrobněji negativní výsledek F - testu pro prášek H 69 mletý, je zřejmý rozdíl mezi rozptyly experimentální chyby s_r^2 obou prášků. Tento rozdíl je vysvětlitelný tím, že vzorky z mletého prášku byly připraveny odlisováním vždy jen při jednom lisovacím cyklu bez možnosti eliminace chyby nezávisle proměnné, t.j. lisovacího tlaku p_l , rozptyl zde představuje zde pouze rozptyl experimentální chyby stanovení objemové hmotnosti, která je řádově menší. Nemohla být proto dodržena podmínka testu, že chyba stanovení nezávisle proměnné je zanedbatelná ve vztahu k chybě stanovení závisle proměnné. Porovnáme-li rozptyly kolem regresní čáry F-testem, dostaneme

$$F = \frac{s_{1H69}^2}{s_{1H69.ml}^2} = \frac{3,76}{1,157} = 3,25 < F = F(3;9) = 8,81,$$

lze tedy přijmout nulovou hypotézu a konstatovat, že se rozptýly neliší a na základě toho brát kompresní charakteristiku prášku H 69 mletého za vhodnou aproximaci experimentálních dat. Průběh závislostí pro oba prášky je patrný z obr. 4.11.

4.5 S h r n u t í v ý s l e d k ů

Hlavní závěry kvalitativního rozboru lze shrnout takto :

1. Růst objemové hmotnosti a ohybové pevnosti s lisovacím tlakem je dominantní charakteristikou, přičemž rozdíly ve vlastnostech použitých prášků neměly podstatný vliv na velikost dosaženého zhutnění při určitém lisovacím tlaku, avšak ovlivňují podstatnou měrou dosaženou ohybovou pevnost.
2. Efekt interakce faktorů lisovací tlak - vlastnosti prášku na ohybovou pevnost je významný.
3. Okrajové podmínky /lisovací způsob/ mají podstatný vliv na dosaženou objemovou hmotnost.

Kvantitativním rozbořem uvedených závěrů byl :

1. Formulován empirický matematický model popisující závislost ohybové pevnosti trubíc na měrném povrchu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a lisovacím tlakem vztahem

$$\sigma_{p_0} = (a + b \cdot \log S) \cdot p_L + c \cdot p_L^2 ,$$

kde a , b a c jsou experimentálně zjištěné konstanty.

2. Byla nalezena kompresní charakteristika pro izotropní stlačování prášku Al_2O_3 označeného H 69 bez úprav a mletého /podle tab. 4.IV/ ve tvaru

$$e = e_0 \left[1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / p_L) \right] ,$$

kde e_0 , a_1 , a_2 , k_1 a k_2 jsou kladné konstanty zjištěné experimentálně /v tab. 4.XVIII/.

Rozbor kvantitativní korelace objemové hmotnosti ve vztahu k okrajovým podmínkám napjatosti a přetvoření je předmětem následující kapitoly.

5. MODEL ZHUTŇOVÁNÍ PRÁŠKU $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Kvantitativní popis a prognóza chování práškového materiálu během zhutňování je jak z hlediska teoretického, tak experimentálně poměrně komplikovaný problém, spojený vždy s jistou mírou zjednodušení.

Cílem následující kapitoly je formulace teoreticky přijatelného, t.j. fyzikálně výstižného a matematicky jednoduchého, modelu zhutňování prášku, experimentální stanovení parametrů modelu pro daný prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ /konkrétně pro prášek označený dříve H 69/, ověření platnosti modelu pro případ rovinného přetvoření a specifikace důsledků pro konkrétní případ izostatického lisování trubic.

5.1 O d v o z e n í m o d e l u z h u t ň o v á n í

Předkládaný model respektuje zvláštnosti chování křehkého keramického prášku, zejména :

- a/ Popisuje důsledně dilatantní a kontraktantní chování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a umožňuje obě fáze zhutňování jednoznačně oddělit;
- b/ dovoluje popsat deformační zpevňování prášku a
- c/ zahrnuje vliv autoheze na proces zhutňování.

5.1.1 Matematická formulace přírůstkového vztahu

Formulace přírůstkového vztahu vychází z těchto předpokladů:

1. Předpokládá se možnost aplikovat přírůstkovou teorii plasticity na zhutňování prášku, t.j.
 - linearita tenzorů přírůstků napjatosti $d\sigma_{ij}$ a plastického přetvoření $d\varepsilon_{ij}^p$;
 - existence takové funkce $f(\sigma_{ij}; v)$, pro kterou aplikací zákona normality bude platit

$$d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \frac{\partial f(\sigma_{ij}, v)}{\partial \sigma_{ij}} , \quad /5.1/$$

kde funkce $f(\sigma_{ij}, v)$ je plastický potenciál sdružený s plochou plasticity, v je parametr zpevnění a $d\lambda$ je nezáporný parametr závislý na stavu napjatosti a předchozí historii zatěžování.

A. Aplikace koncepce plastického potenciálu pro $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Vzhledem k tomu, že tvar plastického potenciálu je prakticky omezen jen požadavkem konvexnosti podle Druckerova postulátu minima disipační práce /33/, byl za předpokladů:

- a/ plastický potenciál je sdružený, t.j. totožný s plochou plasticity;
- b/ zpevnění je izotropní a parametry zpevnění jsou funkcí čísla pórovitosti e ;
- c/ plocha plasticity je rotační a symetrická v oktantu hlavních napětí a
- d/ prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ je regulární práškový materiál,

převzat axiomatický vztah podle Suha /57/ definující plastický potenciál ve tvaru lemniskáty^{x/}

$$[(J_{1/3} - k)^2 + \gamma \cdot J_{II}]^{1/2} - \beta \cdot \cos^n\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}\right) = 0, \quad /5.2/$$

když zároveň

$$\theta = \arctg \frac{\sqrt{\gamma J_{II}}}{J_{1/3} - k} \quad \text{a} \quad \gamma = \frac{2}{3}; \quad k < 0,$$

přičemž n a φ jsou konstantní materiálové parametry /předpoklad regulárnosti prášku/, $J_1 > 0$ je první invariant tenzoru napětí σ_{ij} daný vztahem /1.7/ a J_{II} je druhý invariant deviátoru napětí podle /1.11/.

Definicí oktaedrických napětí

$$\sigma_{oct} = \frac{1}{3} \cdot J_1 \quad /5.3/$$

^{x/} Na rozdíl od uzance v teorii plasticity spojitých látek bude nadále výhradně kladného znaménka užíváno pro tlaková napětí a zmenšování objemu

a

$$\tau_{oct} = (\gamma \cdot J_H')^{1/2} \quad /5.4/$$

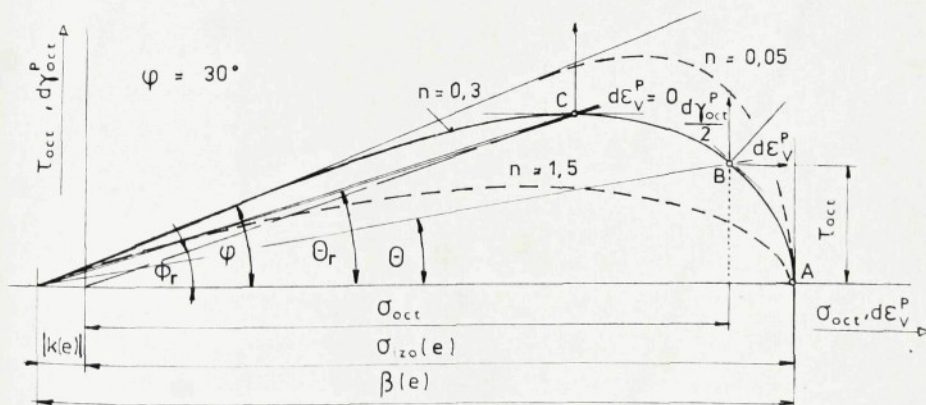
lze vztah /5.2/ upravit do tvaru

$$[(\sigma_{oct} - k)^2 + \tau_{oct}^2]^{1/2} - \beta \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi} \right) = 0 \quad /5.5/$$

a

$$\theta = \arctg \frac{\tau_{oct}}{\sigma_{oct} - k} \quad /5.5a/$$

Ze znázornění v rovině oktaedrických napětí /obr.5.1/ je zřejmý geometrický význam jednotlivých proměnných.



Obr. 5.1 Řez plochou plastického potenciálu v rovině oktaedrických napětí / $+d\epsilon_V$ - zmenšení objemu/

B. Odvození přírůstkového vztahu

Přírůstkový vztah /5.1/ lze pomocí /5.2 a 5.2a/ přepsat do tvaru

$$d\varepsilon_{ij} = d\lambda \cdot \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} \left\{ [(J_{I/3} - k)^2 + \gamma \cdot J_{II}]^{1/2} - \beta \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi} \right) \right\}. \quad /5.6/$$

K vyjádření přírůstků bylo nutné najít derivaci

$$\frac{\partial f(\sigma_{ij})}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} \left\{ [(J_{I/3} - k)^2 + \gamma \cdot J_{II}]^{1/2} - \beta \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi} \right) \right\}, \quad /5.7/$$

přičemž pro formální zjednodušení bylo zavedeno

$$M = (J_{I/3} - k)^2 + \gamma \cdot J_{II}, \quad /5.8/$$

$$N = J_{I/3} - k, \quad /5.9/$$

$$B = \beta \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi} \right). \quad /5.10/$$

Díličím derivováním lze zapsat

$$\frac{\partial N}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial (J_{I/3} - k)}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{1}{3} \cdot \frac{\partial J_I}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{1}{3} \cdot \delta_{ij}, \quad /5.11/$$

kde Kroneckerovo delta

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 0 & \text{pro } i \neq j \\ 1 & \text{pro } i = j \end{cases}.$$

Dále s přihlédnutím k /1.11 a 1.12/ platí

$$\frac{\partial (\gamma \cdot J_{II}')}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial (1/2 \cdot \sigma'_{ij} \cdot \sigma'_{ij})}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial (1/2 \sigma_{ij} \sigma_{ij} - 1/6 J_I^2)}{\partial \sigma_{ij}},$$

t.j.

$$\frac{\partial (\gamma \cdot J_{II}')}{\partial \sigma_{ij}} = \gamma \cdot (\sigma_{ij} - 1/6 \cdot 2 \cdot J_I \cdot \frac{\partial J_I}{\partial \sigma_{ij}}) = \gamma \cdot (\sigma_{ij} - 1/3 \cdot J_I \cdot \delta_{ij})$$

a dosazením z /1.12/ bude

$$\frac{\partial(\gamma J_{ij}')}{\partial \sigma_{ij}} = \gamma \cdot \sigma'_{ij} \quad /5.12/$$

Derivováním vztahu

$$\frac{\partial(M^{1/2})}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} [(N^2 + \gamma J_{ij}')^{1/2}] = \frac{1}{2 \cdot M^{1/2}} (2 \cdot N \cdot \frac{\partial N}{\partial \sigma_{ij}} + \frac{\partial(\gamma J_{ij}')}{\partial \sigma_{ij}})$$

dosazením ze vztahů /5.11/ a /5.12/ lze dostat

$$\frac{\partial(M^{1/2})}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{2 \cdot N \cdot \delta_{ij} + 3 \cdot \gamma \cdot \sigma'_{ij}}{6 \cdot M^{1/2}} \quad /5.13/$$

Derivací vztahu /5.10/ bude

$$\frac{\partial B}{\partial \sigma_{ij}} = - \frac{\pi \cdot n}{2 \varphi} \cdot \beta \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \cos^{n-1}\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \frac{\partial \theta}{\partial \sigma_{ij}} \quad /5.14/$$

Užitím vztahu /5.2a/ lze zapsat

$$\begin{aligned} \frac{\partial \theta}{\partial \sigma_{ij}} &= \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} \arctg \frac{(\gamma J_{ij}')^{1/2}}{N} = \frac{N^2}{N^2 + \gamma J_{ij}'} \cdot \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} \left(\frac{(\gamma J_{ij}')^{1/2}}{N} \right) \\ &= \frac{N^2}{N^2 + \gamma J_{ij}'} \cdot \frac{3 \cdot \gamma \cdot N \cdot \sigma'_{ij} - 2 \cdot (\gamma J_{ij}')^{1/2} \cdot \delta_{ij}}{6 \cdot N^2 (\gamma J_{ij}')^{1/2}} = \\ &= \frac{3 \cdot \gamma \cdot N \cdot \sigma'_{ij} - 2 \cdot \gamma J_{ij}'^{1/2} \cdot \delta_{ij}}{6 \cdot M \cdot (\gamma J_{ij}')^{1/2}} \quad /5.15/ \end{aligned}$$

Označíme-li

$$P = \frac{\pi \cdot n}{2 \cdot \varphi} \cdot \beta \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \cos^{n-1}\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \quad /5.16/$$

lze pomocí /5.13, 14, 15 a 16/ zapsat vztah /5.6/ ve tvaru

$$d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \left[\frac{2 \cdot N \cdot \delta_{ij} + 3 \cdot \gamma \cdot \sigma'_{ij}}{6 \cdot M^{1/2}} + P \cdot \frac{3 \cdot \gamma \cdot N \cdot \sigma'_{ij} - 2 \cdot \gamma J_{ij}'^{1/2} \cdot \delta_{ij}}{6 \cdot M^{1/2} \cdot (\gamma J_{ij}')^{1/2}} \right] \quad /5.17/$$

uvážíme-li vztahy

$$P = \frac{\pi n}{2 \cdot \varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot M^{1/2} \quad /5.18/$$

$$\sin \theta = \frac{(\gamma J_{II}')^{1/2}}{M^{1/2}} \quad \text{a} \quad \cos \theta = \frac{N}{M^{1/2}}, \quad /5.19, 20/$$

přejde po úpravě vztah /5.17/ do tvaru

$$\begin{aligned} d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \frac{1}{3} \left\{ [\cos \theta - \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \sin \theta] \cdot \delta_{ij} + \right. \\ \left. + \frac{\sigma'_{ij}}{(\gamma J_{II}')^{1/2}} [\sin \theta + \frac{\pi n}{2\varphi} \operatorname{tg}(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \cos \theta] \right\}. \quad /5.21/ \end{aligned}$$

Zavedením směrového tenzoru napjatosti

$$\bar{\sigma}'_{ij} = \frac{\sigma'_{ij}}{\sqrt{J_{II}'}}$$

do vztahu /5.21/ bude konečně pro přírůstek plastického přetvoření platit

$$\begin{aligned} d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \frac{1}{3} \left\{ [\cos \theta - \frac{\pi n}{2\varphi} \operatorname{tg}(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \sin \theta] \cdot \delta_{ij} + \right. \\ \left. + \frac{\bar{\sigma}'_{ij}}{\sqrt{\gamma}} [\sin \theta + \frac{\pi n}{2\varphi} \operatorname{tg}(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \cos \theta] \right\}. \quad /5.22/ \end{aligned}$$

Celkové plastické přetvoření je potom rovno součtu jednotlivých dílčích přírůstků, podle vztahu /5.22/, podél dráhy napětí.

Nevratnou změnu objemu lze na základě /5.22/ vyjádřit snadno vztahem

$$d\varepsilon_{ii}^p = d\varepsilon_v^p = d\lambda \cdot [\cos \theta - \frac{\pi n}{2\varphi} \operatorname{tg}(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \sin \theta]. \quad /5.23/$$

Z tohoto vztahu je zřejmé, že navrhovaný plastický potenciál předpovídá ve shodě se skutečností kontraktantní chování /zmenšování objemu - $+d\varepsilon_v^p$ / pro stav napjatosti, kdy $\theta < \theta_r$, dilatantní chování při stavech napjatosti, když $\theta > \theta_r$ /obr. 5.1/.

Stav napjatosti, při kterém $\theta = \theta_r$, t.j. platí-li se zřetelem k /5.1/ vztah

$$d\varepsilon_{ii}^p = d\varepsilon_V^p = d\lambda \cdot \frac{\partial f(\sigma_{ij}, \nu)}{\partial \sigma_{ii}} = 0 \quad /5.24/$$

je tzv. kritickým stavem, při kterém probíhají tvarové změny vzorku při stálém objemu a stálých hodnotách σ_{oct} a τ_{oct} .

Vztahy /5.24/ a /5.23/ definují pak podmínku

$$\frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta_r}{\varphi}\right) = \frac{1}{\operatorname{tg} \theta_r}, \quad /5.24a/$$

která pro dané konstantní parametry n , φ určuje jednoznačně úhel θ_r , označovaný jako kinematický úhel vnitřního tření /60/. Je přitom zřejmé, že jeho velikost nezávisí na ulehlosti prášku / $\frac{\partial \theta_r}{\partial e} = 0$ / , úhel θ_r není tedy stavovou veličinou.

Reziduální úhel vnitřního tření ϕ_r definovaný vztahem

$$\phi_r = \operatorname{arctg} \frac{\sigma_{oct}}{\tau_{oct}} \quad /5.25/$$

již není v pojetí uvedeného modelu invariantní vzhledem k porovitosti, neboť s rostoucí ulehlostí roste v důsledku autohezní složky zpevnění $k(e)$. Rozdíl úhlů $\phi_r - \theta_r$, resp. podíl tangent těchto úhlů je vhodnou mírou autoheze. Pro křehké keramické prášky /jak ukazuje kap. 5.2.1/ je tento rozdíl nepodstatný.

Neurčitá hodnota parametrů zpevnění $d\lambda > 0$ je jednoznačně stanovitelná pro případ izotropního zhuťňování, kdy $\theta = 0$, neboť potom

$$d\varepsilon_V^p = d\lambda \quad /5.26/$$

a vzhledem ke kompresní charakteristice /4.24/ bude

$$d\varepsilon_V^p = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} \sum_{i=1}^2 a_i \cdot k_i \cdot \exp(-k_i / \sigma_{i,0}) \cdot \frac{d\sigma_{i,0}}{\sigma_{i,0}^2}, \quad /5.27/$$

což dovoluje bez újmy na předpokladech modelu stanovit integrální přetvoření.

Podobná situace nastává v dalším zvláštním případě, při tzv. anizotropní konsolidaci, definované dráhou napětí $\theta = \text{konst}$, potom zřejmě

$$d\varepsilon_v^p = d\lambda \cdot \left. \frac{\partial f(\sigma_{ij}, U)}{\partial \sigma_{ii}} \right|_{\theta = \text{Konst}} = \text{konst} \cdot d\lambda, \quad /5.28/$$

podrobnější rozbor tohoto případu je v kap. 5.1.3.

5.1.2 Aplikace modelu pro případy osově souměrné napjatosti

S ohledem na možnosti experimentálního ověření předkládaného modelu a vzhledem k značnému praktickému významu případu s osově symetrickou napjatostí pro izostatické lisování byl proveden její podrobnější rozbor jako zvláštního případu předkládaného modelu.

Osově symetrická napjatost válcových vzorků bývá realizována pomocí tříosých přístrojů, pro něž je zejména v mechanice zemin zpracována podrobná metodika zkoušek /3, 12, 14/, aplikační využití nalézá při izostatickém lisování válcových vzorků a při tzv. tříosém zhutňování zavedeném Koernerem /34, 35, 36/.

Stav napětí a přetvoření trojosého vzorku není staticky ani kinematicky zcela jednoduchý. Obvyklý předpoklad homogenity napětí

$$\frac{\partial \sigma_z}{\partial z} = 0 \quad \text{a} \quad \frac{\partial \sigma_r}{\partial r} = 0 \quad /5.29/$$

má za následek, že osově σ_z , radiální σ_r a obvodové σ_t napětí jsou napětí hlavní a zároveň $\sigma_t = \sigma_r$ a $\varepsilon_t = \varepsilon_r$. V případech drsných destiček vznikají na okrajích vzorku v důsledku tření tuhé přechodové zóny, které modifikují okrajová napětí tak, že předpoklad /5.29/ je spolehlivě plněn jen ve vnitřní třetině vzorku, avšak jen pokud výškaku průměru vzorku $H/D \geq 2$ /12/, t.j. pro dostatečně štíhlý výlisek, Bishop a Henkel /3/ připouštějí $H/D \geq 1,5$.

S respektováním uvedeného omezení jsou předpoklady, že napětí σ_z a σ_r jsou napětí hlavní, přijatelné jak v případě

$\sigma_1 = \sigma_a$, $\sigma_2 = \sigma_3 = \sigma_r < \sigma_a$, který přísluší tříosému zhuťování / $\nu_\sigma = -1$ / , tak v případě $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_r$, $\sigma_3 = \sigma_a < \sigma_r$, t.j. při izostatickém lisování v suché formě, resp. izostatickém lisování trubic.

Na základě uvedených předpokladů bude pro invarianty tenzorů napjatosti platit

$$J_1 = \sigma_{ij} \delta_{ij} = \sigma_a + 2 \cdot \sigma_r \quad /5.30/$$

a

$$J_{II} = \frac{1}{3} \cdot (\sigma_a - \sigma_r)^2 \quad /5.31/$$

pro oktaedrická napětí

$$\sigma_{oct} = \frac{1}{3} \cdot (\sigma_a + 2\sigma_r) \quad /5.32/$$

a

$$\tau_{oct} = (\gamma \cdot J_{II})^{1/2} = \frac{\sqrt{2}}{3} \cdot (\sigma_a - \sigma_r) \quad /5.33/$$

Podobně pro přetvoření

$$d\varepsilon_{oct}^p = (d\varepsilon_a^p + 2 d\varepsilon_r^p) \cdot \frac{1}{3} \quad /5.34/$$

a

$$d\gamma_{oct}^p = (d\varepsilon_a^p - d\varepsilon_r^p) \cdot \frac{2\sqrt{2}}{3} \quad /5.35/$$

kde $d\varepsilon_a^p$, $d\varepsilon_r^p$ jsou přírůstky osového a radiálního plastického přetvoření.

A. Trojosý tlak

Z definice vztahu /5.33/ je zřejmé, že tento platí pouze za předpokladu $\sigma_a > \sigma_r$, t.j. $\nu_\sigma = -1$ /trojosý tlak/, přitom

$$\sigma'_{11} = \sigma_a - J_1/3 = \sigma_a - \frac{1}{3} \cdot (2\sigma_r + \sigma_a) = \frac{2}{3} \cdot (\sigma_a - \sigma_r)$$

a

$$\sigma'_{22} = \sigma'_{33} = \sigma_r - J_1/3 = -\frac{1}{3} \cdot (\sigma_a - \sigma_r) ,$$

pro složky směrového tenzoru $\bar{\sigma}_{ij}$ bude platit

$$\bar{\sigma}'_{11} = \frac{\sigma'_{11}}{\sqrt{J'_2}} = \frac{2/3(\sigma_a - \sigma_r)}{\sqrt{3}(\sigma_a - \sigma_r)} = \frac{2\sqrt{3}}{3},$$

$$\bar{\sigma}'_{22} = \bar{\sigma}'_{33} = \frac{\sigma'_{22}}{\sqrt{J'_2}} = -\frac{\sqrt{3}}{3}.$$

Jejich dosazením do /5.22/ lze zapsat

$$d\varepsilon_a^p = \frac{d\lambda}{3} [(\cos \theta - K \cdot \sin \theta) + \sqrt{2} (\sin \theta + K \cdot \cos \theta)], \quad /5.36/$$

$$d\varepsilon_r^p = \frac{d\lambda}{3} [(\cos \theta - K \cdot \sin \theta) - \frac{\sqrt{2}}{2} (\sin \theta + K \cdot \cos \theta)], \quad /5.37/$$

kde

$$K = \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}\right). \quad /5.38/$$

Pro poměr přírůstků oktaedrických přetvoření lze jednoduše odvodit ze vztahů /5.34, 35, 36, 37 a 38/

$$\frac{d\gamma_{oct}^p}{d\varepsilon_{oct}^p} = 2 \cdot \frac{\operatorname{tg} \theta + \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}\right)}{1 - \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \operatorname{tg} \theta}. \quad /5.39/$$

B. Trojosý tah

Pro případ trojosého tahu / $\nu_\sigma = +1$ / lze podobně jako výše odvodit

$$d\varepsilon_a^p = \frac{d\lambda}{3} [(\cos \theta - K \cdot \sin \theta) - \sqrt{2} (\sin \theta + K \cdot \cos \theta)], \quad /5.40/$$

$$d\varepsilon_r^p = \frac{d\lambda}{3} [(\cos \theta - K \cdot \sin \theta) + \frac{\sqrt{2}}{2} (\sin \theta + K \cdot \cos \theta)] \quad /5.41/$$

a pro poměr oktaedrických přírůstků bude platit

$$\frac{d\gamma_{oct}^p}{d\varepsilon_{oct}^p} = -2 \cdot \frac{\operatorname{tg} \theta + \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi \theta}{2\varphi} \right)}{1 - \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi \theta}{2\varphi} \right) \cdot \operatorname{tg} \theta} \quad /5.42/$$

C. Speciální případy izostatického lisování

Oba výše uvedené případy jsou významné ve vztahu k speciálním případům izostatického lisování.

a/ Jednoosé lisování

Případ jednoosého lisování bez vnějšího tření, který nalézá praktické uplatnění při izostatickém lisování plochého zboží užitkové keramiky, je zvláštním případem trojosého tlaku definovaného kinematickou podmínkou $d\varepsilon_r^p = 0$. Z této podmínky a vztahu /5.37/ lze odvodit vztah

$$\frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi \theta}{2\varphi} \right) = \frac{\sqrt{2} - \operatorname{tg} \theta}{1 + \sqrt{2} \operatorname{tg} \theta} \quad /5.43/$$

který stanoví jednoznačně úhel $\theta = \theta_{UA} = \text{konst}$, t.zn., že zhutňování při jednoosém stlačování bez plášťového tření je anizotropní konsolidací - ve smyslu definice /5.28/.

b/ Rovinné přetvoření

Rovinné přetvoření definované podmínkou $d\varepsilon_z^p = 0$, charakteristické pro izostatické lisování v suché formě, je zvláštním případem tříosého tahu. Uvedená kinematická podmínka vede s přihlédnutím k /5.40/ ke vztahu

$$\frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi \theta}{2\varphi} \right) = \frac{1 - \sqrt{2} \operatorname{tg} \theta}{\sqrt{2} + \operatorname{tg} \theta} \quad /5.44/$$

který definuje konstantní úhel $\theta = \theta_{PS}$ a případ rovinného přetvoření při izostatickém lisování lze z toho důvodu považovat za anizotropní konsolidaci.

5.1.3 Interpretace modelu aplikací teorie mezní plochy stavu

Poněkud snazší interpretaci experimentálních výsledků dovoluje aplikace zobecněné mezní plochy stavu, která je autorem formulována na základě prací Schofielda a Wrotha /54/.

Definice mezní plochy stavu v prostoru $\sigma_{oct}, \tau_{oct}, e$ vychází z těchto předpokladů :

- 1/ Autohezní složku zpevnění $k(e)$ lze zanedbat, t.j. lze položit $k(e) = 0$, tedy podle /5.2a/a /5.25/, platí $\theta = \phi$.
- 2/ Deformace jsou pokládány za izotropní, t.j. platí pro přírůstky přetvoření elastického $d\epsilon_v^e$ a plastického $d\epsilon_v^p$ aditivní vztah

$$d\epsilon_v = d\epsilon_v^p + d\epsilon_v^e.$$

- 3/ Navíc, protože $d\epsilon_v^e \ll d\epsilon_v^p$, je celkové přetvoření ztotožněno s plastickým - v souladu s teorií Granta Gravel /54/, a platí

$$d\epsilon_v \approx d\epsilon_v^p.$$

Důsledkem uvedených předpokladů je :

- 1/ Křivky plastického potenciálu jsou vrstevnicemi mezní plochy stavu v rovinách $e = \text{konst.}$
- 2/ Čáry příslušné anizotropní konsolidaci leží v rovinách $\theta = \text{konst.}$, proto jejich průmětem do roviny σ_{oct}, τ_{oct} je přímka, což platí i pro průmět čáry kritického stavu.

Stanovením tvaru plastického potenciálu /5.2/ a čar anizotropní konsolidace $\theta = \text{konst.}$ /přitom čára izotropní konsolidace je jejich zvláštním případem pro $\theta = 0$ / je mezní plocha stavu pro daný prášek definována ortogonálními trajektoriemi.

Ze známého tvaru kompresní křivky /čára izotropní konsolidace/ /4.26/

$$e = e_0 \cdot [1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / \sigma_{izo})] , \quad /5.45/$$

lze vztahy pro čáry anizotropní konsolidace $\theta = \text{konst}$ odvodit v cylindrických souřadnicích / μ , θ , e / vztah ve tvaru

$$e = e_0 \cdot [1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i \cdot \cos^n(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}) / \mu)] , \quad /5.46/$$

kde v souladu s /5.8/ je $\mu = M^{1/2}$ a pro jejich průměty do roviny / σ_{oct} , e / bude

$$e = e_0 \cdot [1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i \cdot \cos^n(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}) \cdot \cos \theta / \sigma_{oct})] . \quad /5.47/$$

Mezní plocha stavu pro hodnocený prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ je popsána v kap. 5.2.2.

5.1.4 Princip zjišťování parametrů modelu

Formulace přírůstkového vztahu pro prášek daných vlastností předpokládá experimentální stanovení závislostí definujících charakter zpevnění, t.j. $\beta = \beta(e)$ a $k = k(e) < 0$ a parametrů plastického potenciálu n a φ .

Jak je zřejmé z obr. 5.1, platí

$$\beta(e) = \sigma_{i_{zo}}(e) - k(e) . \quad /5.48/$$

Uvážíme-li, že kompresní charakteristiku příslušnou izotropnímu zhutňování lze snadno experimentálně stanovit /kap. 4.4.3/, je pomocí inverzní funkce dána závislost $\sigma_{i_{zo}}$, když e je číslo pórovitosti jako parametr deformačního zpevnění. V případě, že funkce $e = e(\sigma_{i_{zo}})$ je implicitní /případ vztahu 5.45/, je nutné stanovit příslušnou hodnotu $\sigma_{i_{zo}}(e)$ pro dané e numericky.

Závislost $k(e)$ reprezentuje vztah všesměrné tahové pevnosti a dosažené zhutnění. Přímé experimentální stanovení uvedené závislosti /realizace tříosého tahu/ je prakticky nemožné. Byla

proto sledována možnost aproximace této závislosti použitím výsledků z jednoosého tahu.

Lze dokázat platnost vztahu

$$k(e) = \frac{1}{3} \cdot (1 + \frac{2}{\tan \varphi}) \cdot \sigma_T(e) \quad /5.49/$$

kde $\sigma_T(e) < 0$ je mez pevnosti v jednoosém tahu při zhuštění vzorku daném číslem pórovitosti e .

Bereme-li aproximativně

$$k(e) \approx \sigma_T(e) \quad /5.50/$$

odpovídá tato aproximace přesně vztahu /5.49/ jen v případě, pokud úhel vnitřního tření $\varphi = 35^\circ 15' 51''$. Jestliže připustíme reálné rozmezí možných hodnot $\varphi \in < 25^\circ, 45^\circ >$ budou skutečné hodnoty k v intervalu $k \in < 1,344 \cdot \sigma_T, 0,667 \sigma_T >$. Při předpokládané hodnotě úhlu $\varphi = 40^\circ$ /kap. 5.2.2/, lze s chybou menší než 5% připustit rovnost $k = \sigma_T$, tedy také $k(e) = \sigma_T(e)$.

Známe-li závislosti $\sigma_{zo}(e)$ a $k(e)$, resp. hodnoty $\sigma_{zo}(e_p)$, $k(e_p)$ pro pevně dané hodnoty čísla pórovitosti e_p , je jimi závislost /5.48/, resp. hodnota $\beta(e_p)$ jednoznačně určena.

Na základě předem stanovených závislostí $\beta(e)$, $k(e)$ lze řezy plochou plasticity definovaného zpevňovaného materiálu v rovině oktaedrických napětí transformovat do jediné křivky

$$\frac{\{[\sigma_{oct} - k(e)]^2 + \tau_{oct}^2\}^{1/2}}{\beta(e)} - \cos^n\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) = 0 \quad /5.51/$$

v systému souřadnic $[\sigma_{oct} - k(e)]/\beta(e)$, $\tau_{oct}/\beta(e)$.

Pro určení parametrů n a φ závislosti /5.51/ je nutné experimentálně určit dostatečný počet bodů σ_{oct}^i , τ_{oct}^i , e_i /anizotropně konsolidovaných vzorků, stanovit hodnoty $\beta(e_i)$ a $k(e_i)$ a pro transformované hodnoty

$$S(e_i) = \frac{\sigma_{oct}^i - k(e_i)}{\beta(e_i)} \quad \text{a} \quad T(e_i) = \frac{\tau_{oct}^i}{\beta(e_i)} \quad /5.52, 5.52a/$$

regresní metodou nejmenších čtverců stanovit hodnoty n a φ ze vztahu

$$[S^2(e_i) + T^2(e_i)]^{\frac{1}{2}} - \cos^n\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) = 0, \quad /5.53/$$

kde

$$\theta_i = \arctg \frac{T(e_i)}{S(e_i)} \quad /5.53a/$$

a ověřit těsnost korelace výpočtového tvaru plastického potenciálu a experimentálních dat.

5.2 Experimentální stanovení parametrů modelu

Experimentálně byly hodnoty parametrů modelu stanoveny pro suchý prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ označený H 69 bez úprav a mletý s vlastnostmi podle tab. 4.IV.

5.2.1 Charakteristiky zpevnění $\beta(e)$ a $k(e)$

Vzhledem k dřívějšímu stanovení závislosti $e = e(\sigma_{zo})$ sledovaných prášků je nutné věnovat pozornost závislosti $k = k(e)$.

Bereme-li v úvahu pro určení charakteristik zpevnění aproximaci /5.50/, lze vzhledem k vlastnostem prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ /křehký keramický prášek/ na základě Weibulovy teorie pevnosti křehkých látek stanovit nerovnost

$$|\sigma_T(e)| < \sigma_{p_0}(e) \quad /5.54/$$

pro každý stav ztuhnutí prášku. Protože však podle kap. 4.4.2 platí pro poměr $\mathcal{G} = \sigma_{p_0}/p_L < 0,01$, dále pro poměr $\mathcal{G}'$ bude $\mathcal{G}' = \frac{\sigma_{p_0}(e)}{\sigma_{zo}(e)}$, platí $\mathcal{G}' < \mathcal{G}$, tedy tím spíše $\mathcal{G}' < 0,01$.

Na základě nerovnosti /5.54/ bude

$$|\sigma_T(e)| < \mathcal{G}' \cdot \sigma_{izo}(e), \quad /5.55/$$

proto také ze vztahů /5.48/ a /5.50/ vyplývá

$$\beta(e) = (1 + \mathcal{G}') \cdot \sigma_{izo}(e). \quad /5.56/$$

Považujeme-li za přijatelný předpoklad $k(e) \approx 0$, připouštíme vztahy

$$\beta(e) = \sigma_{izo}(e) \quad /5.57/$$

a

$$\theta_i = \phi_i = \arctg \frac{\tau_{oct}^i}{\sigma_{oct}^i}. \quad /5.57a/$$

s chybou jejich určení v kontraktantní fázi vysokotlakého zhutňování /tlaky $10^1 - 10^2$ MPa/ prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nepřevyšující relativně 1% jejich skutečných hodnot, což je přesnost vzhledem k rozptylu experimentální chyby dostatečná.

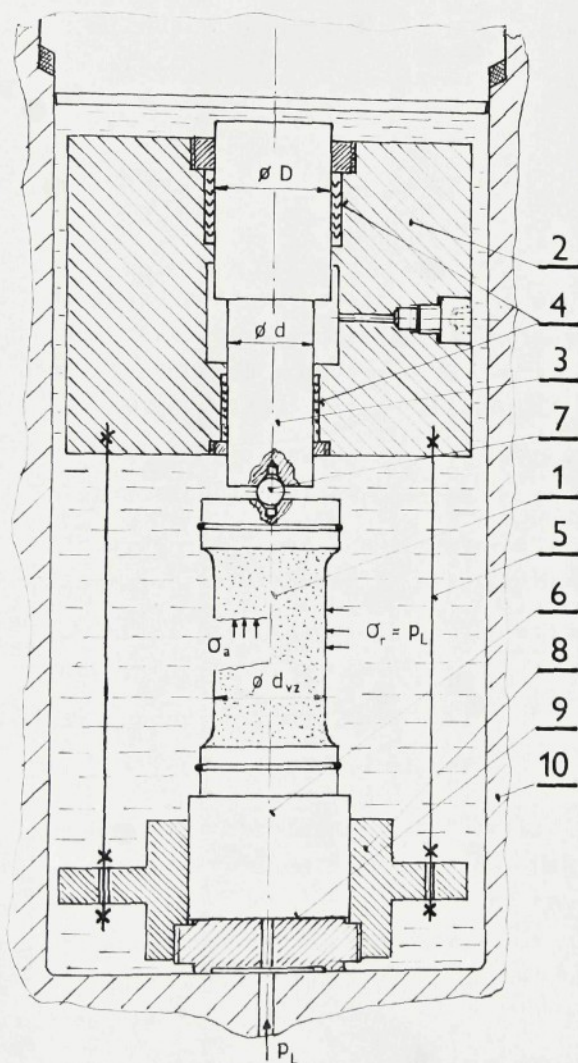
5.2.2 Zkoušky v tříosém přístroji

A. Měřicí přístroj a určování napjatosti

Anizotropní napjatost vzorků byla realizována pomocí tříosého přístroje vlastní konstrukce, který umožnil simulovat stav tříosé osově symetrické napjatosti vzorku, při němž platí pro hlavní napětí vztah $\sigma_1 > \sigma_2 \approx \sigma_3$, při přibližně radiálních dráhách napětí. Za napětí σ_1 lze pokládat svislé napětí σ_z vzorku, jehož deformace je zpravidla středově symetrická.

Vzhledem k nutnosti aplikovat anizotropní napjatost při relativně vysokých hodnotách středního hydrostatického napětí /50 - 350 MPa/, byla jako zdroje hydraulického tlaku využita tlaková komora laboratorního izostatického lisu CZJ 4/0104, do níž byl přístroj vkládán. Tomuto požadavku bylo podřízeno

také konstrukční provedení a hlavní rozměry přístroje tak, aby byl využit celý omezený vnitřní prostor autoklávu /max. ϕ 150 mm, výška 330 mm/. Princip činnosti přístroje je patrný ze schématu obr. 5.2.



LEGENDA :

- 1 - vzorek v pryžové membráně
- 2 - těleso multiplikátoru
- 3 - diferenciální plunžr
- 4 - ucpávky
- 5 - spojovací šrouby
- 6 - zátky s vodícím válcem
- 7 - centrovací kulička
- 8 - těleso vedení
- 9 - matice
- 10 - tlaková nádoba

Obr. 5.2 Přístroj pro tříosé zhutňování prášku /schema/

Válcový vzorek 1 uzavřený v pryžové membráně je po vložení do tlakové nádoby lisu 10 zatěžován radiálně tlakem kapaliny. Axiálně týmž tlakem zvětšeným o sílu vyvozenou multiplikátorem s diferenciálním plunžrem 3. Vhodná míra anizotropie napjatosti byla zajišťována vhodnou volbou průměru vzorku.

Pro hodnoty napětí σ_r , σ_a lze v souladu s označením na obr. 5.2 psát

$$\sigma_r = p_L \quad /5.58/$$

$$\sigma_a = \left(1 + \frac{D^2 - d^2}{d_{vz}^2} \right) \cdot p_L \quad /5.59/$$

Skutečné hodnoty napětí σ_a a σ_r nejsou definovány jednoduchými statickými podmínkami rovnováhy /5.58 a 59/ a deformačními vlastnostmi zkoušeného vzorku zcela přesně, neboť jsou ovlivňovány též řadou jiných faktorů :

- 1/ Přesnost Bourdoňského deformačního tlakoměru izostatického lisu, kterým byl měřen tlak p_L ;
- 2/ Vliv změn tlaku vzduchu uzavřeného v prostoru mezi tělesem přístroje 2 a plunžrem 3 při pohybu plunžru;
- 3/ Vliv tření plunžru přenášejícího sílu $(\sigma_a - \sigma_r) \cdot S_{vz}$ na váleček vzorku;
- 4/ Vliv tuhosti pryžové membrány;
- 5/ Vliv velikosti pórového tlaku.

Označíme-li absolutní chyby vzniklé vlivem uvedených faktorů písmenem E s patřičným indexem, pak chyba E_1 je po korekci odečítaného tlaku z cejchovní tabulky manometru pouze chybou nahodilou, chyby E_2 , E_3 , E_4 jsou systematické, přičemž E_2 a E_3 má vliv na hodnotu σ_a , chyba E_4 na hodnotu σ_r a E_5 ovlivňuje obě hodnoty napětí.

Hodnota chyby E_2 byla stanovena výpočtem. V nejméně příznivém případě činí silová ztráta na plunžru $F = E_2 = 120$ N, což přináší relativní snížení hodnoty σ_a o max. 0,25%.

Vliv silových ztrát třením v ucpávkách systematicky snižuje hodnotu σ_3 o E_3 . Její experimentální určování při pravděpodobné závislosti na lisovacím tlaku je značně obtížné. Ve snaze po eliminaci její hodnoty bylo v těsnění vytvořeno značné předpětí. Hodnota třecí síly v ucpávkách v okamžiku počátku pohybu byla určena při atmosferickém tlaku pomocí prstencového dynamometru a činila $F_3 = 1680 \text{ N}$ /průměr z 10-ti opakovaných měření/, tato síla sloužila jako základ korekce hodnoty σ_3 .

Vliv tuhosti membrány se projevuje zvýšením měřeného radiálního napětí σ_r o hodnotu E_4 . Jak ukázaly zkoušky Fedy, in /12/ a dalších autorů /tamtéž/, činí chyba E_4 při tloušťce membrány 0,3 mm méně než 0,005 MPa. Pro použité membrány tloušťky 0,1 - 0,15 mm je hodnota chyby E_4 zanedbatelná, neboť relativně činí méně než 0,02% hodnoty σ_r .

Vliv pórového tlaku snižuje naměřené hodnoty σ_3 a σ_r o hodnotu E_5 . Vzhledem k aplikaci suchých prášků činí uvedená chyba na základě výpočtu z Boyle-Mariottova zákona méně než 0,3 MPa, což představuje max. 0,1% relativní chyby v určení hodnot napětí, což je vzhledem k rozptylu experimentální chyby hodnota zanedbatelná.

Na základě provedeného rozboru byl vztah /5.59/ zpřesněn korekcí na chybu E_3 takto:

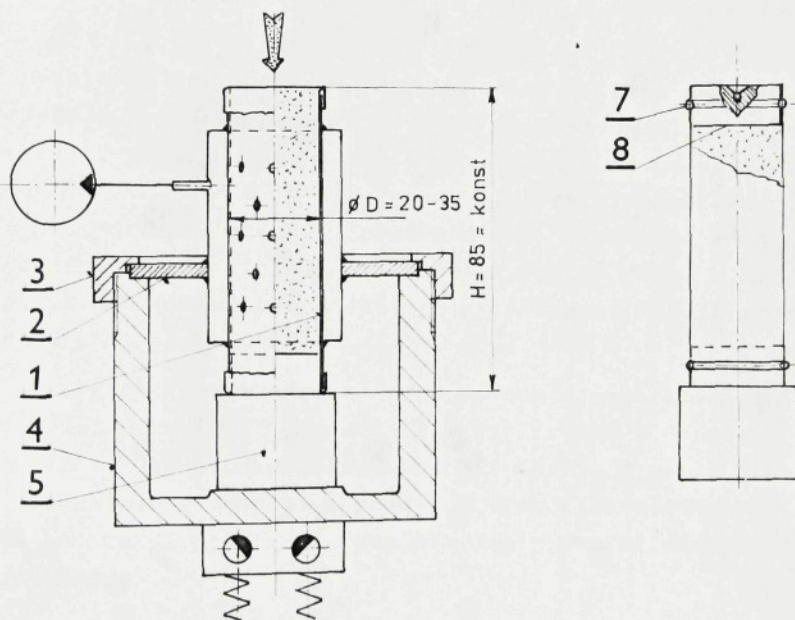
$$\sigma_3 = \left(1 + \frac{D^2 - d^2}{d_{vz}^2} \right) \cdot p_L - \frac{4 F}{\pi d_{vz}^2}, \quad /5.60/$$

kde F_3 je silová korekce na ztráty v ucpávkách.

B. Způsob provádění zkoušek

Značná pozornost byla věnována přípravě vzorků /obr. 5.3/, které byly připravovány tak, že tenkostěnná válcová oboustranně otevřená pryžová membrána 1 byla vložena do plnicího kontejneru 2, který dovoľoval vakuově zrealizovat předpětí pryžové membrány

tak, aby přesně kopírovala válcový prostor kontejneru. Kontejner byl pomocí příruby a bajonetové matice 3 fixován přes spodní zátku 4 na těleso 5 vibračního plnicího zařízení. Poté byl průběžně dodávaný prášek vibračně zhutňován při parametrech vibrací podle kap. 4.4.1 po dobu 180 s. Po uzavření zátkou 6 byl vzorek /částečně zpevněný zpětnou pružnou deformací membrány po přerušení vakua/ vysunut z kontejneru a zátky fixovány k membráně pomocí "O" kroužků 7. Změna průměrů vzorků byla zajišťována vždy výměnou celého kontejneru s jiným průměrem plnicího prostoru v rozmezí 20 - 35 mm. Vzorky umístěné do tříosého přístroje byly poté podrobeny vlastnímu zhutňování.



Obr. 5.3 Schema zařízení pro přípravu vzorků

Kompresní a dekompresní režim tlakování tříose zhutňovaného vzorku byl shodný s popisem v kap. 4.3.2. Nejvyšší úroveň lisovacího tlaku byla odečítána přímo z manometru izostatického lisu.

Průměr d_v odměřený ve středové partii vzorku po vyjmutí z přístroje /průměrná hodnota 4 měření vždy s otočením o 45° / je vzhledem k poměrně přesnému zachování válcového tvaru velmi dobrou aproximační hodnotou pro výpočet průřezu vzorku a dovoluje stanovit konečný stav napjatosti výpočtem ze vztahů /5.57/ a /5.60/. Posléze byl ze středové partie vzorku připraven vzorek pro odměření objemové hmotnosti /podle kap.4.2.1/.

Uvedenou metodikou byly připraveny vzorky z obou prášků /H 69 bez úprav a H 69 mletý/ uspořádané podle snižujícího se výchozího průměru do 5-ti serií a jednotlivé vzorky každé serie odlisovány lisovacím tlakem devíti hodnot v intervalu 20 - 280 MPa /viz tab. 5.I a 5.II/.

Vzhledem k zprostředkované metodice výpočtu napjatosti na základě rozměrů /průměru/ vzorku po odlisování je experimentální rozsah omezen. Shora maximální anizotropií definovanou úhlem $\theta < \theta_r$, tedy pouze na kontraktantní fázi zhutňování bez porušení vzorku, dolní hranice je omezena s ohledem na dodržení podmínky minimální štíhlosti vzorku /kap. 5.1.2/ a konstrukčním provedením přístroje /konstantní rozdíl ploch plunžru/.

Praktický rozsah aplikačních možností experimentální metody ležel v rozmezí $\theta = 9^\circ - 21^\circ$ pro prášek H 69 mletý a $\theta = 12^\circ - 21^\circ$ pro tentýž prášek bez úprav. Širší rozsah pro prášek mletý souvisí s rozdílem výchozích pórovitostí a menší kontrakcí průměru vzorku při daném maximálním výchozím jeho průměru.

Horní anizotropie napjatosti vzorku $\theta_p = 21^\circ$, jejímž překročením docházelo k porušení vzorku nelze jednoznačně ztotožnit s hodnotou reziduální smykové pevnosti, tedy $\theta_p \neq \theta_r$, lze ji pokládat pouze za hrubý odhad její spodní hranice.

Charakter porušení vzorků $\theta > \theta_p = 21^\circ$ je typický tím, že vytváří kuželovou rotační smykovou plochu se svislou osou a vrcholem ve středu vzorku /dvojkůžel/ a svědčí o homogenitě

vzorku. Avšak ani z úhlu osnov obou smykových ploch nelze reziduální úhel vnitřního tření správně stanovit, neboť jde patrně o sekundární porušení provázené dekompresní fází, jehož příčinu lze spatřovat v pravděpodobném dodatečném tlakovém namáhání vzorku v důsledku zpětné elastické deformace přístroje.

5.2.3 Vyhodnocení naměřených hodnot

A. Transformace experimentálních dat a výpočet parametrů modelu

Experimentální data, t.j. průměr vzorku po zhutňování, radiální σ_r^i a axiální σ_a^i napětí, podle vztahů /5.32 a 5.33/, vypočtené hodnoty oktaedrických normálních σ_{oct}^i a tečných τ_{oct}^i napětí, úhel anizotropie napětí θ_i vypočtený podle vztahu /5.57/ a objemová hmotnost ρ_i přepočtená na číslo pórovitosti e_i jsou shrnuty pro oba hodnocené prášky do tab. 5.I a tab. 5.II, v kterých jsou dále uvedeny hodnoty $\sigma_{zo}(e_i)$ vypočtené iteračně vždy pro příslušné e_i ze vztahu /5.45/ a normované hodnoty oktaedrických napětí $S(e_i)$ a $T(e_i)$ vypočtené ze vztahů /5.52 a 5.52a/.

Pro oba soubory hodnot θ_i , $S(e_i)$, $T(e_i)$ byly regresně, aplikací metody nejmenších čtverců s využitím numerické modifikované Newtonovy metody pro dvě neznámé /38/, vypočteny hodnoty parametrů n a φ .

Dále byly iteračně určeny, podle /50/, hodnoty úhlu θ pro kritický stav napjatosti $\theta = \theta_c$ ze vztahu /5.24a/ a pro speciální případy anizotropní konsolidace / $\theta = \text{konst.}$ /, t.j. pro případ jednoosého lisování úhel θ_{UA} ze vztahu /5.43/ a pro rovinné přetvoření úhel θ_{PS} ze vztahu /5.44/. Podle obr. 1.3 byla stanovena navíc pro daný úhel $\theta_r = \phi_r$ hodnota úhlu interpartikulárního tření ϕ_p . Vypočtené hodnoty parametrů jsou přehledně shrnuty do tab. 5.III.

B. Zhodnocení výsledků

Předpokládáme-li vztahy definované modelem za fyzikálně výstižné pro sledovaný proces zhutňování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, je

TABULKA 5. I Naměřené a vypočtené hodnoty třísoých zkoušek pro práček H 69 mletý

Serie	Průměr vzorku	N s p ě t í			úhel θ /deg/	ρ_{0-3} /kg m ⁻³ /	číslo pórov.	σ_{120} /MPa/	Normovaná napětí	
		σ_r /MPa/	σ_a /MPa/	σ_{oct} /MPa/					normální S	tečné T
I.	32,20	18,04	24,68	20,26	8,79	1,8129	1,1899	22,61	0,8959	0,1385
	31,80	38,34	55,19	43,96	10,24	1,8513	1,1445	46,46	0,9462	0,1709
	32,10	48,74	70,31	55,93	10,17	1,8688	1,1243	60,85	0,9192	0,1672
	32,00	59,23	86,06	68,17	10,51	1,8824	1,1090	72,13	0,8450	0,1752
	32,70	79,92	115,28	91,71	10,31	1,9137	1,0745	98,98	0,8266	0,1686
	33,00	99,23	143,70	114,45	10,24	1,9389	1,0476	122,85	0,8316	0,1663
	33,10	117,28	168,85	134,47	10,25	1,9589	1,0267	144,03	0,9336	0,1688
	32,60	145,82	212,41	168,01	10,58	1,9890	0,9960	181,47	0,9258	0,1729
	32,80	176,80	256,99	203,53	10,52	2,0132	0,9720	218,28	0,9324	0,1732
	28,20	18,04	26,70	20,93	11,04	1,8145	1,1879	23,24	0,9006	0,1757
II.	28,60	38,34	58,84	45,19	12,09	1,8553	1,1398	49,71	0,9090	0,1947
	28,60	48,74	75,92	57,80	12,50	1,8738	1,1186	65,01	0,8891	0,1971
	28,10	59,23	93,54	70,67	12,89	1,8877	1,1008	78,23	0,9033	0,2067
	28,10	79,92	127,82	95,89	13,25	1,9236	1,0639	108,03	0,8877	0,2090
	28,20	99,23	159,90	119,85	13,25	1,9512	1,0346	135,66	0,8035	0,2088
	27,90	117,28	189,87	141,48	13,30	1,9726	1,0126	160,11	0,8836	0,2138
	28,10	145,82	235,45	175,69	13,52	2,0004	0,9846	197,95	0,8975	0,2134
	28,40	176,80	283,76	212,45	13,35	2,0252	0,9603	239,60	0,8867	0,2104
	25,40	18,04	28,72	21,60	13,11	1,8162	1,1859	23,89	0,9042	0,2106
	24,70	38,34	66,26	47,65	15,44	1,8640	1,1298	56,90	0,8375	0,2313
III.	25,20	48,74	83,75	60,41	15,28	1,8810	1,1106	70,90	0,8520	0,2328
	24,70	59,23	104,27	74,24	15,96	1,9009	1,0885	87,71	0,8464	0,2421
	25,10	79,92	139,96	99,93	15,81	1,9351	1,0515	119,12	0,8389	0,2375
	25,60	99,23	172,73	124,13	15,48	1,9606	1,0249	145,95	0,8506	0,2352
	24,10	117,28	211,57	149,71	17,03	1,9902	0,9948	183,10	0,8176	0,2504
	24,60	145,82	262,76	184,80	16,61	2,0183	0,9690	223,52	0,8268	0,2466
	24,30	176,80	323,89	225,50	16,80	2,0458	0,9436	275,07	0,8198	0,2503
	23,30	18,04	30,73	22,27	15,03	1,8206	1,1804	25,91	0,8595	0,2308
	23,75	38,34	68,54	48,11	16,39	1,8658	1,1278	58,35	0,8296	0,2440
	23,60	48,74	87,99	61,82	16,62	1,8849	1,1062	74,11	0,8320	0,2493
IV.	23,60	59,23	106,27	75,67	17,08	1,9085	1,0623	92,64	0,8168	0,2510
	23,15	79,92	150,50	103,44	17,83	1,9451	1,0410	129,19	0,8007	0,2579
	24,00	99,23	182,77	127,47	17,05	1,9701	1,0152	157,07	0,8116	0,2499
	23,70	117,28	217,88	150,81	17,46	1,9913	0,9937	184,68	0,8166	0,2568
	23,60	145,82	272,88	188,17	17,66	2,0224	0,9630	224,29	0,8032	0,2557
	23,50	176,80	333,01	228,87	17,84	2,0473	0,9392	285,58	0,8014	0,2579
	21,30	18,04	33,22	23,10	17,21	1,8262	1,1739	28,69	0,8051	0,2494
	22,70	38,34	71,40	49,36	17,52	1,8694	1,1237	61,35	0,8046	0,2540
	22,50	48,74	92,65	63,37	18,09	1,8905	1,1000	78,88	0,8034	0,2624
	22,40	59,23	113,99	77,48	18,43	1,9138	1,0744	99,07	0,7821	0,2606
V.	22,60	79,92	153,97	104,60	18,46	1,9504	1,0354	144,81	0,7759	0,2590
	22,80	99,23	191,73	130,46	19,83	1,9760	1,0091	164,40	0,7936	0,2635
	21,75	117,28	236,72	157,09	19,72	2,0054	0,9796	205,63	0,7640	0,2738
	21,70	145,82	296,11	195,91	19,88	2,0358	0,9501	269,32	0,7526	0,2721
	21,45	176,80	364,30	259,30	20,17	2,0606	0,9266	319,16	0,7498	0,2769

Tabulka 5.II. Naměřené a vypočtené hodnoty třísoých zkoušek pro prášek H 69 bez úprav

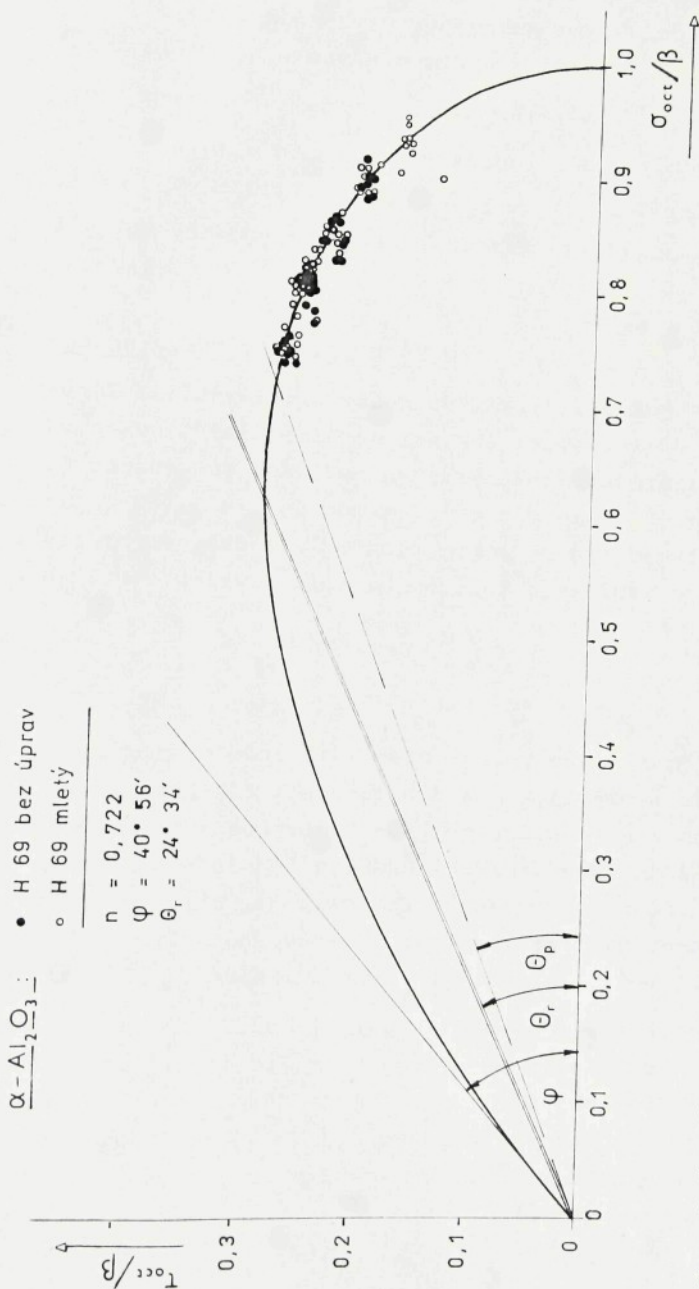
Serie	Průměr vzorku	N a p ě t ě		Oktaedrická napětí		úhel θ /deg/	ρ_0 /kg m ⁻³ /	číslo pórov.	σ_{10} /MPa/	Normovaná napětí	
		σ_t /MPa/	σ_0 /MPa/	σ_{oct} /MPa/	τ_{oct} /MPa/					normální s	tečné I
I.	29,10	18,04	28,44	21,51	4,90	12,85	1,2840	2,0918	24,20	0,8887	0,2027
	28,15	38,34	60,65	45,78	10,52	12,94	1,4545	1,7294	51,80	0,8837	0,2030
	28,60	48,74	77,87	58,45	13,73	13,22	1,5064	1,6355	65,35	0,8945	0,2101
	29,35	59,23	93,37	70,61	18,09	12,84	1,5651	1,5277	77,14	0,9152	0,2086
	28,75	79,92	128,01	95,95	25,67	13,29	1,6382	1,4234	106,90	0,8811	0,2081
	28,50	99,83	161,02	120,23	28,85	13,49	1,7059	1,3212	136,80	0,8789	0,2108
	29,00	117,28	186,76	140,44	35,75	13,13	1,7571	1,2594	161,19	0,8713	0,2032
	28,95	145,82	232,56	174,73	40,89	13,17	1,8220	1,1789	197,44	0,8850	0,2071
	28,70	176,80	283,87	212,49	50,47	13,36	1,8884	1,1023	242,70	0,8755	0,2079
	26,45	18,04	30,63	22,24	5,94	14,95	1,1397	2,4834	14,39	0,8505	0,2271
II.	26,30	38,34	65,75	47,48	12,92	15,23	1,4687	1,7030	55,29	0,8588	0,2338
	25,90	48,74	84,76	60,75	16,98	15,62	1,5354	1,5856	73,86	0,8825	0,2300
	26,70	59,23	100,48	72,98	19,44	14,22	1,5772	1,5171	87,15	0,8374	0,2231
	25,85	79,92	139,41	79,75	28,04	15,70	1,6688	1,3789	120,97	0,8246	0,2318
	26,20	99,83	172,24	123,97	34,13	15,39	1,7229	1,3042	144,55	0,8576	0,2361
	26,50	117,28	202,40	145,65	40,13	15,40	1,7733	1,2387	169,65	0,8585	0,2365
	26,35	145,82	250,53	180,72	49,36	15,28	1,8523	1,1432	216,91	0,8332	0,2276
	26,30	176,80	304,30	119,30	60,10	15,33	1,9242	1,0848	255,02	0,8599	0,2357
	23,80	18,04	33,59	23,22	7,33	17,52	1,3288	1,9876	29,13	0,7370	0,2516
	24,60	38,34	69,67	48,78	14,77	16,64	1,4887	1,6668	60,48	0,8065	0,2441
III.	23,75	48,74	91,57	63,02	27,19	17,77	1,5563	1,5510	80,33	0,7845	0,2514
	24,15	59,23	109,65	76,04	32,77	17,36	1,6001	1,4810	94,98	0,8006	0,2503
	24,30	79,92	147,79	102,54	39,00	17,33	1,6769	1,3381	133,28	0,7694	0,2401
	24,25	99,83	183,66	127,77	46,52	17,19	1,7566	1,2600	160,96	0,7938	0,2456
	23,55	117,28	222,64	152,40	49,66	16,95	1,8095	1,1940	189,91	0,8025	0,2615
	23,55	145,82	270,99	187,54	59,01	17,46	1,8901	1,1229	229,21	0,8182	0,2574
	24,10	176,80	327,80	227,00	70,99	17,37	1,9463	1,0337	293,53	0,7787	0,2436
	21,75	18,04	36,66	24,25	8,78	19,90	1,3539	1,9322	32,51	0,7458	0,2700
	22,30	38,34	76,47	51,05	17,97	19,76	1,5146	1,6208	67,76	0,7534	0,2653
	22,35	48,74	96,68	64,72	22,60	19,55	1,5728	1,5241	85,69	0,7553	0,2638
IV.	22,15	59,23	119,16	79,21	28,25	19,63	1,6284	1,4379	105,21	0,7528	0,2685
	22,60	79,92	157,75	105,86	36,69	19,11	1,7161	1,3134	141,42	0,7486	0,2594
	21,65	99,83	205,87	135,18	49,99	20,29	1,8007	1,2047	184,78	0,7316	0,2705
	21,90	117,28	239,11	157,89	57,43	19,99	1,8411	1,1564	209,44	0,7538	0,2742
	22,30	145,82	292,01	184,55	68,92	19,51	1,9161	1,0719	264,73	0,7349	0,2604
	21,85	176,80	361,52	238,37	87,08	20,07	1,9783	1,0068	323,41	0,7370	0,2693

tento předpoklad kvalitativně potvrzen velmi těsnou přiléhavostí experimentálních dat k proložené závislosti /obr. 5.4/. Pro objektivní kvantitativní vyjádření adekvátnosti modelu nelze spolehlivě určit nezávislý odhad rozptylu experimentální chyby, neboť nejsou k dispozici opakování naměřených hodnot pro daný experimentální bod - každý vzorek byl individuálně zařazen do výpočtového modelu pro získání parametrů.

TABULKA 5.III Vypočtené hodnoty parametrů modelu a charakteristických hodnot pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Prášek Parametr	H 69 mletý	H 69 bez úprav	H 69 /oba soubory hodnot/
n /1/	0,706	0,737	0,722
φ /rad/	0,7143227	0,7142314	0,7143730
/deg/	$40^\circ 56'$	$40^\circ 55'$	$40^\circ 56'$
θ_r /rad/	0,4319043	0,4259859	0,4288892
/deg/	$24^\circ 45'$	$24^\circ 24'$	$24^\circ 34'$
θ_{ps} /rad/	0,1442346	0,1399355	0,1420214
/deg/	$8^\circ 16'$	$8^\circ 01'$	$8^\circ 08'$
θ_{uA} /rad/	0,3325152	0,3142341	0,3230936
/deg/	$19^\circ 03'$	$18^\circ 00'$	$18^\circ 31'$
ϕ_p /deg/	-	-	$15^\circ - 16^\circ 30'$

Považujeme-li však za míru spolehlivého určení parametru φ , resp. $\phi_r = \theta_r$, mez přesnosti jeho stanovení absolutní chybou $\pm 0,5^\circ$, in /12/ str. 91, pak lze soubory μ , θ /normovaných dat prášků H 69 bez úprav a H 69 mletého považovat za náhodné výběry z téhož základního souboru náhodné veličiny μ , θ /s normálním rozdělením a parametry splňujícími



Obr. 5.4 Výsledky experimentů tříosého zhutňování v porovnání s teoretickým průběhem plastického potenciálu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

předpis daný vztahem /5.51/, resp. /5.53/. Lze tedy regresně zpracovat celý soubor a hodnoty vypočtených parametrů považovat za reprezentativní pro oba sledované prášky.

Výše provedené úvahy vedou k těmto závěrům :

- a/ Úprava prášku mletím neovlivní významně tvar plochy plasticity prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$;
- b/ Oba prášky se však významně liší charakteristikou deformačního zpevnění.

C. Mezní plocha stavu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Názornější interpretaci uváděných závěrů dovoluje aplikace mezní plochy stavu, která byla na základě teoretického rozboru v kap. 5.1.3 zpracována graficky do třírozměrného diagramu v prostoru / σ_{cct} , τ_{cct} , e / do obr. 5.5^{x/}, z kterého je patrné, že lze nalézt takové dvojice hodnot $e \neq e_{\text{ml}}$, pro které příslušší prášku H 69 bez úprav a mletému totožný plastický potenciál

$$[\sigma_{\text{cct}}^2 + \tau_{\text{cct}}^2]^{1/2} - \beta(e) \cdot \cos^n\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) = 0 \quad /5.61/$$

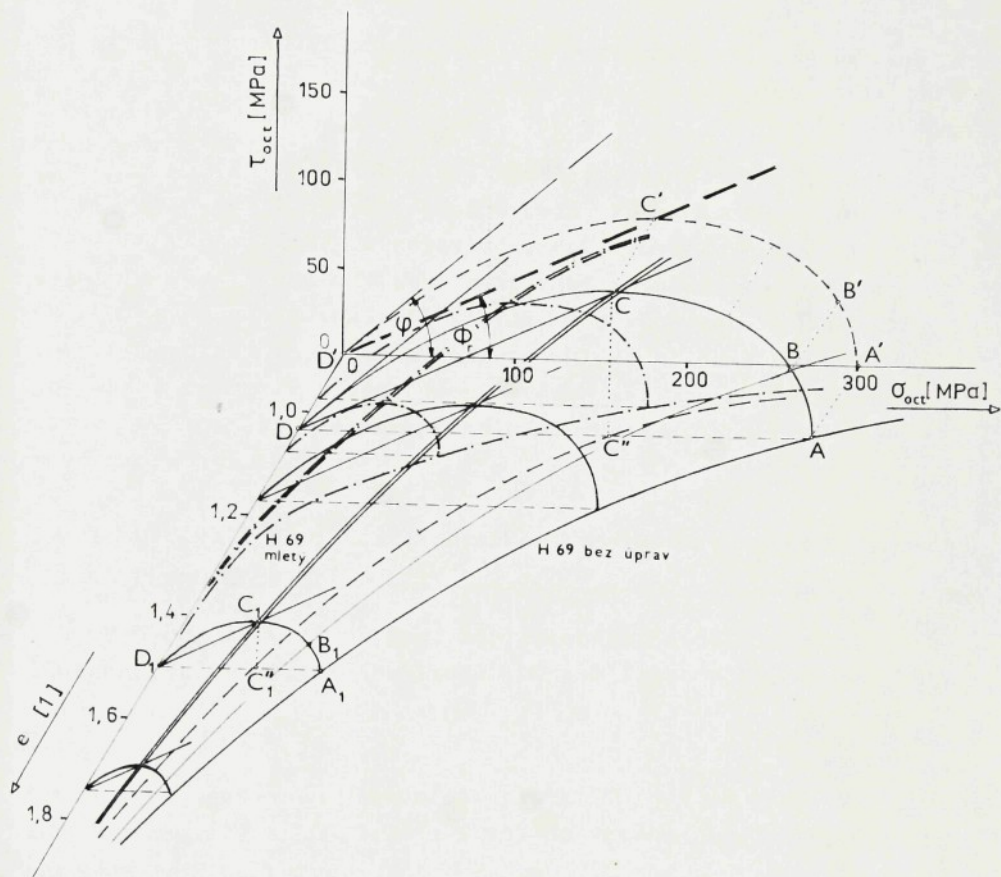
kdy hodnoty $\beta(e) = \beta(e_{\text{ml}})$, resp. $\sigma_{\text{izo}}(e) = \sigma_{\text{izo}}(e_{\text{ml}})$.

Znáмым praktickým důsledkem této skutečnosti je možnost dosáhnout aplikací stejného lisovacího tlaku /při jinak identických okrajových podmínkách/ podstatně většího zhutnění u prášku

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ předběžně mletého. Předchozí úvaha však dokládá navíc, že mletím bylo dosaženo jen takových strukturních změn, které mohou být vyvolány podstatně většími lisovacími tlaky /omezeno určitým minimálním lisovacím tlakem $p_L > p_{L \text{ min}}$ /.

Bereme-li v úvahu rozbor v kap. 4.1 a kap. 4.4.3, kde je zdůvodněno, že mletím nedochází v podstatné míře k změnám primární granulometrie /změnám základních zrn/, lze zde rozšířit tento závěr na celý průběh procesu zhutňování v rozmezí reálných lisovacích tlaků při izostatickém lisování /stovky MPa/ - strukturní změny se omezují na kvalitativní změny sekundární agregátní struktury.

^{x/} Je zřejmé, že mezní plocha stavu je zde symetrická podle roviny / σ_{cct} , e / - na obr. 5.5 je pouze část v poloprostoru $\tau_{\text{cct}} > 0$.



Obr. 5.5 Mezní plocha stavu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Stavy napjatosti a dosaženého zhutnění vymezené na obr. 5.5 čarami AA_1 /izotropní zhutňování/ a CC_1 /kritický stav/ přísluší kontraktantní fázi procesu zhutňování, kdy $d\epsilon_v^p > 0$ a vymezují aplikační možnosti a průběh procesu zhutňování při lisování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

5.3 Ověřování platnosti modelu

Má-li model definovat výstižně napjatost výlisku při daných kinematických okrajových podmínkách, musí nutně dávat také spolehlivou prognózu přetvoření.

Pro ověření platnosti byl model použit nejprve ke specifikaci napjatosti při lisování trubíc, kdy $\epsilon_a = 0$ a také $d\epsilon_a = 0$ /rovinné přetvoření/, v závislosti na lisovacím tlaku p_l . Dále byl použit pro odvození kompresní rovnice $e = e(p_l)$ případu rovinného přetvoření při kterém bylo vycházeno z kompresní rovnice izotropního zhutňování $e = e(\sigma_{iz})$, přičemž hodnoty vypočtené z této závislosti jsou metodou analýzy rozptylu objektivně porovnávány s experimentálními výsledky naměřené objemové hmotnosti trubíc.

5.3.1 Určování napjatosti rotačně souměrných výlisků při rovinném přetvoření / $d\epsilon_a = 0$ /

Pro predikovaný případ, kdy autohezní složku zpevnění lze zanedbat, t.j. při předpokladu $k(e) = 0$, lze podle /5.5a/ psát

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{\tau_{oct}}{\sigma_{oct}}, \quad /5.62/$$

protože při rovinném přetvoření platí $d\epsilon_a = 0$, a také $\theta = \theta_{ps} = \text{konst}$, lze dosazením vztahů /5.32 a 5.33/ do vztahu /5.62/ vyjádřit poměr $k = \sigma_a / \sigma_r$ ve tvaru

$$k = \frac{\sqrt{2} - 2 \operatorname{tg} \theta_{ps}}{\sqrt{2} + \operatorname{tg} \theta_{ps}} = \sqrt{2} \cdot \frac{\pi n}{2 \varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta_{ps}}{\varphi} \right) = \text{konst}, \quad /5.63/$$

z toho pro napětí

$$\sigma_a = k \cdot \sigma_r = \sqrt{2} \cdot \frac{\pi n}{2 \varphi} \cdot \operatorname{tg} \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta_{ps}}{\varphi} \right) \cdot \sigma_r. \quad /5.64/$$

Pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ lze vypočítat podle údajů z tab. 5.III číselně $k = 0,725$, což je konstantní hodnota v celém rozsahu lisovacích tlaků.

Uvedený výpočet definuje pro případ rovinného přetvoření jednoznačně přímkovou radiální dráhu napětí a protože platí $\sigma_r = p_L$ lze vyjádřit osově napětí hodnotou $\sigma_z = K \cdot p_L = 0,725 \cdot p_L$, tím byla jednoznačně stanovena napjatost příslušející izostatickému lisování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ v suché formě, resp. při adekvátním případě izostatického lisování trubíc na trn.

5.3.2 Odvození kompresní křivky výlisků trubíc

Uvážíme-li, že posloupnost stavů napětí a dosaženého zhutnění / σ_{oct} , τ_{oct} , e /, tzv. dráha stavů, na mezní ploše stavu je dána křivkou ležící v rovině $\theta = \theta_{ps}$ vztahem /5.46/, bude pro její průmět do roviny / σ_{oct} , e / podle /5.47/ platit

$$e = e_0 \cdot \left[1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp \left(-k_i \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta_{ps}}{\varphi} \right) \cos \theta_{ps} / \sigma_{oct} \right) \right], \quad /5.65/$$

s přihlédnutím k vztahům /5.32/ a /5.63/ bude

$$\sigma_{oct} = \frac{(2 + K)}{3} \cdot \sigma_r, \quad /5.66/$$

po dosazení do /5.65/ dostáváme

$$e = e_0 \cdot \left[1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp \left(- \frac{k_i \cdot \cos^n \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\theta_{ps}}{\varphi} \right) \cdot \cos \theta_{ps}}{1/3 (2 + K)} \cdot \frac{1}{\sigma_r} \right) \right]. \quad /5.67/$$

Pro prášek H 69 bez úprav po dosazení parametrů z tab.4.XVIII dostáváme

$$e = e_0 \cdot \left[1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k'_i / \sigma_r) \right], \quad /5.68/$$

kde $a_1 = 0,7825$, $k'_1 = 1,0515 \cdot k_1 = 3,32 \text{ MPa}$,
 $a_2 = 0,1249$, $k'_2 = 1,0515 \cdot k_2 = 176,2 \text{ MPa}$,
 $e_0 = 6,68$.

Hodnoty $e = e(\sigma_r)$ vypočtené podle /5.68/ pro vybrané lisovací tlaky $p_L = \sigma_r$ z intervalu hodnot 50 - 280 MPa byly po přepočtu na objemovou hmotnost $\varphi(\sigma_r)$ porovnány s odpovídajícími

hodnotami průměrných objemových hmotností $\varphi(p_L)$ experimentálně určených na vzorcích trubic /podle tab. 4.IX/. Užitím analýzy rozptylu byla testována hypotéza rovnosti hodnot $\varphi(\sigma_r) = \varphi(p_L)$ uvedených v tab. 5.IV.

TABULKA 5.IV Naměřené a vypočtené hodnoty objemových hmotností

Lisovací tlak /MPa/ Objemová hmotnost /kgm ⁻³ /	79,9	99,8	145,8	197,3	275,7
Experiment $\varphi(p_L)$	1539,6	1588,1	1711,9	1797,4	1893,5
Výpočet $\varphi(\sigma_r)$	1542,1	1599,7	1709,8	1805,3	1912,8

Použitý výpočtový model v souladu s výsledky v kap. 4.4.1 předpokládá aditivnost sledovaných efektů dat bez opakování. Výsledky zpracované do tab. 5.V ukazují očekávanou významnost vlivu lisovacího tlaku a zároveň dovolují přijmout hypotézu $\varphi(\sigma_r) = \varphi(p_L)$, t.j. umožní konstatovat, že na hladině významnosti $\alpha = 0,05$ není mezi hodnotami vypočtenými a nalezenými experimentálně statisticky významný rozdíl.

TABULKA 5.V Analýza rozptylu - porovnání naměřených a vypočtených hodnot objemových hmotností

Zdroj proměnlivosti	Součet čtverců	Stupeň volnosti	Rozptyl	F ? $F_{0,05}$	Význam- nost
Exp. x výpočet	$1,520 \cdot 10^{-4}$	1	$1,520 \cdot 10^{-4}$	$4,44 < 7,71$	ne
Lisovací tlak	$1755 \cdot 10^{-4}$	4	$438,7 \cdot 10^{-4}$	$1281 > 6,39$	ano
Reziduální	$1,37 \cdot 10^{-4}$	4	$0,342 \cdot 10^{-4}$	--	--
Celkem	0,175789	--	--	--	--

Na základě závěrů prováděného rozboru lze konstatovat, že navrhovaný model adekvátně popisuje proces zhuťování prostřednictvím sledovaných vztahů.

5.4 Aplikace modelu pro specifikaci podmínek lisování trubic

Bereme-li v úvahu v souladu s předchozím rozbořem, že lisování trubic na trn lze považovat za případ adekvátní izostatickému lisování v suché formě, můžeme předpokládat, že okrajové deformační podmínky $\varepsilon_a = 0$ a $d\varepsilon_a = 0$ jsou splnitelné a případ posuzovat jako rovinné přetvoření.

5.4.1 Vzpěrné namáhání trnu

Jestliže dochází ke zhutňování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ s rovinným přetvořením, je aplikací modelu zhutňování definován stupeň anizotropie rotačně souměrné napjatosti, t.j. jsou jednoznačně definovány velikosti hlavních napětí $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_r$ a $\sigma_3 = \sigma_a$ a zároveň pro jejich velikost platí

$$\sigma_r = p_L \quad /5.69/$$

$$\sigma_a = \kappa \cdot p_L = 0,725 \cdot p_L \quad /5.70/$$

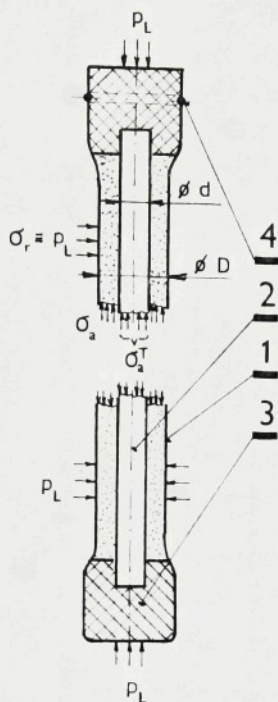
Uvedené vztahy stanovené za předpokladu absolutní tuhosti válcového stealitového lisovacího trnu budou bez újmy na přesnosti závěrů platné i v případě, že připustíme reálné pružné deformace trnu, neboť modul pružnosti stealitu $E = 0,1 \cdot 10^6$ MPa $\gg$ než pseudoelastický modul pružnosti prášku v celém procesu zhutňování.

Za předpokladu, že axiální síla, která je důsledkem anizotropní napjatosti, je prostřednictvím zátky přenášena na trn, bude podle obr. 5.6 pro rovnováhu sil ve svislém směru platit

$$\sigma_a \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (D^2 - d^2) + \sigma_a^T \cdot \frac{\pi d^2}{4} - \frac{\pi}{4} \cdot D^2 \cdot p_L = 0 \quad /5.71/$$

z toho uvážením vztahu /5.70/

$$\sigma_a^T = \left[(1 - \kappa) \left(\frac{D}{d} \right)^2 + \kappa \right] \cdot p_L \quad /5.72/$$



LEGENDA :

- 1 - pryžová forma
- 2 - steelitový trn
- 3 - středící zátky
- 4 - uzavírací "o"-kroužek

Obr. 5.6 Schema napjatosti při lisování trubíc

Lisovací trn je vystaven tříosé tlakové rotačně souměrné napjatosti, kde hlavní napětí jsou definována vztahy

$$\sigma_1 = \sigma_2^T = \left[(1 - \kappa) \cdot \left(\frac{D}{d} \right)^2 + \kappa \right] P_L, \quad /5.73/$$

$$\sigma_2 = \sigma_3 = P_L. \quad /5.74/$$

Za zjednodušujících předpokladů platnosti Hookeova zákona /fyzikální linearita/ a za předpokladu Boltzmanovských vlastností aplikované napjatosti, lze tenzor napjatosti σ_{ij} rozdělit na izotropní a anizotropní složku /t.j. sférický tenzor K_σ a deviator napětí D_σ / a účinky pokládat za nesdružené, tedy

$$\sigma_{ij} = K_{\sigma} + D_{\sigma} \quad /5.75/$$

potom :

a/ Hydrostatická napjatost $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = p_L$ působí pouze změnu objemu;

b/ Deviátor napětí D_{σ} je představován jednoosou tlakovou napjatostí definovanou napětím

$$\sigma'_1 = \sigma_1^T - p_L = (1 - \kappa) \cdot [(D/d)^2 - 1] \cdot p_L, \quad /5.76/$$

$$\sigma'_2 = 0, \quad \sigma'_3 = 0. \quad /5.76a/$$

Pro tuto napjatost vyvolávající změnu tvaru je nutno řešit stabilitní úlohu vzpěrnosti přímé válcové tyče /trnu/.

Pro řešení vzpěru lisovacího trnu je nutné splnit při aplikaci prosté Eulerovy metody tyto předpoklady :

- 1/ Dokonalá homogenita materiálu tyče,
- 2/ dokonalá geometrická přesnost tyče a
- 3/ dokonalá symetričnost zatížení.

Ani prvé dva předpoklady, ale zejména třetí předpoklad, nejsou v případě izostatického lisování trubic splnitelné. Realističtější je předpoklad excentrického zatížení s excentricitou e , a tím kombinovaného zatížení tlak + ohyb.

Za předpokladu, že průhyb trnu $w(x)$ není zanedbatelný ve srovnání s hodnotou excentricity zatížení e , je momentové zatížení tyče dáno vztahem

$$M(x) = F \cdot [e + w(x)], \quad /5.77/$$

kde

$$F = \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot \sigma'_1, \quad /5.77a/$$

potom diferenciální rovnice ohybové čáry bude nehomogenní a bude mít tvar

$$w''(x) - p^2 \cdot w(x) = p^2 \cdot e, \quad /5.78/$$

$$\text{kde } p^2 = \frac{F}{E \cdot J_y}.$$

Elementárním řešením rovnice /5.78/, např. podle /5/, bude pro maximální průhyb platit

$$w_{\max} = \left(\frac{1}{\cos\left(\frac{pl}{2}\right)} - 1 \right) \cdot e \quad /5.79/$$

kdy pro $pl = \pi$ se síla blíží ke kritické hodnotě a dochází ke ztrátě stability.

5.4.2 Rozbor důsledků deformací trnů pro výmět trubic

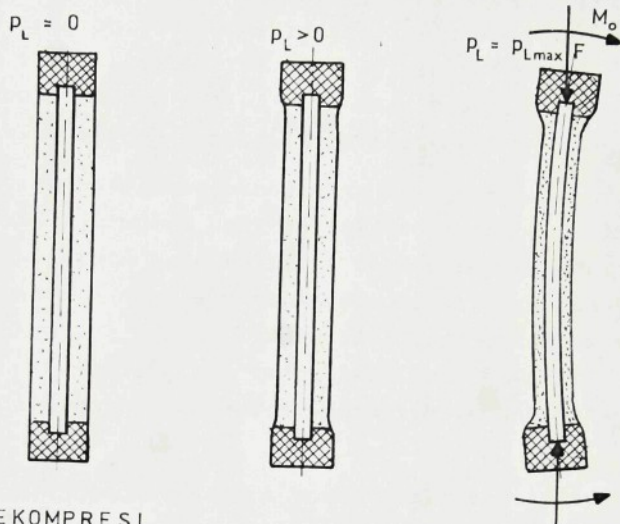
Prakticky mohou nastat dva případy napjatosti trnů :

- a/ Pružné ohybové deformace;
- b/ Destrukce trnu i výlisku.

Pro lisování trubic je nutné samozřejmě destrukci trnu zabránit a navíc je nutné, aby pružné deformace neovlivňovaly výlisek. Proto byl proveden kvalitativní rozbor technologického procesu zhutňování také z tohoto hlediska.

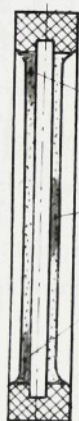
Forma vložená do autoklávu izostatického lisu je podrobená všesměrnému tlaku /obr. 5.7/, protože lze podle vztahu /5.70/ předpokládat konstantní míru anizotropie napjatosti v průběhu zvyšování tlaku /neboť $\kappa = \sigma_z / \sigma_r = \text{konst}$ / lze také podle vztahu /5.76/ a /5.77a/ předpokládat postupný s rostoucím tlakem p_l přibližně lineární růst osové síly F působící na trn /ve skutečnosti bude růst poněkud pomalejší, neboť hodnota poměru D/d se v průběhu zhutňování, při zvyšujícím se lisovacím tlaku, snižuje/. Příčná deformace trnu přitom roste a při maximálním tlaku dosáhne největší průhyb hodnoty $w_{\max}$ odpovídající vztahu /5.79/ ,

a) KOMPRESNÍ FÁZE



b) PO DEKOMPRESI

$p_L = 0$



části výlisku exponované
pnutím po zpětné defor-
maci trnu

Obr. 5.7 Důsledky vzpěrných deformací trnu při lisování
na namáhání trubic /schematicky/

tomu odpovídá konečné zhutnění prášku dané hodnotou čísla pórovitosti $e(Q_r) = e(p_{L_{max}})$ podle vztahu /5.68/, ovšem výlisek má osu nikoliv přímkovou, ale odpovídající průhybové čáře trnu. Nedojde-li ke ztrátě stability, jsou deformace trnu pouze pružné, a potom následná vratná deformace trnu během dekomprese může vést k ohybovému namáhání "šavlovitého" výlisku.

Napjatost se bude koncentrovat na okraje trubic a jejich středovou partii /je nutné počítat také se zpětnou pružnou deformací výlisku, která bude velikost těchto napětí zcela nebo částečně eliminovat/ a může přitom způsobit trhliny na výlisku, především na okrajích trubic, v převládajícím podélném směru nebo latentní porušení, která vedou k snížení pevnosti a projeví se až v dalších mechanických operacích technologie výroby trubic.

Přes všechna zjednodušení a pouze kvalitativní úvahy je předložená teorie přijatelným vysvětlením pro vznik záprasků na okrajích výlisků trubic. Zabránit uvedeným jevům znamená minimalizovat průhyb trnu, t.j. :

- a/ minimalizovat excentricitu zatížení e ,
- b/ minimalizovat velikost axiální síly F podle vztahu /5.77a/ a
- c/ minimalizovat štíhlost trnu.

Způsoby eliminace příčin příčných deformací trnu jsou formulovány jako doporučení pro výrobce trubic v závěru práce.

ZÁVĚR

A. Výsledky disertace s uvedením nových poznatků

V práci byl proveden podrobný rozbor problematiky zhutňování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ při izostatickém lisování.

Proces zhutňování byl nejprve analyzován teoreticky na základě literárních pramenů a dosavadních prací autora se zaměřením na prověření možností jeho kvantitativního popisu a specifikaci vlivů působících materiálových a mechanických proměnných na vlastnosti výsledného syrového střepu /objemovou hmotnost a ohybovou pevnost výlisku/.

Vlastní vědecká práce byla prováděna ve dvou fázích, zaměřených nejprve na kvalitativní prověření, posléze kvantifikování působících vlivů.

Hlavní závěry prováděného kvalitativního rozboru lze stručně shrnout do následujících bodů :

- 1/ Růst objemové hmotnosti a ohybové pevnosti s lisovacím tlakem je dominantní charakteristikou.
- 2/ Rozdíly ve vlastnostech hodnocených prášků $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ neměly podstatný vliv na velikost dosaženého zhutnění při daném lisovacím tlaku, avšak ovlivňují podstatnou měrou dosaženou ohybovou pevnost.
- 3/ Efekt interakce faktorů lisovací tlak - vlastnosti prášku na ohybovou pevnost je významný, pro dosaženou objemovou hmotnost nevýznamný, což bylo spolehlivě statisticky prokázáno /na hladině významnosti $\alpha = 0,05$ / pro sledovaný interval reálných lisovacích tlaků 50 - 300 MPa /mimo rámec uvedeného intervalu tlaků se mohou projevit další vlivy, např. drcení základních zrn/.
- 4/ Okrajové deformační podmínky /modifikace způsobu izostatického lisování/ mají podstatný vliv na dosaženou objemovou hmotnost.

Nejdůležitější výsledky dále prováděného kvantitativního rozboru lze shrnout takto :

- 1/ Byl formulován empirický matematický model popisující závislost ohybové pevnosti trubic izostaticky lisovaných z prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ na měrném povrchu prášku a lisovacím tlaku vztahem

$$\sigma_{p_0} = (-\bar{a} + b \cdot \log S) \cdot p_L - \bar{c} p_L^2$$

kde $\bar{a}$, b , $\bar{c}$ jsou kladné experimentálně zjištěné konstanty /podle tab. 4.XV/.

- 2/ Byla nalezena kompresní charakteristika izotropního stlačování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ bez úprav a mletého /podle tab. 4.V/ modifikací Cooper - Eatonovy závislosti ve tvaru

$$e = e_0 \cdot [1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / \sigma_{i,20})] ,$$

kde e_0 , a_1 , a_2 , k_1 a k_2 jsou kladné konstanty zjištěné experimentálně /tab. 4.XVIII/.

- 3/ Aplikací koncepce plastického potenciálu sdruženého s plochou plasticity při předpokladu izotropního deformačního zpevnění byl pro prášek formulován a ověřen čtyřparametrový model, matematicky formou přírůstkového vztahu popisující vztah plastických deformací a aplikované napjatosti, ve tvaru

$$d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \cdot \frac{1}{3} \cdot \left\{ \left[\cos \theta - \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \sin \theta \right] \cdot \delta_{ij} + \right. \\ \left. + \frac{\bar{\sigma}'_{ij}}{\sqrt{Y}} \cdot \left[\sin \theta + \frac{\pi n}{2\varphi} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\pi}{2} \frac{\theta}{\varphi}\right) \cdot \cos \theta \right] \right\} .$$

- 4/ Zpracovaná metodika tříosých zkoušek dovolila nalézt pro daný prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ hodnoty parametrů modelu, statický úhel vnitřního tření $\varphi = 40^\circ 56'$ a smykový index $n = 0,722$

a specifikovat jimi plastický potenciál daný vztahem

$$[(\sigma_{oct} - k(e))^2 + \tau_{oct}^2]^{1/2} - \beta(e) \cdot \cos^n \left(\frac{\pi \cdot \theta}{2\varphi} \right) = 0,$$

přičemž charakteristiky zpevnění jsou dány, s přihlédnutím k bodu 2/, inverzním vztahem

$$\beta(e) = \sigma_{izo}(e) = F^{-1} \left(e_0 \left[1 - \sum_{i=1}^2 a_i \cdot \exp(-k_i / \sigma_{izo}) \right] \right),$$

neboť v celém rozsahu příslušného zhutnění daného číslem pórovitosti e bylo uvažováno $k(e) \approx 0$. Pro úhel θ platí

$$\theta = \arctg \frac{\tau_{oct}}{\sigma_{oct}}.$$

5/ Vlastnosti souboru experimentálních dat ukazují na oprávněnost předpokladu regulárnosti prášku, t.j. platnost podmínek $\frac{\partial \varphi}{\partial e} = 0$ a $\frac{\partial n}{\partial e} = 0$, tedy $\varphi = \text{konst}$ a $n = \text{konst}$. Dále byla potvrzena shoda /i kvantitativní/ parametrů n , φ prášku neupravovaného a mletého, která vede k těmto oprávněným závěrům :

- zvolený deformační typ zpevnění hodnocený číslem pórovitosti e je pro proces zhutňování $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ reprezentativní;
- strukturní změny v průběhu zhutňování se týkají výhradně sekundárních porézních agregátů a v nepodstatné míře postihují skelet základních zrn /s omezením lisovacích tlaků na hodnoty $p_L < 350 \text{ MPa}$ /;
- fyzikálně posouvá mletí prášku hranici ekvivalentního přetvoření oproti prášku bez úprav k nižším tlakům při kvalitativně obdobném průběhu zhutňování.

6/ Na základě daných parametrů n a φ byl pro prášek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ stanoven kinematický /reziduální/ úhel vnitřního tření hodnotou $\phi_r = 24^\circ 34'$ a z něho odvozena hodnota úhlu interpartikulárního tření $\phi_p = 15^\circ - 16^\circ 30'$.

7/ Byla stanovena mezní plocha stavu prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ /obr. 5.5/ ve vztahné soustavě / σ_{oct} , τ_{oct} , e /, která umožňuje přehledně posoudit rozdíly v chování mletého prášku a prášku bez úprav.

8/ Model dovoluje poměrně spolehlivě stanovit napjatost, která provází proces zhutňování při daných speciálních případech kinematických okrajových podmínek. Dráhy napětí při jednoosém lisování bez plášťového tření a při rovinném přetvoření jsou modelem popisovány jako dráhy anizotropní konsolidace / konst/, kdy během procesu zhutňování jsou zpevňování a zeslabování struktury ve vzájemné rovnováze. Pro napjatost byly nalezeny vztahy :

- pro jednoosé lisování

$$\sigma_r = \xi \cdot \sigma_a = 0,426 \cdot \sigma_a ,$$

kde ξ je součinitel bočního tlaku a

- pro rovinné přetvoření

$$\sigma_a = \kappa \cdot \sigma_r = 0,725 \cdot \sigma_r ,$$

který umožňuje specifikovat silové zatížení mechanismů při izostatickém lisování v suché formě, resp. vysvětlit některé jevy související s výmětem trubic izostaticky lisovaných na keramický trn.

B. Konkrétní závěry pro realizaci ve společenské praxi a pro další rozvoj vědy

Přestože výzkumné práce byly prováděny s cílem popsat proces zhutňování konkrétně při izostatickém lisování prášku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, mají některé výsledky i prováděné závěry poněkud obecnější platnost.

Ve vztahu k teoretickým východiskům je práce příspěvkem k aplikaci teorií jiných příbuzných oborů, zejména teorií plasticity, mechaniky zemin a práškové metalurgie, pro řešení problémů zhutňování prášků v keramice. Především byla v práci prokázána použitelnost koncepce plastického potenciálu pro řešení

problémů zhutňování prášků a možnost interpretace průběhu tohoto procesu mezní plochou stavu.

Vzhledem k obecnosti odvození vztahů navrhovaného modelu zhutňování je tento adaptabilní pro aplikaci na popis zhutňování i jiných kvalitativně odlišných prášků, jak keramických, tak kovových.

V práci je problematika zhutňování při izostatickém lisování řešena jako zvláštní případ obecného tříosého zhutňování při speciálních okrajových podmínkách a kromě toho předkládaný model zhutňování i metodika experimentálního ověřování a stanovování parametrů modelu dovoluje kvalitativně nový pohled na problematiku triaxiálního zhutňování, jako lisovacího způsobu, zejména při posuzování rozdílů ve výsledném zhutňovacím efektu aplikované tříosé napjatosti pro kvalitativně odlišné prášky.

Přes uvedené širší možnosti uplatnění byly závěry pro realizaci ve společenské praxi konkretizovány především na podmínky výroby transparentních korundových trubic určených pro hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek. Jsou tak rozvíjeny a prohlubovány závěry řešení dílčího státního úkolu P 01-124-010/01, zaměřeného na specifikaci izostatického lisování trubic, který byl prováděn ve spolupráci mezi katedrou sklářských a keramických strojů a k.p. Tesla Holešovice.

Vycházíme-li z definice napjatosti provedené na základě modelu zhutňování a jestliže bereme zároveň v úvahu uvedenou jednoduchou teorii posuzování napjatosti a deformací lisovacích trnů při lisování trubic /kap. 5.4/, lze ve snaze po eliminaci potenciálního výmětu trubic z mechanických operací technologie jejich výroby izostatickým lisováním učinit některá doporučení pro výrobce. Technologické podmínky při lisování trubic je nutné volit tak, aby byly :

- minimalizovány deformace trnů,
- dosaženy zároveň maximální pevnosti syrových výlisků.

Z hlediska minimalizace příčných deformací lisovacích trnů je nutné minimalizovat vztahy /5.77a/ a /5.79/ a to :

- 1/ Rozměry trubic volit v rámci dalších technických a užitných vlastností výsledné trubice s minimální štíhlostí dutiny /minimalizace poměru $\frac{l}{J_y}$ /;
- 2/ Tloušťky stěny výlisků volit s minimálně nutným přesahem na obrábění /minimalizace poměru $\frac{D}{d}$ /;
- 3/ Optimálním hmotovým naplněním forem zabránit předběžným deformacím prášku naplněného do forem před vlastním izostatickým lisováním /minimalizace excentricity e a axiálního zatížení F /;
- 4/ Lisovací tlak snížit na technologicky přípustnou mez z hlediska požadovaného zhutnění a požadované pevnosti výlisku;
- 5/ Materiál trnů volit s maximální hodnotou modulu pružnosti a Poissonovy konstanty, s přísnými požadavky na dokonalou homogenitu, dostatečnou tvrdost a odolnost materiálu proti otěru a kromě toho s vysokými nároky na geometrickou přesnost trnů.

Z hlediska pevností výlisků, a také se zřetelem k technologickým podmínkám slinování a optickým vlastnostem výrobku, je nutno volit vhodnou kompromisní úroveň lisovacího tlaku a měrného povrchu použitého prášku. Na základě vztahu /4.22/ může být příslušné zvýšení pevnosti výlisků trubic dosaženo zvýšením lisovacího tlaku, zvýšením měrného povrchu prášku nebo nejlépe zvýšením obou hodnot podle gradientu /obr. 5.9/. Uvedený vztah samozřejmě dovoluje provádět prognózu pevností výlisků pro dané hodnoty měrného povrchu a lisovacího tlaku, resp. volit tyto hodnoty pro požadovanou ohybovou pevnost výlisků.

Výše prováděné závěry nabývají na významu především v souvislosti se zaváděním velkoseriové produkce vysokotlakých sodíkových výbojek menších výkonů a jsou tak příspěvkem k naplňování státního cílového programu "Racionalizace spotřeby a využití paliv a energií", schváleného předsednictvem vlády ČSSR ze dne 27. 9. 1979 pod č.j. 240/79, zejména jeho 7. bodu, který se týká výzkumu a vývoje nových progresivních světelných zdrojů.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- /1/ ANICETTI, R.J. - NEWKIRK, N.W.: Isostatic Pressing of Ceramics Powders, Bull. Am. Ceram. Soc., 37, 1958, s. 471-474
- /2/ BALŠIN, M.Ju.: Naučnyje osnovy poroškovej metalurgii i metalirgii volokna. 1. vydání. Moskva. Metalurgija 1972. 336 s.
- /3/ BISHOP, A.W. - HENKEL, D.J.: The Measurement of Soil Properties in the Triaxial Test, 2. vyd. Londýn, Eds Arnold, 1962, 228 s.
- /4/ BLOOR, I.K. - BRETT, R.D. - POPPER, P.: Isostatic Pressing of Articles from Powders, with Particular Reference to Tooling Design and Behavior. In: Proceedings of the First International Conference on the Compaction and Consolidation of Particulate Matters. Brighton, 1975, s. 251-254
- /5/ BŘEZINA, V.: Vzpěrná pevnost prutů kovových konstrukcí, 1. vydání, Praha, SNTL 1963, 155 s.
- /6/ van BUREN, CH.E. - HIRSCH, H.H.: Hydrostatic Pressing of Powders. In.: Perspectives in Powder Metallurgy. Vol. 3. Compaction and Consolidation of Powders, 1. ed. Eds. Hausner, Roll and Johnson. New York, Plenum Press 1967, s. 27-64
- /7/ BUCHAR, J.: Technologie vytváření kysličníkových hmot. /Výzkumná zpráva/. Hradec Králové. VÚEK 1974. 135 s.
- /8/ COBLE, R.L.: Sintering Alumina: Effect of Atmospheres. Journ. Amer. Cer. Soc. 45, č. 3, 1962, s. 123-127
- /9/ COOPER, A.R. - EATON, L.E.: Compaction Behavior of Several Ceramic of Powders, Journ. Amer. Cer. Soc., 45, 1962, č. 3 s. 97-101
- /10/ ČAPUCHA, J.: Přístroj na měření tahové pevnosti prášku. /Diplomová práce/., Liberec 1980, 54 s.
- /11/ DRUCKER, D.C. - GIBSON, R.E. - HENKEL, D.J.: Soil mechanics and work Hardening Theories of Plasticity, Trans. Amer. Soc. Sivil Engrs., 122, 1957, s. 338-346

- /12/ FEDA, J.: Smyková pevnost písku. Rozpravy ČSAV, 73, 1963, sešit 4, Náklad. ČSAV, Praha, 110 s.
- /13/ FEDA, J.: Teorie tlaku v klidu sypkých zemin, Stavebnický časopis, 24, 1976, č. 9-10, s. 729-747
- /14/ FEDA, J.: Základy mechaniky partikulárních látek. 1. vyd., Praha, Academia 1977, 347 s.
- /15/ FISCHER, O.: Analýza rozptylu. 1. vyd., Praha, SPN 1956, 194 s.
- /16/ GREEN, R.J.: A Plasticity Theory for porous Solids, International Journal of Mechanical Sciences, 14, 1972, 4, s. 215-224
- /17/ HAŠKOVÁ, E. - NOVOTNÝ, F.: Izostatické lisování keramických prášků. /Výzkumná zpráva/. Liberec, VŠST 1977, 34 s.
- /18/ HAŠKOVÁ, E. - NOVOTNÝ, F.: Lisování keramických prášků. /Výzkumná zpráva/. Liberec, VŠST 1979, 52 s.
- /19/ HAŠKOVÁ, E. - NOVOTNÝ, F.: K problematice výroby trubic z transparentního korundu. In: Sborník věd. prací VŠST, sv. 12, Liberec 1979, s. 283-289
- /20/ HOCH, M. - NAIR, K.M.: Densification Characteristics of Ultrafine Powders, Ceramurgia Int., 2, 1976, č. 2, s.88-97
- /21/ HORNE, M.R.: The Behaviour of an Assembly of Rotund, Rigid, Cohesionless Particless III. In.: Proceedings of Royal Society A, 310, s. 21-34
- /22/ CHÝLEK, S.: Průsvitný korund I., II. /Výzkumná zpráva/. Hradec Králové. VÚEK, 1967.
- /23/ CHÝLEK, S.: Průsvitný korund III. /Výzkumná zpráva/. Hradec Králové. VÚEK 1968.
- /24/ CHÝLEK, S.: Průsvitný korund IV. /Výzkumná zpráva/. Hradec Králové, VÚEK 1969.
- /25/ CHÝLEK, S.: Vývoj průsvitného korundu. /Výzkumná zpráva/, Hradec Králové. VÚEK 1970.
- /26/ CHÝLEK, S. - VRBATEŠKÝ, I.: Řízení mikrostruktury a vlastností korundových materiálů, Skl. a ker., 24, 1974, č. 3, s. 79

- /27/ CHÝLEK, S. - VRBATSKÝ, I.: Korundové materiály s řízenou mikrostrukturou, Skl. a ker., 25, 1975, č. 12, s. 369
- /28/ JACKSON, H.C.: Isostatic Pressing of Powdered Materials. In.: Perspectives in Powder Metallurgy. Vol.3. Compaction and Consolidation of Powders. 1. ed. Eds. Hausner, Roll and Johnson, New York. Plenum Press 1967, s. 13-26
- /29/ JOHNSTON, W. - MELLOR, P.B.: Engineering Plasticity, 1. vyd. London, Ed. van Nostrand Reinhold Co., 1973, 646 s.
- /30/ KAWAKITA, K. - LUEDE, K.H.: Some Considerations in Powder Compression Equations, Powder Technology, 4, 1970/71, s. 61-68
- /31/ KÉZDI, A.: Grundlagen einer allgemeiner Bodenphysik, VDI - Zeitschrift 108, 1966, č. 5, s. 161-166
- /32/ KMENT, V.: Vývoj technologie hromadné výroby trubic z transparentního korundu. /Výzkumná zpráva č. 1325/. Ústí nad Labem, SCHHV, 1975, 116 s.
- /33/ KNETS, I.V.: Osnovnyje soveremennyje napravlenija v matě-matičeskoj těorii plastičnosti, 1. vyd., Riga Izd. Zinatne, 1971, 143 s.
- /34/ KOERNER, R.M.: A New Pressing Method: Triaxial Compaction, Amer. Ceram. Soc. Bulletin, 52, 1973, 7, s. 566-569
- /35/ KOERNER, R.M.: Compactions of Powders using the Triaxial Method, In.: Proceedings of the Second International Conference on the Compaction and Consolidation of Particulate Matters. Brighton 1977, s. 223-229
- /36/ KOERNER, R.M. - Mc CABE, W.H.: Combined Stress-State Compaction for Improved Green Properties. In.: Proc. 1971 Fall Powder Metallurgy Conference, Eds. S. Macarski, M.P.I.F., 1972, s. 267-279
- /37/ LACH, V.: Význam struktury při studiu problémů keramiky. Sklář a keramik, 21, 1971, č. 12, s. 314

- /38/ LEGRAS, J.: Metody a použitie numerickej matematiky. Slov. preklad, Bratislava, ALFA 1978, 383 s.
- /39/ MAÑAS, M.: Optimalizační metody, Praha, SNTL 1979, 257 s.
- /40/ NEWMAN, J. - SEARLE, M.: The General Properties of Matters. 5. vyd. Londýn. Ed. Edward Arnold Ltd., 1962, s. 133-137
- /41/ NOVOSAD, J. - MAJZLÍK, R. - PAVLIŠTÍK, J.: Měření tahové pevnosti sypkých materiálů. Chemický průmysl, 27/52, 1977, č. 4, s. 171 - 174
- /42/ NOVOTNÝ, F.: Vibrační plnění forem a přístroj pro měření objemové hmotnosti. /Výzkumná zpráva/. Liberec 1977, 36 s.
- /43/ NOVOTNÝ, F.: Příspěvek k problematice zhutňování keramických prášků. /Kandidátské minimum/. Liberec, VŠST 1978, 87 s.
- /44/ NOVOTNÝ, F. - SUCHÝ, J.: Hodnocení vlivu některých faktorů na proces vibračního plnění forem pro izostatické lisování, Skl. a ker., 29, 1979, č. 7, s. 205-208
- /45/ NOVOTNÝ, F. - HAŠKOVÁ, E.: Hodnocení vlivu vybraných parametrů na technologii výroby transparentních korundových trubic. In.: Sborník z 3. semináře Technická keramika, Hradec Králové 1979, s. 9/1-6
- /46/ NOVOTNÝ, F.: Studie racionalizace procesu zhutňování prášku Al_2O_3 při výrobě korundových trubic. /Výzkumná zpráva/. Ústí nad Labem., Dům techniky ČVTS, 1979, 84 s.
- /47/ NOVOTNÝ, F.: Model zhutňování prášku $\alpha-Al_2O_3$, In.: Sborník věd. prací VŠST, sv. 13, Liberec 1980, s. 227-234
- /48/ POPIŤSKIJ, P.J. - KONDRÁŠEV, F.V.: Presovanie keramičeskich poroškov. 1. vyd. Moskva. Izd. Metallurgija, 1968, 272 s.
- /49/ PETRDLÍK, M. - KOUCKÝ, L.: Porovnání platnosti lisovacích zákonů. In.: Sborník II. Mezinárodní konference o práškové metalurgii. Starý Smokovec 1966, s. 37-42
- /50/ RALSTON, A.: Základy numerické matematiky, překlad z angl. origin. Praha, Academia 1978, 635 s.

- /51/ REKTORYS, K. et. al.: Přehled užité matematiky, 2. vyd. Praha, SNTL 1968, 1134 s.
- /52/ ROSCOE, K.H. - BURLAND, J.B.: On the generalized stress - strain Behaviour of "wet" clay, in Engineering Plasticity. 1. vyd. Cambridge, Cambridge univ. Press, 1968, s. 535-609
- /53/ ROWE, P.W.: The stress - dilatancy relation for static equilibrium of an Assembly of Particles in Contact. In.: Proc. Roy. Soc. A. Londýn, 269, 1962, s. 500-527
- /54/ SCHOFIELD, A. - WROTH, P.: Critical State Soil Mechanics. Eds. Mc Graw - Hill. Londýn 1968, 310 s.
- /55/ SCHWEDES, J.: Shearing Behaviour of Slightly Comapressed Cohesive Granular Materials. Powder Technology, 11, 1975, č. 1, s. 59-67
- /56/ SOFKA, J. - CHÝLEK, S.: Vysokotlaká sodíková výbojka - nová aplikace korundové keramiky. Skl. a ker., 22, 1972, č. 12, s. 341
- /57/ SUH, J.P.: A Yield Criterion for Plastic, Frictional, Work-Hardening Granular Materials, Int. Journal of Powder Met., 5, 1969, č. 1, s. 69-78
- /58/ ŠPIČÁK, K.: Výrobní procesy a zařízení v technologii silikátů /keramika a maltoviny. II. část. 1. vyd. Praha SNTL, 1969, 306 s.
- /59/ ŠPIČÁK, K. - KUTZENDOERFER, J.: Porovnání základních lisovacích rovnic, Silikáty, 20, 1976, č. 4, s. 355-361
- /60/ ZIMON, A.D. - ANDRIANOV, E.O.: Autogeziya sypučich materialov. 1. vyd. Izd. Metallurgija, Moskva, 1978, 288 s.