

М. Ю. БАЛЬШИН, С. С. КИПАРИСОВ, А. А. НУЖДИН

### КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ РАСЧЕТ СПЕКАНИЯ

(Представлено академиком А. Ф. Беловым 13 II 1974)

В большинстве научных работ (например, в (1-4)) спекание реального порошкового тела рассматривается прежде всего как процесс усадки (уплотнения). Так, в книге (3), стр. 9, термины «спекание и уплотнение» употребляются как синонимы. Между тем в технике (порошковая металлургия, производство кирпича и керамических изделий, изготовление углеграфитовых изделий и др.) стремятся к такому спеканию, при котором получают наибольшую консолидацию (5) материала при минимальной усадке. За меру консолидации в настоящей работе принята величина безразмерного критического (контактного) сечения  $\alpha$  (5).

Для определения величины общего капиллярного давления при спекании  $p$  применяли сферические распыленные медные порошки узкой фракции с средней величиной радиуса частиц  $R=40$  мкм. При изучении кинетики изотермического спекания определяли на основе соответствующих экспериментальных данных относительную плотность  $\vartheta$ , величину безразмерного критического сечения  $\alpha$ , степень приближения значения  $\alpha$  к его верхнему значению  $\alpha_v$  (при соответствующем значении  $\vartheta$ ). Значения  $\alpha$  и  $\alpha/\alpha_v$  определяли по формулам (5)

$$\alpha = (\Lambda/\Lambda_k)^2/\vartheta, \quad (1)$$

$$\alpha/\alpha_v = \alpha/\vartheta^3, \quad (2)$$

где  $\Lambda$  и  $\Lambda_k$  — соответственно экспериментально определенные значения электропроводности в пористом и в компактном состоянии.

Значения общего капиллярного давления  $p$  и контактного давления  $p_k$  также определяли по формулам (5)

$$p = 2,39 \vartheta^2 C_k \gamma / R, \quad (3)$$

$$p_k = p/\alpha, \quad (4)$$

где в данном случае  $C_k=6$  — координационное число контактов на полуvinу частицы при значении  $\vartheta=1$ ; поверхностное натяжение  $\gamma=1400$  дин/см  $\approx 1,4$  г/см, радиус частиц  $R=40$  мкм.

Следует иметь в виду, что определенные таким образом значения  $p$ ,  $p_k$  являются максимальными. Фактически в ряде случаев значения  $p$ ,  $p_k$  могут быть меньше рассчитанных по формулам (3), (4) вследствие зонального обособления и роста частиц при спекании.

Изотермическому спеканию при 800 и 950° С подвергали две серии прессовок с исходными значениями  $\vartheta_0=0,66$ ; 0,86. Время изотермической выдержки  $t$  от 15 до 1440 мин. Вследствие упругого последействия во время нагрева прессовок до заданной температуры исходная плотность  $\vartheta_0$  снижалась, но при изотермической выдержке значения  $\vartheta$ ,  $\alpha$  непрерывно увеличивались.

В табл. 1 вверху сведены результаты изотермического спекания прессовок высокой плотности  $\vartheta_0=0,86$ . Обращает на себя внимание очень малая величина контактного напряжения  $p_k$  в особенности при 800° (8—6 кг/см<sup>2</sup>, т. е. меньше 0,4 кг/мм<sup>2</sup>): при столь малых контактных напряжениях вели-

	$T = 800^\circ$					$T = 950^\circ$				
$\vartheta_0 = 0,86$										
$t$ , мин	15	90	300	780	1440	15	90	300	780	1290
100 $\vartheta$	72,0	77,0	82,0	85,0	87,0	80,0	86,0	88,0	90,0	92,0
100 $\alpha$	32,5	40,4	50,6	57,6	62,3	33,9	45,0	54,4	58,8	62,8
100 $\alpha/\alpha_B$	87,1	88,6	92,0	93,9	94,5	66,1	70,5	78,1	80,7	84,2
$p$ , кг/см <sup>2</sup>	2,59	3,01	3,36	3,61	3,78	3,20	3,70	3,87	4,05	4,23
$p_K$ , кг/см <sup>2</sup>	7,97	7,45	6,65	6,27	6,07	9,45	8,22	7,41	6,89	6,72
$\vartheta_0 = 0,66$										
$t$ , мин	15	90	300	780	1440	15	90	300	780	1290
100 $\vartheta$	56,0	61,0	65,0	70,0	71,0	55,0	69,0	72,0	75,0	77,0
100 $\alpha$	11,6	13,9	19,2	24,6	27,9	9,87	17,2	24,4	29,3	33,1
100 $\alpha/\alpha_B$	65,9	61,5	70,0	71,6	77,9	59,6	52,6	65,6	69,5	72,6
$p$ , кг/см <sup>2</sup>	1,57	1,89	2,11	2,45	2,52	1,51	2,38	2,59	2,81	2,96
$p_K$ , кг/см <sup>2</sup>	13,5	13,6	10,5	10,0	9,03	15,3	13,8	10,6	9,59	8,94

чина  $\alpha$  за время выдержки при  $800^\circ$  возрастает с 0,325 до 0,623, т. е. довольно существенно. Между тем кратковременное (минутное) значение предела текучести  $\sigma_T$  равно  $\sim 2$  кг/мм<sup>2</sup>.

Далее, может показаться парадоксальным, что значения контактного напряжения  $p_K$  при  $950^\circ$  в 1,1—1,2 раза больше, чем при  $800^\circ$ . Однако, судя по соотношению между значениями кратковременной твердости, при этих температурах значения  $\sigma_T$  при  $950^\circ$  приблизительно в два раза меньше, чем при  $800^\circ$ . Поэтому указанное явление можно объяснить только тем, что на самом деле при  $950^\circ$  происходит зональное обособление частиц в агломераты, радиус которых в 2—2,5 раза больше исходного (т. е. агломерат содержит от 8 до 16 частиц). Поэтому, если рассчитать значения  $p$ ,  $p_K$  при  $R=80-100$  мкм вместо исходных 40 мкм, то для  $950^\circ$  получим более подходящие результаты. Расчет высокотемпературного спекания, однако, осложняется тем, что зональное обособление и радиус агломератов увеличиваются не только с температурой, но и с временем изотермической выдержки  $t$ .

Повышение температуры спекания с  $800$  до  $950^\circ$  несомненно форсирует уплотнение и столь же несомненно снижает степень консолидации (т. е. значения  $\alpha$ ,  $\alpha/\alpha_B$ ), достигаемые при одинаковой плотности. Так, для  $\vartheta = 0,86$  при  $950^\circ$   $\alpha = 0,45$ ,  $\alpha/\alpha_B = 0,705$ , а при  $800^\circ$  при том же значении  $\vartheta$  по интерполированным данным  $\alpha = 0,6$ ;  $\alpha/\alpha_B = 0,943$ , т. е. на 33% больше, чем при  $950^\circ$ . Это объясняется тем, что более форсированные режимы уплотнения при спекании неизбежно связаны с усилением разрывов контакта как между самими частицами, так и их агломератами.

В табл. 1 представлены также результаты спекания прессовок низкой плотности  $\vartheta_0 = 0,66$ . В этой части таблицы наблюдаются те же закономерности, что и для прессовок высокой плотности (низкие значения  $p_K$ ; в общем несколько более высокие значения  $p_K$  при  $950^\circ$ ; форсирование уплотнения и снижение степени консолидации с повышением температуры спекания). Объяснения этих явлений такие же. Вместе с тем значения  $p_K$  больше, чем для  $\vartheta_0 = 0,86$  как при  $800^\circ$  (в 1,5—1,8 раза), так и при  $950^\circ$  (в 1,3—1,7 раза). Из этого можно сделать вывод, что явления зонального обособления при спекании прессовок низкой плотности для обеих температур были более выражены, чем для прессовок высокой плотности.

По мнению В. А. Ивенсена (4), медленный подъем температуры и предварительное более низкотемпературное спекание бесполезны и даже в некоторых случаях вредны. Ниже приведены данные по спеканию прессовок низкой плотности при  $950^\circ$  после предварительного спекания в те-

чение 24 час. при более низкой температуре — 800°:

<i>t</i> , мин.	15	90	300	780	1290
100 $\phi$	72,0	72,5	74,5	76,0	77,0
100 $\alpha$	32,6	35,8	39,7	45,7	46,8
100 $\alpha/\alpha_v$	87,5	93,8	95,8	104	106
<i>p</i> , кг/см <sup>2</sup>	2,59	2,63	2,78	2,89	2,96
<i>p<sub>к</sub></i> , кг/см <sup>2</sup>	7,95	7,35	7,00	6,32	6,32

Действительно, после 1290 мин. спекания при 950° и предварительно спеченные при 800° образцы, и образцы без предварительного спекания имели одинаковую плотность  $\phi=0,77$ . С точки зрения В. А. Ивенсена, рассматривающего спекание как процесс уплотнения, предварительное спекание было бесполезно. Однако без предварительного спекания при  $\phi=0,77$  значения  $\alpha$ ,  $\alpha/\alpha_v$  соответственно 0,331; 0,726, а после такого предварительного спекания 0,468 и 1,06, т. е. в 1,4 раза больше. Таким образом, предварительное более низкотемпературное спекание сильно увеличило степень консолидации и было полезно. Следует обратить внимание на сильное уменьшение значений *p<sub>к</sub>* для прессовок после предварительного спекания по сравнению с соответствующими значениями *p<sub>к</sub>* для образцов без предварительного спекания как при 800° (в 1,85—1,3 раза), так и при 950° (в 1,88—1,4 раза). Это явление можно объяснить фиксированием при 950° степени зонального обособления, достигнутого при 800°. Вследствие такого фиксирования дальнейшее повышение консолидации при 950° существенно облегчалось. Достижение степени консолидации  $\alpha/\alpha_v > 1$  (до 1,06) объясняется прежде всего наличием внутричастичных пор (несколько процентов) в распыленных частицах.

В связи с низкими значениями *p<sub>к</sub>* (см. таблицы) можно предположить, что та часть контактного сечения  $\alpha$ , которая образовалась при прессовании и подъеме температуры, была разгружена от напряжений и что в напряженном состоянии была только часть критического сечения  $\Delta\alpha$ , образовавшаяся при дальнейшей выдержке. Поэтому фактическое контактное давление  $p_k = p/\Delta\alpha$ .

Наименьшее влияние зональное обособление оказало на прессовки высокой плотности при 800° (см. табл. 1,  $\phi_0=0,86$ ). Поэтому произведем расчет зависимости между разностью  $\Delta t = t - 15$  мин. и соответствующей зависимостью  $\Delta\alpha = \alpha - 0,325$  только для этого случая. Данная зависимость удовлетворительно описывалась формулой

$$\Delta\alpha = (\Delta\alpha)_1 (\Delta t/1)^{1/m}, \quad (5)$$

где в данном случае  $(\Delta\alpha)_1$  приращение  $\alpha$  за 1 мин. изотермической выдержки (между концом 15-й и началом 16-й минуты);  $m=2,2$ ; 1 в подкоренном выражении равна единице времени (одной минуте); в данном случае  $(\Delta\alpha)_1 = 0,012$ .

Сравним вычисленные по формуле (5) и фактические (в скобках значения). При  $\Delta t = 75, 285, 765$  и 1425 мин. соответствующие значения 100  $\Delta\alpha$  равны 8,37 (7,9), 15,7 (18,1), 24,6 (25,1), 32,4 (29,8). Совпадение фактических и вычисленных значений довольно удовлетворительное.

Наиболее вероятное значение общего давления *p* при  $(\Delta\alpha)_1 = 0,012$  около 2,6 кг/см<sup>2</sup>, откуда  $(p_k)_1 = 2,6/0,012 = 220$  кг/см<sup>2</sup> = 2,2 кг/мм<sup>2</sup>. По (6) минутное значение *H<sub>v</sub>* при 800° для меди равно 7,2 кг/мм<sup>2</sup>. Таким образом,  $(p_k)_1 = p/(\Delta\alpha)_1 = 2,2$  кг/мм<sup>2</sup>  $\approx 0,3 H_v$ , т. е. кратковременному пределу текучести  $\sigma_t$ .

Поступило  
23 XI 1973

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> Ф. Айзенкольб, Порошковая металлургия, 1959. <sup>2</sup> Ф. Айзенкольб, Успехи порошковой металлургии, 1969. <sup>3</sup> Я. Е. Гегузин, Физика спекания, «Наука», 1967. <sup>4</sup> В. А. Ивенсен, Кинетика уплотнения металлических порошков при спекании, 1970. <sup>5</sup> М. Ю. Бальшин, Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна, 1972. <sup>6</sup> М. Г. Лозинский, Высокотемпературная металлография, Изд. АН СССР, 1959.