Оценка качества контактов пористых неспеченных материалов на основе порошка титана

Ю. Ф. Луговской, В. А. Назаренко

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, Киев, e-mail: lugovskoi_u@ukr.net

На основе экспериментальных данных о модуле Юнга прессованных и прокатанных неспеченных титановых порошковых материалов с различным размером частиц проведена оценка качества контактов между ними. Для этого введена и физически обоснована величина п или n_p — показатель степени соответствующей зависимости модуля Юнга от пористости. Показано, что с уменьшением пористости (увеличением давления прессования) модуль Юнга материалов увеличивается, но качество контактов между частицами титана при прессовании и прокатке ухудшается, очевидно, из-за роста концентрации напряжений при сжатии пор, то есть из-за формы микродефектов на границах структурных элементов.

Ключевые слова: порошковые материалы, концентрация напряжений на границе пора—матрица, границы структурных элементов.

В работе [1] предпринята попытка ввести показатель качества n пористого материала (ПМ), который бы в значительной мере учитывал влияние на относительный модуль упругости E/E_0 качества контактов (связи) между частицами. Его можно определить по формуле

$$e = \ln (E/E_0) / \ln (1 - \theta).$$
 (1)

где θ — пористость. По данным работ [2, 3], для пористых порошковых и волокновых материалов с совершенными контактами положено, что n = 2для волокнового и n = 3 для порошкового тел. Выражение (1) следует из известной зависимости М. Ю. Бальшина $E = E_0 (1 - \theta)^n$ [2, 3] на основе модели контактного сечения, которое не подтверждается экспериментальными результатами для порошковых пористых материалов при $\theta > 0,7$. Согласно теории перколяции [4], зависимость относительного модуля Юнга от пористости материала с совершенными контактами между частицами имеет вид $E = E_0 (1 - \theta/0,7)^{1.65}$. В этой модели порошковые материалы с пористостью более 0,7 не существуют. Если контакты в пористом теле не совершенны, то показатель степени в соответствующей зависимости будет больше минимального теоретического (перколяционного) значения $n_p = 1,65$. Тогда величину n_p следует определять из экспериментальных результатов по зависимости

$$n_p = \ln(E/E_0)/\ln(1-\theta/0,7).$$
 (2)

Аналогичная зависимость существует и для модели порошково-волокнового тела в модели бесконечных хаотически распределенных в пространстве взаимопроникающих цилиндров В. В. Скорохода [5]. В соответствии с этой универсальной моделью можно получить материалы из волокон с пористостью более 0,7, а экспериментальные результаты *E* порошковых и

© Ю. Ф. Луговской, В. А. Назаренко, 2015 **120** волокновых материалов могут сопоставляться с теоретическими данными во всем диапазоне изменения пористости. Очевидно, что теоретическую зависимость по модели [5] также можно формально апроксимировать выражением $E = E_0 (1 - \theta^n)$ без привязки к модели контактного сечения [2, 3], а величину *n* определять из формулы (1).

При этом ни *n*, ни n_p не имеют четкого физического смысла, а являются удобными экспериментальными показателями качества пористого порошкового материала относительно теоретических значений n = 3 [2, 3] и $n_p = 1,65$ [4].

Из работы [5] следует, что *n* не просто формально полученный параметр, который характеризует степень кривизны зависимости $E = E_0$ $(1 - \theta)^n$. Как отмечено [5],

$$n \equiv \varepsilon_{i} / \varepsilon_{cp}, \tag{3}$$

где ε_i — однородное поле внутри квазисферической поры, а ε_{cp} — среднее макроскопически однородное поле в пористом теле. Если не углубляться в более точное распределение поля деформаций в указанных объектах, то, очевидно, что *n* в первом приближении характеризует степень неодно-родности поля деформаций в пористом теле под нагрузкой. Очевидно, что такая общая трактовка *n* в работе [5] справедлива для указанных моделей пористого тела с *n* по (1) и *n_p* по (2).

Если более конкретно рассматривать физический смысл величины *n*, то в механике тела с порой или трещиной степень неоднородности поля напряжений или деформаций выражается коэффициентом концентрации напряжений (деформаций) вокруг дефекта (отверстия, поры, трещины) или коэффициентом интенсивности напряжений для отдельных трещин соответствующей формы и условий нагружения.

Очевидно, что в ПМ n зависит не только от формы пор и направления их осей относительно приложенной нагрузки, что обычно исследуют в литературе. Очевидно, что n сильно зависит от микродефектов между частицами (волокнами) на границах, то есть от качества контактов между ними, а также от свойств матричного материала — величины E_0 , которые также могут изменяться под действием деформации при компактировании.

Цель данной работы — уточнить физический смысл величин n и (или) n_p и оценить качество неспеченных материалов различной пористости на основе порошков титана, полученных по различным технологиям.

Материалы и методики испытаний

В работе исследовали неспеченные ПМ на основе титана, полученные следующими методами.

1. Прокаткой порошка титана со средним диаметром частиц 0— 500 мкм. Пористость материалов изменялась в пределах 9—26%. В результате получали пластинки размерами 43 x 14 x (1,4—1,8) мм.

2. Прессованием порошка титана с размером частиц 0—315 мкм. Пористость материалов изменялась в пределах 10—40%. При этом получали образцы в виде стержней постоянного поперечного сечения размерами 45 x 5 x 4 мм.

Плотность р материалов неспеченных образцов определяли, измеряя их геометрические размеры (объём) и взвешивая на аналитических весах. Минимальная систематическая относительная погрешность определения плотности, а значит, и пористости θ составила $\Delta \rho / \rho \approx 0.013$. С учетом неравномерности толщины образца по его длине и случайных погрешностей Др/р принималась равной 2%. Это значение служило основанием для разделения образцов на группы с одной пористостью, например образцы с $\theta = 0,1$ и 0,12 объединялись в одну группу.

Экспериментальные значения модуля нормальной упругости материалов определяли по методике [6] (методом измерения резонансных частот продольных и поперечных колебаний минимальной амплитуды стержневых образцов). При этом использовали установку ВЭДС-200 для грубого определения искомой величины при изгибных колебаниях и специализированную установку УП-1 для точного определения модуля упругости при продольных колебаниях стержневых образцов. Относительная погрешность определения Е в последним случае составила 2,5%.

Экспериментальные результаты и их анализ

Результаты определения модулей упругости исследованных материалов приведены на рис. 1 и 2, а также в табл. 1—3. В таблицах, кроме значений пористости, указаны индивидуальные значения модуля упругости отдельных образцов и показателя степени *n*, а также средние значения дисперсии $S^{0,5}$ и коэффициенты вариации $v = S^{0,5}/E_{cp}$ или $v = S^{0,5}/n_{cp}$ как отдельных групп, так и всех исследованных материалов.



Рис. 2. Зависимость показателя качества контактов *n* от пористости θ неспеченных материалов на основе порошка титана (фракция 0-500 мкм), полученных прокаткой при комнатной температуре (а): 1 — данные на основе определения Е при продольных колебаниях; 2 — при изгибных; полученных прессованием при комнатной температуре (δ): 1 — фракция 0— 200 мкм (большая площадь поверхности межчастичных контактов); 2 фракция -315 + 025 мкм.

б

50

Очевидно, что экспериментальные значения E на рис. 1 зависят от двух факторов: θ и n. Если описать экспериментальные зависимости выражением (1) с учетом (2), то появляется возможность исследовать эти факторы отдельно. В частности, на рис. 2, a показано, что для прокатанных и неспеченных образцов порошковых материалов на основе титана (фракция 0—500 мкм) показатель n низкий, что указывает на относительно высокие упругие свойства данных материалов. Кроме того, повышенные значения разброса модуля упругости при изгибе и $n_{\rm cp}$ (табл. 1—3) для данного ПМ свидетельствуют о возможном наличии дополнительных факторов (дефектов), имеющих место в поверхностных слоях прокатанных образцов и влияющих на $E_{\rm изг}$.

Таблица 1. Модули упругости прокатанных ПМ на основе порошка титана (фракция 0—500 мкм)

| θ, % | $E_{\text{прод}},$ ГПа | п | <i>n</i> _{cp} | $n_{p \text{ cp}}$ | S ^{0,5} | v | Е _{изг} , ГПа | п | n _{cp} | n_p | $S^{0,5}$ | v |
|---|---------------------------|-------|------------------------|--------------------|------------------|------|---------------------------|-------|-----------------|-------|-----------|------|
| 9,1 | 19,0 | 18,86 | 18,86 | 12,89 | | | 13,0 | 22,61 | 22,61 | 15,62 | | |
| 15,1 | 17,1 | 12,45 | 11,64 | 7,807 | | | 13,2 | 13,31 | 13,31 | 8,87 | | |
| 17,4 | 15,0 | 10,42 | | 7,5 | 0,8 | 0,07 | 15,0 | 10,42 | 11,42 | | 0.07 | 0,26 |
| 17,6 | 11,6 | 11,77 | 11,09 | | 1 | | 10,1 | 12,47 | | 7,74 | 0,37 | |
| 20,7 | 9,0 | 10,87 | 10,87 | 7,23 | | | 8,0 | 11,50 | 11,50 | 7,57 | | |
| 25,8 | 3,1 | 11,95 | | 7,8 | | | 2,4 | 12,95 | 13,35 | 8,56 | | |
| 26,0 | 3,1 | 11,94 | 11,94 | | | | 1,8 | 13,75 | | | | |
| Применение: для дорой насти тобя 1 поличено $n = 12.995$; $n = 9.64$; $S^{0,5} =$ | | | | | | | | | | | | |

Примечание: для левой части табл. 1 получено $n_{\rm cp} = 12,885; n_{p \ \rm cp} = 8,64; S^{0.5}_{\rm cp} = 0,81; v_{\rm cp} = 0,07,$ для правой — $n_{\rm cp} = 14,54; n_{p \ \rm cp} = 9,672; S^{0.5}_{\rm cp} = 0,37; v_{\rm cp} = 0,27.$

Таблица 2. Модули упругости прессовок ПМ на основе порошка титана (фракция 0—200 мкм)

| θ, % | <i>Е</i> _{изг} , ГПа | <i>Е</i> _{ср} , ГПа | S ^{0,5} | v | п | n _{cp} | $n_{p cp}$ | S ^{0,5} | V |
|------|----------------------------------|---------------------------------|------------------|-------|-------|-----------------|-------------|------------------|--------|
| 9,5 | 11,6 | | | | 21,95 | | 15,3 | 0.107 | 0.000 |
| 10,9 | 8,8 | 10,2 | 1,98 | 0,194 | 22,13 | 22,04 | | 0,127 | 0,006 |
| 20,2 | 4,1 | 4,87 | 0,66 | 0,137 | 14,82 | | | | |
| 19,8 | 5,3 | | | | 13,87 | 14,03 | 9.28 | 0.68 | 0.048 |
| 20,4 | 5,2 | | | | 13,5 | | 7,20 | 0,00 | 0,040 |
| 29,6 | 1,57 | 1,26 | 0,07 | 0,056 | 12,22 | | | | |
| 29,4 | 1,23 | | | | 12,98 | 12,68 | | | |
| 30,2 | 1,38 | | | | 12,26 | | | 0,479 | 0,0378 |
| 29,9 | 1,00 | | | | 13,34 | | | , | , |
| 30,7 | 1,12 | | | | 12,6 | | 8,04 | | |
| 40,4 | 0,245 | 0,27 | 0,09 | 0,337 | 11,85 | 11,43 | | | |
| 40,9 | 0,132 | | | | 12,92 | | | | |
| 40,7 | 0,382 | | | | 10,89 | | | 1 105 | 0 097 |
| 40,9 | 0,273 | | | | 11,53 | | | 1,105 | 0,077 |
| 40 | 0,3 | | | | 9,95 | | 6,97 | | |

Примечание: $n_{\rm cp} = 15,05; n_{p \, \rm cp} = 9,90; S_{\rm cp}^{0,5} = 0,60, v_{\rm cp} = 0,06.$

Таблица 3. Модули упругости прессовок ПМ на основе порошка титана (фракция – 315 + 025 мкм)

| θ, % | <i>Е</i> _{изг} , ГПа | Е _{изг} , ГПа | S ^{0,5} | v | п | n _{cp} | $n_{p \text{ cp}}$ | $S^{0,5}$ | v |
|--------|----------------------------------|---------------------------|------------------|-------|-------|-----------------|--------------------|-----------|-------|
| 10,39 | 12,3 | | | | 20,21 | | | | |
| | 13,5 | | | | 19,37 | | 13,06 | | |
| 10,31 | 15,2 | 1/1 | 1 472 | 0.104 | 18,44 | 10.09 | | 0.005 | 0.046 |
| 11.0.5 | 15,4 | 14,1 | 1,472 | 0,104 | 18,32 | 19,08 | 10.10 | 0,885 | 0,040 |
| 11,06 | 12,5 | | | | 18,78 | | 12,48 | | |
| | 14,7 | | | | 17,4 | | | | |
| 11,30 | 14,2 | 13,15 | 1,381 | 0,106 | 17,3 | | | | |
| 11.0.5 | 10,9 | | | | 19,51 | | | | |
| 11,06 | 12,8 | | | | 18,58 | 10.05 | | 0.960 | 0.047 |
| 10.6 | 13,8 | 6 15 | 1.061 | 0 172 | 17,94 | 18,25 | 8.0 | 0,860 | 0,047 |
| 19,0 | 5,4 | 0,15 | 1,001 | 0,172 | 15,94 | | 8,9 | | |
| | 0,9 | | | | 12,82 | 13,38 | | 0,912 | 0,034 |
| 20,15 | 6,6 | 6,44 | | | 12,62 | | | | |
| | 6,5 | | | | 12,69 | | | | |
| 20,3 | 6,4 | | | | 12,65 | | | | |
| | 7,6 | | | | 11,90 | | | | |
| 20,5 | 5,6 | | | | 13,10 | | | | |
| | 6,0 | | | | 12,80 | | | | |
| 20,25 | 6,4 | | | | 12,69 | | | | |
| | 7,9 | | 0,768 | 0,119 | 11,76 | 12,53 | 8,4 | 0,457 | 0,036 |
| 30,65 | 2,3 | 3,38 | 0,389 | 0,115 | 10,64 | | 6,15 | | |
| | 3,1 | | | | 9,83 | | | | |
| 30,44 | 2,8 | | | | 10,19 | | | | |
| | 3,6 | | | | 9,49 | | | | |
| 30,58 | 2,8 | | | | 10,13 | | | | |
| | 2,4 | | | | 10,55 | | | | |
| 30,51 | 2,8 | | | | 10,16 | | | | |
| 20.22 | 2,7 | | | | 10,26 | | | | |
| 30,33 | 2,9 | | | | 10,13 | 10.10 | | 0.046 | 0.004 |
| 10 7 5 | 3,3 | | | | 9,78 | 10,12 | | 0,346 | 0,034 |
| 40,56 | 1,2 | | | | 8,74 | | 4,5 | | |
| 41.27 | 1,5 | | | | 8,58 | | | | |
| 41,27 | 1,0 | | | | 9,00 | | | | |
| 40.65 | 11 | | | | 87 | | | | |
| +0,05 | 1,1 | 1,1 | 0,141 | 0,128 | 8,7 | 8,84 | | 0,209 | 0,015 |

Примечание: $n_{cp} = 13,7$; $n_{p\ cp} = 8,91$; $S_{cp}^{0.5} = 0,61$, $v_{cp} = 0,028$. Для повышения информативности испытаний определение модуля Юнга при изгибных колебаниях минимальной амплитуды и консольном закреплении образца проводили дважды на каждом образце путем закрепления его противоположными концами.

Данные для модуля упругости прессованных образцов из порошка титана (фракции 0—200 и –315 + 025 мкм) (рис. 2, б) указывают на то, что чем меньше пористость (выше давление прессования), тем ниже качество связи и модуль упругости материала по сравнению с теоретически возможным для идеального пористого тела.

Отметим, что результаты определения модуля упругости аналогичных материалов на основе порошков титана, полученные при статическом нагружении [9] и обработанные нами, дали качественно те же результаты для зависимости n от θ . Однако при этом значения n оказались существенно выше n, полученных по методике [5] близкой к стандартной. На основании этого и обоснования [5], целесообразно использование стандартных методов определения модуля Юнга при динамическом нагружении образцов ПМ.

Сопоставление как отдельных, так и средних значений n по(1) и n_n по (2) соответствующих теоретических моделей модулей упругости показало, что для данного диапазона пористостей и данных материалов экспериментальные значения *n_p* ближе к теоретическим. Однако разница между теоретическими и экспериментальными зависимостями на рис. 1 настолько велика, что все эти модели не соответствуют экспериментальным зависимостям Е--- в для неспеченных порошковых материалов. Очевидно, это результат того, что в указанных теоретических зависимостях исключаются из непосредственного рассмотрения все факторы, кроме θ. В отличие от такого подхода, исследование величины *n* или n_p позволит описать экспериментальные результаты с позиций различных моделей механики деформированного твердого тела с трещинами [8—10] или физики твердого тела. Очевидно, что в дальнейшем необходимо установить связь между величинами *n* или *n_p* для тел со множеством трещин и известными из механики трещин коэффициентами интенсивности напряжений для отдельных трещин.

Следует также отметить, что в литературе часто объясняют существенное различие между $E_{\text{теор}}$ и $E_{3\text{ксп}}$ ПМ упругим последействием. Под этим обычно понимают остаточные напряжения между структурными элементами, которые, очевидно, негативно влияют на *n* или n_p . Однако авторам неизвестны специально проведенные исследования в этом направлении. Возможно также снижение значений E_0 после интенсивной деформации при прокатке, что отмечается в работе [10]. Однако это снижение незначительно, до 20% от величины E_0 . Поэтому можно обоснованно полагать, что величина *n* главным образом зависит от формы и направления расположения пор, а для неспеченных пористых материалов и от плотности микродефектов на поверхности частиц.

Выводы

На основании результатов исследований В. В. Скорохода предложено рассматривать показатель степени *n* или *n_p* в выражении для зависимости модуля упругости от пористости как величину, интегрально характеризующую концентрацию упругих напряжений на границе пора—матрица в пористом теле при приложении к нему нормальных или сдвиговых деформаций.

Установлено, что для прокатанных, а также для прессованных пористых неспеченных материалов на основе порошков титана с уменьшением пористости модуль Юнга повышается, но показатель

качества материала *n* увеличивается (качество контактов снижается). Это может быть вызвано упругим последействием в указанных материалах, а также ростом концентрации напряжений и микродефектов между частицами при переходе от псевдосферической формы пор при большой пористости к плоской форме пор при меньшей пористости.

Величина *n* уменьшается с уменьшением площади поверхности частиц порошков (увеличением их диаметра), а также при переходе от сжатия в объёме (в пресс-форме) к плоской деформации (при прокатке). Для снижения этой величины необходимо выстраивать длинные оси плоских после деформации дефектов вдоль направления приложения нагрузки, выбирая соответствующие методы обработки давлением.

Методика определения модуля упругости неспеченных материалов на основе порошка титана при резонансных продольных колебаниях дает значения *E* на 5—50% выше, чем аналогичная методика при резонансных изгибных колебаниях, что, возможно, обусловлено различным влиянием дефектного слоя на поверхности материала при продольной и изгибной деформациях стержня. Однако методика при изгибе дает более надежные результаты в связи с наличием помех и трудностей возбуждения продольных колебаний в первом случае.

Авторы признательны доктору технических наук С. М. Солонину за внимание, проявленное к данной работе.

- Луговской Ю. Ф. Оценка качества связи между частицами в прессованных материалах на основе порошков меди, железа и титана / Ю. Ф. Луговской, А. Е. Кущевский, В. А. Назаренко // Тез. докл. Четвертой междунар. конф. "Материалы и покрытия в экстремальных условиях". — 2006. —76 с.
- 2. *Бальшин М. Ю*. Основы порошковой металлургии / М. Ю. Бальшин, С. С. Кипарисов. М. : Металлургия, 1978. 184 с.
- 3. *Бальшин М. Ю*. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна. М. : Металлургия, 1972. 336 с.
- 4. *Bergman D. J.* Elasticmodulnearpercolation: Universal ratio and critical exponent // Phis. Rev. B. — 1985. — **31**, No. 3. — P. 1696—1698.
- 5. *Скороход В. В.* Физико-механические свойства пористых материалов // Порошковая металлургия-77. К. : Наук. думка, 1977. С. 120—129.
- 6. *Кузъменко В. А.* Звуковые и ультразвуковые колебания при динамических испытаниях материалов. К. : Изд-во АН УССР, 1963. 152 с.
- 7. *Скороход В. В.* Некоторые физические свойства высокопористых тел // Порошковая металлургия. 1967. № 6. С. 33—38.
- Kachanov M. Effective moduli of solids with cavities of various shapes / M. Kachanov, I. Tsukrov, B. Shafiro // Appl. Mech. Rev. — 1994. — 47, No. 1. — P. S151—S174.
- 9. Борисовская Е. М. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения / [Е. М. Борисовская, В. А. Назаренко, Ю. Н. Подрезов и др.] // Порошковая металлурия. 2008. № 7/8. С. 12 26.
- Луговской Ю. Ф. Влияние степени прокатки на упругость, усталость и микротвердость титана ВТ1-0 / Ю. Ф. Луговской, В. А. Назаренко, Н. Д. Рудык // Тез. докл. 5-й междунар. конф. "HighMatTech", Киев, 2015. — С. 82.

Оцінка якості пористих неспечених матеріалів на основі порошку титану

Ю. Ф. Луговський, В. А. Назаренко

На основі експериментальних даних про модуль Юнга пресованих і прокатаних неспечених матеріалів на основі порошку титану з різним розміром частинок оцінено якість контактів між ними. Для цього введено і фізично обґрунтувано величину п або n_p — показник ступеня у відповідній залежності модуля Юнга від пористості. Показано, що із зменшенням пористості (збільшенням тиску) модуль Юнга зростає, але якість контакту між частинками титану під час пресування і прокатки погіршується, очевидно, через підвищення концентрації напружень при стисканні пор, тобто через форму мікродефектів на границі структурних елементів.

Ключові слова: порошкові матеріали, концентрація напружень на границі пора—матриця, границі структурних елементів.

Estimation of quality evaluation of porous powder nonsintered materials based on titanium

Yu. F. Lugovskoi, V. A. Nazarenko

On the basis of experimental data about the Young's modulus pressed and rolled not sintered titanium powder materials with different particle sizes assess quality of contacts between them. For this physically substantiated the amount n is the exponent of the Young's modulus dependence of porosity. Shows that with the decreasing of porosity (increasing pressure) Young's modulus materials increases, but the quality of the contacts between the particles of titanium during pressing and rolling worsens, obviously, because of the increase from stress concentration at porous compression or because of the microdefects form on the boundaries of structural elements.

Keywords: powder materials, stress concentration at porous, boundaries of structural elements.