

ВЗРЫВНОЕ КОМПАКТИРОВАНИЕ АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКА И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПАКТОВ

С. Б. Злобин, В. В. Пай, И. В. Яковлев, Г. Е. Кузьмин

Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, 630090 Новосибирск

Исследуются макродефекты структуры образцов, полученных взрывным компактированием алюминиевого порошка. Стереологическими методами измерены площади новых, созданных при высокоскоростной деформации контактных поверхностей частиц. Для измерения макроскопической электрической проводимости компактов использован метод вихревых токов. По этим данным рассчитаны средние размеры и количество макродефектов на единицу объема компакта. Применяемые методики могут быть полезны для анализа структуры композиционных материалов, полученных различными способами.

Введение. Взрывное компактирование систем на основе металлических порошков является одним из перспективных направлений в области создания новых конструкционных материалов. Прочность композиционного материала при любом способе компактирования находится в прямой зависимости от степени консолидации по межчастичным контактам. В порошковой металлургии степень консолидации принято связывать с площадью обновленной поверхности, образовавшейся при деформации частиц порошка [1]. Представляется вполне обоснованным использовать понятие обновленных поверхностей в задачах взрывного компактирования. Как известно [2], взрывное нагружение пористых и порошковых систем сопровождается интенсивной пластической деформацией и локальным разогревом частиц материала. В случае металлических порошков обновленные поверхности из чистого металла (ювенильные поверхности) образуются в результате разрушения поверхностных слоев частиц при деформации. Высокие температуры способствуют активации ювенильных поверхностей и формированию металлической связи в зоне их контакта. Полученный компакт представляет собой монолит, содержащий включения (макродефекты) в виде пор и участков поверхностей частиц, не вступивших в металлическую связь между собой. Степень консолидации частиц порошка определяет ряд физических характеристик полученного материала, таких как упругие постоянные и электрическая проводимость [3]. Присутствующие в компакте макродефекты непроницаемы для протекающего через компакт электрического тока. Поэто-

му значения электрической проводимости, так же как и площади ювенильной поверхности, содержат сведения о консолидации частиц в металлическом порошковом компакте. Цель данной работы — установление связи между этими характеристиками и такими параметрами макроструктуры компакта, как характерные размеры макродефектов и их количество в единице объема.

Схема получения компакта из алюминиевого порошка. Эксперименты проводились на образцах из алюминиевого порошка с размером частиц $\approx 36 \div 63$ мкм. Схема взрывного компактирования показана на рис. 1. Образец порошка, подлежащий компактированию, помещался в стальной контейнер, закрытый сверху алюминиевой крышкой толщиной 0,3 мм. Над крышкой устанавливалась медная пластина толщиной 4 мм, на которой размещался за-

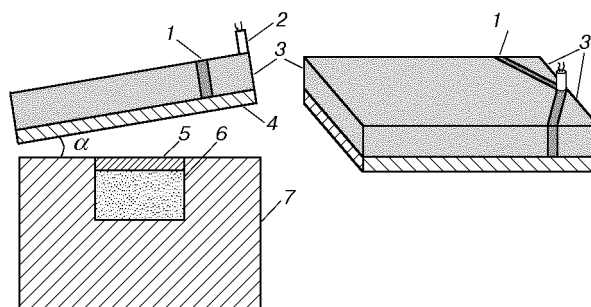


Рис. 1. Схема взрывного компактирования порошка:

1 — проводник детонации (гексоген), 2 — детонатор, 3 — основной заряд ВВ (аммонит 6ЖВ), 4 — метаемая пластина, 5 — крышка, 6 — порошковый образец, 7 — контейнер

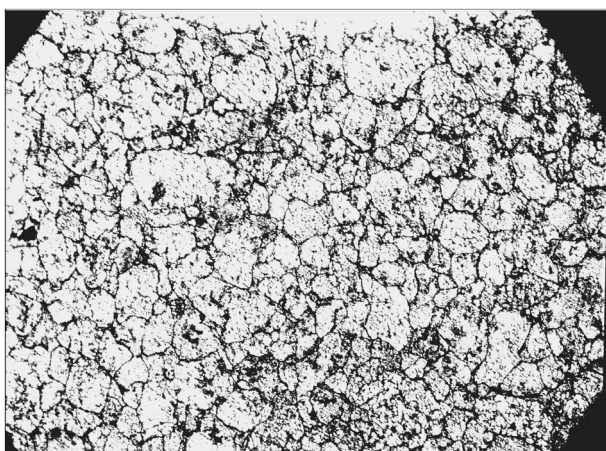


Рис. 2. Фотография микрошлифа компакта

ряд взрывчатого вещества, инициируемый детонатором. Угол установки пластины α выбирался таким образом, чтобы удар пластины по крышке контейнера был плоским. Глубина контейнера и его диаметр были достаточно большими, чтобы волны, отраженные от стенок контейнера и его дна, не влияли на формирование структуры компакта. Метание пластины осуществлялось составным зарядом взрывчатого вещества, содержащего аммонит и гексоген. Размеры составных частей подбирались так, чтобы обеспечить плоский фронт детонации основного заряда. Скорость детонации гексогена 6,5 км/с, скорость детонации слоя аммонита 6ЖВ \approx 4,5 км/с. Угол α рассчитывался по двумерной стационарной модели процесса метания [4].

По данной схеме проведены три серии экспериментов. Скорость полета пластины к моменту соударения во всех экспериментах была равна 0,6 км/с. Давление ударной волны в порошке рассчитывались по формуле $p = \rho_0 Du$, $D = u/(1 - \rho_0/\rho)$, где D — скорость ударной волны, u — массовая скорость, ρ_0 — исходная плотность порошка, ρ — плотность монолита.

В таблице приведены исходные плотности порошка и параметры ударных волн для трех

серий экспериментов. На рис. 2 показана типичная фотография микрошлифа полученного компакта.

Стереологические методы определения площади ювенильной поверхности. Площадь обновленной поверхности может быть с достаточной точностью найдена стереологическими методами. Опишем экспериментальный метод определения этой площади на единицу объема, пригодный для компактов, состоящих из частиц произвольных размеров и форм. В стереологии [5] рассматривается случайная прямая длиной l , проходящая через объем пористого тела с удельной поверхностью частиц s . Установлено, что число пересечений N (при $N \gg 1$) такой прямой с поверхностями частиц составляет $sl/2$ в случае, если каждый элемент поверхности частиц статистически случайным образом ориентирован в пространстве. Для экспериментального определения площади поверхности частиц делается микрошлиф исследуемого образца, на его поверхность наносится прямая риска длиной l и подсчитывается число пересечений риски с границами частиц. При выполнении условия $N \gg 1$ площадь поверхности частиц может быть определена по формуле

$$s = 2N/l \quad (1)$$

с квадратичной ошибкой $|\delta s/s| \approx 1/\sqrt{N}$.

Начальная удельная поверхность частиц s_0 определяется следующим образом. Порошок пропитывается эпоксидной смолой, и после ее полимеризации изготавливается шлиф полученного композиционного материала. Описанным выше способом сначала определяется площадь поверхности частиц на единицу объема композита, а затем на единицу объема металлической составляющей. В нашем случае в среднем $s_0 = 1900 \text{ см}^{-1}$. В таблице приведены значения конечной удельной поверхности частиц, рассчитанные по формуле (1).

Для компактов с плотностью, близкой к плотности монолита, непроводящие включения представляют собой только участки поверх-

Номер серии	ρ_0 , г/см ³	D , км/с	p , ГПа	s , см ⁻¹	w	σ/σ_0	a , мкм	N , 10 ¹⁰ см ⁻³
1	2,16	3,0	3,9	2800	0,32	0,52	5,74	0,76
2	1,76	1,72	1,8	3000	0,37	0,64	4,15	1,51
3	1,32	1,17	0,9	3400	0,44	0,67	3,62	2,09

ностей частиц, не вступивших в металлическую связь. Процесс высокоскоростной деформации при взрывном компактировании приводит к значительному росту температуры поверхностных слоев в порошке [2, 6], поэтому всю ювенильную поверхность можно считать активированной. При контакте между ювенильными поверхностями образуется металлическая связь. Введем параметр $w = 1 - s_0/s$, который представляет собой долю ювенильной поверхности, образовавшейся в результате деформации. Значения этого параметра для наших экспериментов приведены в таблице. В порошковой металлургии [1] часто используют понятие коэффициента обновленной поверхности K , который связан с w соотношением $w = 1 - 1/K$. При хаотическом расположении ювенильных участков вероятность отсутствия металлического контакта при соприкосновении поверхностей частиц равна $1 - w^2$. Таким образом, площадь полной поверхности частиц, не вступивших в контакт (макродефектов), в единице объема компакта определяется по формуле

$$S = s(1 - w^2). \quad (2)$$

Для получения более полных сведений о свойствах материала с макродефектами рассмотрим вопросы, связанные с электрической проводимостью компакта.

Электрическая проводимость компакта. Определим макроскопическую электрическую проводимость металлического компакта, содержащего непроводящие включения (поры, трещины и т. п.), расположенные в объеме статистически однородно и изотропно.

Средняя напряженность макроскопического электрического поля при протекании тока через компакт есть

$$\mathbf{E}_* = \frac{1}{V} \int \mathbf{E} dV = \frac{1}{V} \int_{V_s} \mathbf{E} dV + \frac{1}{V} \int_{V_d} \mathbf{E} dV, \quad (3)$$

где V — объем компакта, V_s — объем металла, V_d — объем включений, \mathbf{E} — микроскопическое электрическое поле в компакте. Поскольку в металле плотность тока равна $\mathbf{j} = \sigma_0 \mathbf{E}$ (σ_0 — проводимость металла), а в объеме включения $\mathbf{j} = 0$, то

$$\frac{1}{V} \int_{V_s} \mathbf{E} dV = \frac{1}{V} \int_{V_s} \frac{\mathbf{j}}{\sigma_0} dV = \frac{1}{V\sigma_0} \int \mathbf{j} dV = \frac{\mathbf{j}_*}{\sigma_0},$$

где $\mathbf{j}_* = \frac{1}{V} \int \mathbf{j} dV$ — макроскопическая средняя плотность тока в компакте.

Преобразуя второй интеграл в правой части (3) с помощью известных соотношений векторного анализа (см., например, [7]), легко получить

$$\begin{aligned} \frac{1}{V} \int_{V_d} \mathbf{E} dV &= \frac{1}{V} \int_{S_d} \mathbf{r}(\mathbf{E} \cdot d\mathbf{S}) = \\ &= -\frac{1}{V} \int_{S_d} \frac{\mathbf{r} dq}{\varepsilon_0} = -\frac{\mathbf{p}_*}{\varepsilon_0}. \end{aligned}$$

Здесь S_d — поверхность включений, \mathbf{r} — радиус-вектор к точке на поверхности включения (начало системы координат — в любой фиксированной точке пространства), \mathbf{p}_* — макроскопический средний вектор поляризации единицы объема компакта, ε_0 — диэлектрическая постоянная, dq — заряд элемента поверхности включения. Здесь использовано граничное условие $E_n = 0$ на внешней поверхности включений (E_n — нормальная составляющая поля), а также следствие теоремы Гаусса $\mathbf{E} d\mathbf{S} = dq/\varepsilon_0$. В результате связь между макроскопическими средними векторами электрического поля, плотности тока и поляризации дается формулой

$$\mathbf{E}_* = \frac{\mathbf{j}_*}{\sigma_0} - \frac{\mathbf{p}_*}{\varepsilon_0}. \quad (4)$$

При условии, что размеры включений много меньше расстояний между ними, каждое m -е включение можно рассматривать как элементарный диполь, находящийся во внешнем по отношению к нему поле [8]

$$\mathbf{E}^m = \mathbf{E}_* + \frac{1}{3} \frac{\mathbf{p}_*}{\varepsilon_0}$$

с дипольным моментом

$$p_i^m = -\varepsilon_0(V_{ik}^m + V_0^m \delta_{ik})E_k.$$

Здесь V_0^m — объем включения, V_{ik}^m — симметричный тензор присоединенного объема (аналог тензора присоединенной массы в гидродинамике для случая постоянной плотности), δ_{ik} — символ Кронекера (по повторяющимся индексам подразумевается суммирование). Вычисление компонент этого тензора сводится к решению уравнения $\Delta\varphi = 0$ ($\mathbf{E} = \text{grad } \varphi$) с граничными условиями $E_n = 0$ на поверхности включения и $\mathbf{E} = \mathbf{E}^m$ на бесконечности [9].

Если в единице объема компакта содержится $N \gg 1$ включений, то дипольный момент единицы объема компакта есть

$$p_{*i} = - \sum_{m=1}^N \varepsilon_0 (V_{ik}^m + V_0^m \delta_{ik}) E_k.$$

Введем обозначение

$$\nu_{ik} = \frac{1}{N} \sum_{m=1}^N (V_{ik}^m + V_0^m \delta_{ik}) =$$

$$= \langle (V_{11} + V_{22} + V_{33})/3 + V_0 \rangle \delta_{ik} = \nu \delta_{ik}.$$

Здесь угловые скобки означают осреднение по всем включениям. «Шаровой» вид тензора ν_{ik} является следствием изотропности распределения включений в компакте. Следовательно, средний дипольный момент единицы объема есть

$$p_{*i} = -\varepsilon_0 N \nu \delta_{ik} E_k.$$

Его проекция на направление вектора $\mathbf{E} = eE$, где e — единичный вектор в направлении поля, равна

$$-p_* = p_{*i} e_i = -\varepsilon_0 N \nu \delta_{ik} e_i e_k E = -\varepsilon_0 N \nu E.$$

Таким образом, имеем

$$p_* = \varepsilon_0 N \nu \left(E_* - \frac{1}{3} \frac{p_*}{\varepsilon_0} \right). \quad (5)$$

Используя (4), (5), легко получить

$$E_* \frac{1 - 2N\nu/3}{1 + N\nu/3} = \frac{j_*}{\sigma_0}.$$

Поскольку, с другой стороны, $j_* = \sigma E_*$, для относительной проводимости компакта получаем соотношение

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{1 - 2N\nu/3}{1 + N\nu/3}. \quad (6)$$

При $N\nu \ll 1$ имеем, в частности, $\sigma/\sigma_0 \approx 1 - N\nu$. В дальнейшем для оценки порядка величины проводимости будем использовать это соотношение до $N\nu \approx 0,5$.

Измерения макроскопической электрической проводимости компакта. Опишем метод измерения макроскопической электрической проводимости компакта, основанный на измерении времени релаксации вихревых токов (токов Фуко) в исследуемом образце [10]. Образец — тонкий диск толщиной δ и радиусом R — помещается в центр магнитного поля соленоида. Затем

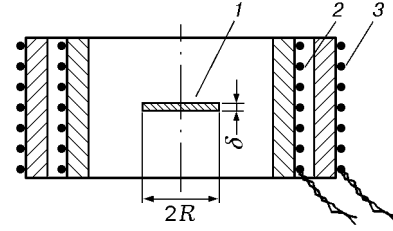


Рис. 3. Схема измерения вихревых токов:

1 — образец компакта, 2 — катушка, задающая внешнее магнитное поле, 3 — измерительная катушка

внешнее поле выключается, и в образце появляются индуцированные вихревые токи, затухающие с течением времени. При условии $\delta \ll R$ диск можно считать бесконечно тонким с поверхностной проводимостью, равной $\sigma\delta$. Тогда время затухания вихревых токов в таком диске является функцией произведения $\mu_0\sigma\delta R$.

Схема измерения времени затухания вихревых токов в цилиндрическом образце изображена на рис. 3. Образец помещался внутрь катушки, через которую пропусклся постоянный ток. Затем ток мгновенно выключался, и измерялась ЭДС индукции $U(t)$ в катушке. Так как время затухания вихревых токов зависит от $\mu_0\sigma\delta R$, то диски одинакового радиуса и с одинаковым произведением $\sigma\delta$ будут давать одинаковые зависимости $U(t)$. Имея набор эталонных дисков с разными значениями $\sigma_e\delta_e$, добьемся совпадения зависимостей $U(t)$ исследуемого образца и эталона. Тогда проводимость образца будет $\sigma = \sigma_e\delta_e/\delta$. Для иллюстрации на рис. 4 приведены типичные осциллограммы зависимости $U(t)$ для двух разных дисков. В таблице приведены значения относительной проводимости для полученных компактов. Погрешность ее измерения не превышала $\approx 1,5\%$.

Используем полученные значения проводимости и данные об обновленной поверхности для расчета размеров и количества макродефектов.

Оценка средних размеров и распределения включений. Для оценки размеров и количества включений в единице объема заметим, что для компактов с плотностью, близкой к плотности монолита, $S \sim Na^2$, $\langle V_0 \rangle \approx 0$, $\nu \sim a^3/3$, где a — характерный размер включения. Из уравнений (2) и (6) получим для характерного размера включений и их количества в единице объема выражения

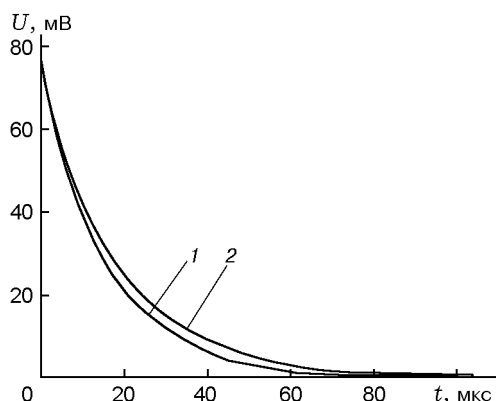


Рис. 4. Осциллограммы зависимости ЭДС индукции от времени в измерительной катушке для двух образцов толщиной $\delta = 1$ мм:

$\sigma/\sigma_0 = 0,52$ (1); $0,64$ (2)

$$a \sim \frac{3(1 - \sigma/\sigma_0)}{s_0(1 + w)}, \quad N \sim \frac{s_0^3(1 + w)^3}{9(1 - \sigma/\sigma_0)^2}. \quad (7)$$

Вычисленные по формулам (7) значения a и N для исследованных образцов приведены в таблице.

Заключение. Представлены результаты экспериментов по ударно-волновому компактированию алюминиевого порошка с размерами частиц до 63 мкм с различными начальными плотностями в диапазоне давлений $\approx 1,0 \div 4,0$ ГПа. Стереологическими методами по микрошлифам полученного компакта определены доли ювенильной поверхности, образовавшейся при высокоскоростном деформировании. Измерена объемная макроскопическая электрическая проводимость с помощью регистрации времени затухания вихревых токов в образце, имеющем форму тонкого диска. Построены соотношения для оценки характерного размера включений и их плотности в единице объема на основе результатов стереологических исследований и измеренных значений электрической проводимости. Эти данные позволяют с достаточной надежностью делать заключения о степени консолидации частиц порошка.

Развитый метод исследования структуры порошковых компактов, основанный на комбинированном использовании результатов измерений стереологических параметров и проводимости компактов, обладает достаточной степенью общности и может применяться при изучении любых металлических неферромагнит-

ных материалов, полученных разными способами. По отдельности стереологические и электромагнитные методы не могут дать подобной информации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 99-01-00572) и Федеральной целевой программы «Государственная поддержка интеграции высшего образования и фундаментальной науки на 1997–2000 гг.» (код проекта 274 по направлению «Фундаментальные исследования в области физики и высоких технологий»).

ЛИТЕРАТУРА

1. Шепельский Н. В., Корнилов В. Н., Белокопытов В. И. Аналитическое прогнозирование анизотропии сопротивления разрушению прессовок из сферических порошков // Порошковая металлургия. 1990. № 1. С. 62–65.
2. Raybould D. The production of strong parts and non-equilibrium alloys by dynamic compaction // Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Metals. New York and London: Plenum Press, 1981. P. 895–911.
3. Mordike B. L., Jernot J.-P., Chermant J.-L. Sintering of nickel powders. II. Influence of the particle size on the physical properties // Z. Metallkunde. 1984. Bd 75, H. 12. S. 923–928.
4. Кузьмин Г. Е., Мали В. И., Пай В. В. О метании плоских пластин слоями конденсированных ВВ // Физика горения и взрыва. 1973. Т. 9, № 4. С. 558–562.
5. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970.
6. Загарин Ю. В., Кузьмин Г. Е., Яковлев И. В. Измерение давления и температуры при ударном нагружении пористых композиционных материалов // Физика горения и взрыва. 1989. Т. 25, № 2. С. 129–133.
7. Левич В. Г. Курс теоретической физики. М.: Наука, 1969. Т. 1. С. 687, 894.
8. Тамм И. Е. Основы теории электричества. М.: Наука, 1976. С. 129.
9. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Гидродинамика. М.: Наука, 1986. С. 50–51.
10. Kouwenhoven W. B., Daiger G. P. The measurement of specific resistance by eddy current shielding // Rev. Sci. Instruments. 1934. V. 5, N 2. P. 94–101.

Поступила в редакцию 19/III 1999 г.,
в окончательном варианте — 29/VIII 1999 г.