

УДК 539.375

О ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ОЦЕНКАХ ХРУПКОЙ ПРОЧНОСТИ ТЕЛ, ПОЛУЧЕННЫХ КОМПАКТИРОВАНИЕМ ПОРОШКА

В. М. Корнев, А. Г. Демешкин, Т. А. Корнева*

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

* Объединенный институт геологии, геофизики и минералогии СО РАН, 630090 Новосибирск

Получены прочностные характеристики прессованных из порошка образцов. Приведено описание фрактальной структуры компакта после прессования. Методом комплексного термического анализа показано, что при прессовании сухих порошков частично восстанавливается межатомное взаимодействие. Даны качественные оценки теоретической прочности образцов и описан предполагаемый механизм распространения плоских трещин.

Введение. Фрактальному разрушению хрупких тел посвящено большое количество работ (см. [1–3] и библиографию к ним). Вероятно, образование фрактальных поверхностей разрушения связано с физической и химической природой частиц. Исходная структура частиц возникает при росте поликристаллов из расплавов или растворов [4], а также при объединении мелкодисперсных частиц под действием капиллярных сил [4, 5]. Ниже показано, что первоначальная структура вещества частично сохраняется при прессовании порошков, поэтому характерный размер зародышевых трещин в компакте связан с размерами ветвей фрактала.

1. Прессование порошков Al(OH)_3 и AlO(OH) , прочностные характеристики компакта. Перед прессованием порошок Al(OH)_3 просеивался через сито с размером ячей 0,05 мм. Под микроскопом частицы порошка по размерам отличались на порядок. Наиболее крупные частицы имели трещины. Порошок AlO(OH) получен осаждением из раствора в виде отдельных комков, которые перед засыпкой в пресс-форму размалывались.

Прессование проводилось в пресс-форме, имеющей форму усеченного конуса с углом наклона образующей $1,5^\circ$. Высота спрессованного образца составляла примерно 9,1 мм. Для скомпактированных образцов с разным усилием прессования определялись плотность и прочность на сжатие. На рис. 1 точками помечены результаты натурных испытаний: кривые 1 и 2 для порошков Al(OH)_3 и AlO(OH) соответственно характеризуют зависимости прочности на сжатие σ^* образцов от усилия прессования p , а кривые 3 и 4 для тех же порошков представляют зависимости плотности ρ компактов от усилия прессования p . Здесь принято, что $\sigma^* > 0$. Как показано на рис. 1, в диапазоне прессования до 1,5 ГПа зависимость плотности скомпактированных образцов от усилия прессования сравнительно слабая, а прочность образцов существенно зависит от усилия прессования и близка к линейной.

При испытании на сжатие скомпактированные образцы разрушались по линиям скольжения: нижняя часть разрушенного образца, как правило, представляла собой конус с образующей примерно 45° . Разрушение происходило от сдвига. Поверхность разрушения

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 98-01-00692).

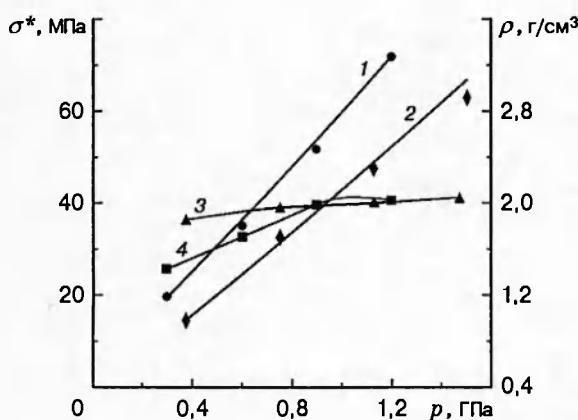


Рис. 1

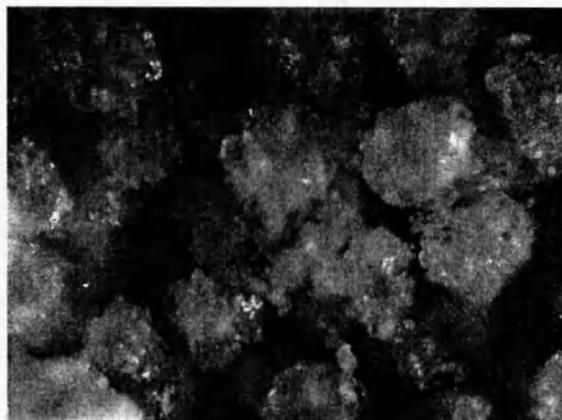


Рис. 2

имела нерегулярную структуру. Вероятно, полученная при испытаниях окончательная поверхность разрушения после разделения образца на части сглажена по сравнению с первоначальной поверхностью разрушения, так как при скольжении этих частей друг по другу происходит выкрашивание отдельных частиц, которые существенно выступают из первоначальной «осредненной» поверхности разрушения.

2. Описание структуры компакта. До прессования порошки рассматривались в обычный микроскоп. Замечено, что частицы порошка $\text{AlO}(\text{OH})$ собираются в некоторые агрегаты типа фракталов, причем агломерирование (слипание) происходит тем интенсивнее, чем меньше размер частиц [4, 5]. На рис. 2 в увеличенном масштабе представлены фотографии частиц порошка $\text{Al}(\text{OH})_3$ перед прессованием. Поверхности частиц порошков $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{AlO}(\text{OH})$ очень изрезаны, а их строение напоминает ветви пространственных фракталов. Таким образом, до прессования исходные порошки $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{AlO}(\text{OH})$ имели некоторую структуру.

Непосредственно изучить структуру спрессованного образца не представляется возможным, так как не удается изготовить шлиф из компакта: при шлифовании образец рассыпается. Поэтому спрессованный образец из порошка $\text{Al}(\text{OH})_3$ был помещен в специальную шашку и залит эпоксидной смолой. После затвердевания смолы из самой прочной части модифицированного образца был изготовлен шлиф, который затем рассматривался под микроскопом при увеличении в 600 раз. Разные участки шлифа имеют неоднородное строение и беспорядочную текстуру. Узловатые скопления имеют неоднородные, расплывчатые края, теряющиеся в цементе (эпоксидной смоле), иногда видны отдельные зерна. Ориентированность частиц отсутствует. Часто зерна образуют ветвящиеся, древовидные структуры типа фракталов, причем разветвления несплошные, слабосвязанные между собой или даже полностью разорванные, что можно трактовать как зародышевые трещины. Такая структура материала указывает на то, что данный компакт получен прессованием. Более прочные участки обособляются от менее прочных, различным образом реагируя на сдавливание, т. е. превращаясь в беспорядочные скопления сжатых и смятых фракталов, погруженных в облекающую их массу.

Таким образом, можно утверждать, что предварительная структура при прессовании не полностью разрушается, поэтому размер зародышевых трещин связан не только с размером зерен, но и с типичным размером ветвей фрактала до прессования.

Опишем процесс прессования с точки зрения уплотнения фракталов. При последовательном дозировании сначала смыкаются отдельные зерна и зародышевые фракталы, образуется некоторый рыхлый твердый скелет первоначального компакта. Далее отдель-

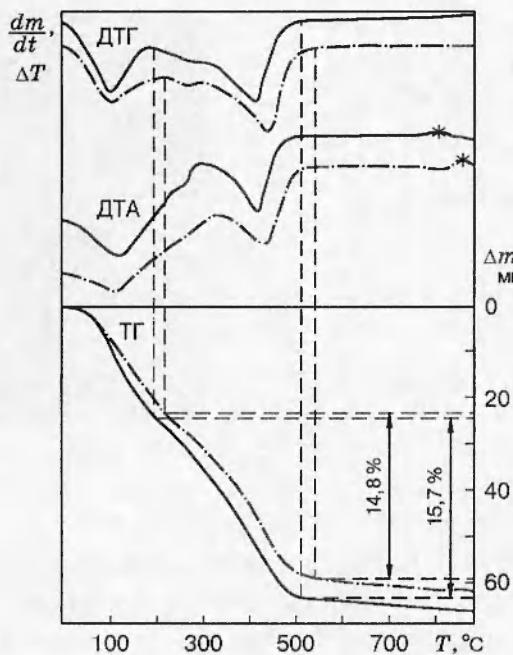


Рис. 3

ные ветви фракталов при увеличении сжимающей нагрузки обламываются и заполняют имеющиеся «карманы» в скелете первоначального компакта. Тем самым должна незначительно увеличиваться плотность образца, что и отмечено в эксперименте (см. рис. 1). Кроме того, при заполнении «карманов» уменьшается длина критической трещины и должна возрастать прочность образца (см. рис. 1).

3. О восстановлении межатомных взаимодействий по поверхностям контакта при прессовании AlO(OH) . Исследуемый образец по своему составу является гидратированной разновидностью гидрооксида алюминия AlO(OH) , наиболее близкой по своим свойствам к аморфной гидроокиси алюминия, синтезированной и изученной в [6]. Остановимся на выборе материала для исследования. Следует учесть, что по сравнению с теоретической прочностью давление прессования мало (отличается на порядки). Поэтому можно ожидать, что при прессовании порошков способны восстановиться только достаточно слабые межатомные взаимодействия. В физическом эксперименте предстояло достоверно зафиксировать частичное восстановление этих слабых связей.

В настоящей работе проведено сравнительное изучение порошкового и спрессованного в виде таблеток образца AlO(OH) методом комплексного термического анализа. Суть метода состоит в том, что при нагревании образца по определенной программе одновременно фиксируются: 1) эндо- и экзотермические реакции, происходящие в образце (изменяется температура образца в сравнении с эталоном ΔT); эти реакции представляются в виде качественной кривой дифференциального термического анализа (DTA); 2) изменение массы образца (Δm) в зависимости от температуры (термогравиметрическая (TG) кривая); 3) скорость изменения массы образца по времени dm/dt в функции температуры (дифференциальная термогравиметрическая (DTG) качественная кривая).

Для сравнения исследовались два вида образца: порошковый и спрессованный массой 242 мг. На рис. 3 приведены кривые TG, DTG, DTA гидрооксида алюминия: сплошные кривые соответствуют порошковому образцу, штрихпунктирные — таблетированному. Скорость нагревания образца в эксперименте составляла $12 \text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{мин}^{-1}$, максимальное изменение массы образца — до 100 мг. Для порошкового образца характерно присутствие эндо-

термического эффекта (кривая ДТА), достигающего максимального значения при 110 °С, когда удаляется адсорбированная вода, и широкого эндоэффекта, достигающего максимального значения при 420 °С, связанного с удалением OH-групп. Слабый эндоэффект, наблюдающийся при 270 °С, обусловлен присутствием малых количеств Al(OH)₃ в образце. Всем эндоэффектам соответствуют изгибы на кривой ДТГ. Количество выделившейся воды определяется по кривой ТГ.

У спрессованного образца максимум удаления OH-групп происходит при 440 °С (кривая ДТА на рис. 3), причем количество выделившейся конституционной воды уменьшается с 15,7 % у порошкового образца до 14,8 % у спрессованного, что однозначно характеризует частичное восстановление межатомного взаимодействия в спрессованном образце. Интервал температур, при котором имеет место выделение конституционной воды, сдвигается в сторону высоких температур. Экзотермический эффект, соответствующий фазовому превращению аморфного Al₂O₃, образовавшегося после разложения AlO(OH) в γ-Al₂O₃, наблюдавшийся у порошкового образца при 800 °С, у спрессованного образца сдвигается до 870 °С, причем последний становится более ярко выраженным. Эти характерные эффекты на соответствующих кривых помечены звездочками. Указанные процессы носят характер, обратный наблюдавшемуся при механической активации AlO(OH) [7].

4. Теоретические оценки прочности. В отличие от правильной упаковки одинаковых частиц [8] изучим прочность более или менее реальной структуры компакта. Ограничимся рассмотрением наиболее опасных единичных трещин. Размер спрессованных частиц на пять порядков отличается от межатомных расстояний, поэтому для получения оценок прочности можно ограничиться двумерным анализом. Рассматривается два случая: 1) реальная внутренняя трещина моделируется острым прямолинейной трещиной эквивалентной длины $2l$; 2) реальная краевая трещина моделируется острым краевой трещиной длиной l . Рассматривается слабейший монослой атомов с дефектами (характеристики этих дефектов уточняются ниже). Для получения оценок хрупкой прочности трещиноватого тела воспользуемся двумерным дискретно-интегральным критерием хрупкой прочности [8, 9]

$$\frac{1}{kr_e} \int_0^{nr_e} \tau_{xy}(x, 0) dx \leq \delta \tau_m. \quad (4.1)$$

Здесь τ_{xy} — сдвигающие напряжения в вершине трещины (эти напряжения действуют в толще спрессованного материала, имеющего либо внутреннюю трещину длиной $2l$, либо краевую трещину длиной l); Oxy — прямоугольная система координат с началом отсчета в вершине трещины; r_e — характерное расстояние между центрами атомов; n и k — числа, причем $n \geq k$ (k — число действующих межатомных связей); nr_e — интервал осреднения; τ_m , $\delta\tau_m$ — теоретические прочности на сдвиг для идеальной кристаллической решетки и решетки с дефектами соответственно; δ — параметр (для идеальной кристаллической решетки полагаем $\delta = 1$, для решетки с дефектами — $\delta \leq 1$). Параметр δ описывает неправильности восстановленной кристаллической решетки между отдельными зернами вещества. Вероятно, введение этого параметра δ оправданно, если контактирующие частицы имеют идеальное строение, а неидеальности сконцентрированы по границам зерен. В носике «острой» трещины имеются вакансии [8], что вполне естественно для тела, полученного компактированием порошка.

Остановимся на выборе интервала осреднения в соотношении (4.1). Пусть частицы (зерна) имеют идеальное кристаллическое строение. По мнению авторов, наиболее опасный случай — наличие малоугловых границ таких зерен (см., например, [10, рис. 7.3.3], где схематически показана малоугловая граница для квадратной плоской решетки). Типичными являются значения постоянных $k = 1$; $n_1 = 5, 6, \dots, 12$, т. е. линейный размер, ха-

рактеризующий периодичность структуры малоугловых границ, в $5 \div 12$ раз больше межатомного расстояния. Теоретическую прочность такого материала с малоугловой границей идеальных зерен можно оценить следующим образом: она приблизительно в $5 \div 12$ раз меньше идеальной прочности [11] совершенной кристаллической решетки на сдвиг τ_m , т. е. $\delta\tau_m \cong \tau_m/(5 \div 12)$. Интервал осреднения в соотношении подсчитывается по формуле $n = n_1 n_2$, где $n_2 = 1, 2, 3$. При $n_2 = 2$ или $n_2 = 3$ на малоугловой границе образуются одна или две «супервакансии» при одной межатомной связи в вершине трещины.

Пусть берега трещины, свободные от напряжений, не взаимодействуют, хотя рассматриваются тела с трещинами при сжатии. Данное предположение естественно, если учесть описание структуры компакта (см. п. 2).

Воспользуемся классическим представлением решения в виде суммы гладкой и сингулярной составляющих, последняя из которых записывается через коэффициент интенсивности напряжений K_{II} :

$$\tau_{xy}(x, 0) = \tau_\infty + K_{II}/(2\pi x)^{1/2}, \quad (4.2)$$

где τ_∞ — характерные напряжения, определяемые рассматриваемой задачей. В нашем случае (см. п. 1, где изучалась прочность образца на сжатие) имеем $\tau_\infty = \tau_{max} = \sigma^*/2$. С учетом (4.2) из критерия (4.1) после очевидных преобразований для критического коэффициента интенсивности напряжений K_{II}^* получим следующие соотношения:

$$\frac{K_{II}^*}{\tau_\infty} \leq \left(\frac{k\delta\tau_m}{nr_\infty} - 1 \right) \left(\frac{\pi nr_e}{2} \right)^{1/2}, \quad \frac{2K_{II}^*}{\sigma^*} \leq \left(\frac{2k\delta\tau_m}{n\sigma^*} - 1 \right) \left(\frac{\pi nr_e}{2} \right)^{1/2}. \quad (4.3)$$

Для первого и второго случаев коэффициенты интенсивности напряжений подсчитываются по следующим формулам (см. [12, с. 44, 124]): $K_{II} = 0,5\sigma(\pi l)^{1/2}$ и $K_{II} = 0,364\sigma(\pi l)^{1/2}$, угол между сжимающими напряжениями и плоскостью трещины составляет $\pi/4$. Очевидно, что в принятых обозначениях наибольшую опасность представляют внутренние трещины (здесь не изучается вопрос об особых условиях образования фракталов в окрестности жесткой стенки). После подстановки (4.2) во второе соотношение (4.3) получим простое выражение для критической длины трещины $2l^*(nk)$, причем единица длины есть r_e :

$$\frac{2l^*}{nr_e} = \left(\frac{k}{n} \frac{\delta\tau_m}{\sigma^*/2} - 1 \right)^2. \quad (4.4)$$

Рассмотрим соотношения (4.3), (4.4) для критических параметров: в принципе они допускают предельный переход при $K_{II}^* \rightarrow 0$, $2l^* \rightarrow 0$ (в классических соотношениях подобный предельный переход отсутствует). Критическое состояние тела без трещины имеет место, когда $k\delta\tau_m = n\sigma^*/2$, т. е. осредненные напряжения равны теоретической прочности тела с учетом реально действующих связей в рассматриваемой структуре.

Пусть максимальный линейный размер трещины порядка суммы десяти максимальных диаметров зерен порошка. Тогда имеет место оценка $2l^*/(nr_e) \cong 10^6$. Были проведены расчеты по определению критического напряжения в зависимости от критической длины трещины (см. соотношение (4.4)). На рис. 4 представлены зависимости безразмерных критических напряжений $(\sigma^*/2)/(\delta\tau_m)$ для двух интервалов критических длин трещин; при расчетах выбраны параметры $k = 1$, $n = 10$. Если первый интервал $0 \leq 2l^*/r_e \leq 100$ представляет интерес с точки зрения зарождения трещин, то второй $10^5 \leq 2l^*/r_e \leq 10^6$ описывает прочность спрессованных образцов. Полученные теоретические оценки (рис. 4, б) качественно согласуются с результатами натурного эксперимента, приведенными на рис. 1. Для количественных сопоставлений требуется измерить длины критических трещин, что авторам не удалось сделать.

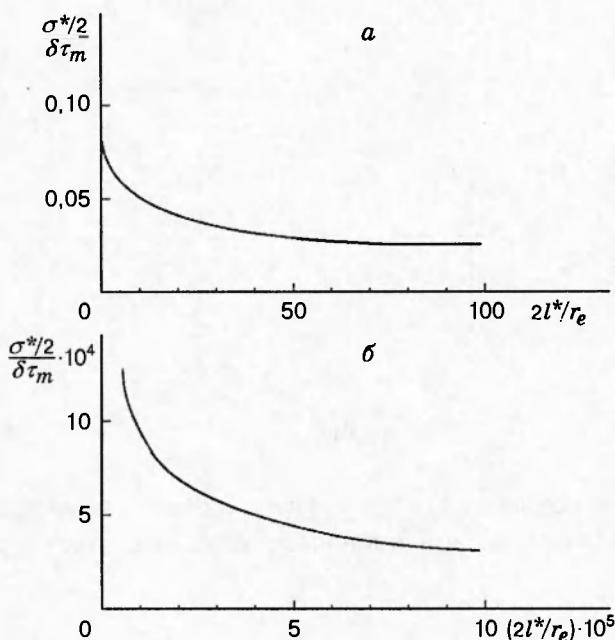


Рис. 4

5. Превращение ломаного фронта трещины в прямолинейный. Использование дискретно-интегральных критериев хрупкой прочности для слабейшего монослоя атомов приводит к тому, что первоначальный прямой фронт (прямая Oz) плоской трещины может превращаться в ломаный фронт плоской трещины в плоскости Oxz . Действительно, критерий (4.1) выписан для слабейшего монослоя атомов, причем плоскость этого монослоя перпендикулярна исходному прямолинейному фронту трещины. Допустим, что таких одинаковых слоев два или три и они примыкают друг к другу (это допущение используется ниже при осреднении по Нейберу — Новожилову поля напряжений в окрестности вершин ломаной). Пусть при последовательном догружении образца с трещиной нагрузка достигает критического значения. Тогда прямолинейный фронт Oz превращается в ломаный фронт плоской трещины (ломаные $a_0Oa_1a_2a_3a_{00}$ и $a_0Ob_1b_2b_3a_{00}$ на рис. 5, *a*, *б*, где приведен простейший вид таких фронтов). Очевидно, что расположение звеньев ломаной согласовано с геометрическими характеристиками упаковки решетки: упаковка атомов (частиц) может быть плотной (рис. 5, *а*) или соответствовать прямоугольной решетке (рис. 5, *б*). Заштрихованные области в окрестности вершин ломаной — области осреднения по Г. Нейберу [13], В. В. Новожилову [9] (см. соотношение (4.1)), причем диаметр этих областей совпадает с размером зерна материала, имеющего идеальное кристаллическое строение.

В окрестности вершин ломаной справедливы оценки сингулярности напряжений в углах клинообразных трещин [14]. Целесообразно вести интегрирование в полярной системе координат в модифицированных критериях хрупкой прочности (4.1). Вместо соотношения (4.2) теперь рассматривается другое соотношение, имеющее место в окрестности вершин ломаной:

$$\tau_{xy}(r, \varphi, 0) = \tau_\infty + K_{II} A_2(\varphi) / (2\pi)^{1/2} r^{1-\gamma_2}.$$

Здесь (r, φ) — полярная система координат в плоскости трещины, причем начало координат совпадает с одной из вершин ломаной; $A_2(\varphi)$ — функция, не имеющая сингулярности, такая, что $A_2(\varphi) = O(1)$; γ_2 — параметр [14], характеризующий сингулярность. В работе [14] этот параметр получен для задачи сдвига для трещины, имеющей клинообразную

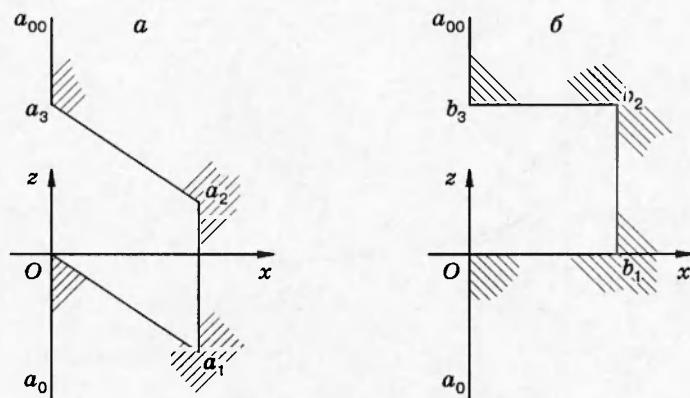


Рис. 5

форму. Авторами [14] установлено, что $\gamma_2 = \gamma_2(\nu)$, где ν — коэффициент Пуассона. Значения параметров γ_2 для различных ν в зависимости от угла раствора клина 2α приведены в таблице.

2α	$\gamma_2 (\nu = 0)$	$\gamma_2 (\nu = 1/4)$	$\gamma_2 (\nu = 1/2)$
$\pi/3$	0,2399	0,2658	0,2986
$\pi/2$	0,2966	0,3285	0,3733
$2\pi/3$	0,3579	0,3861	0,4260
π	0,5	0,5	0,5
$4\pi/3$	0,6994	0,6508	0,5865
$3\pi/2$	0,8146	0,7492	0,6577
$5\pi/3$	0,9093	0,8686	0,8003

Отметим, что для углов клина $2\alpha = \pi/3; 2\pi/3; 4\pi/3; 5\pi/3$ значения параметра сингулярности получены интерполярированием результатов [14]. Эти углы соответствуют плотноупакованным слоям атомов в плоскости трещины. Заметим также, что при произвольном угле $2\alpha < 2\pi$ параметр сингулярности $1 - \gamma_2 < 1$ (см. [14] и таблицу), что позволяет воспользоваться модифицированным дискретно-интегральным критерием (4.1). После очевидных выкладок, сопоставляя порядок величин, устанавливаем, что по сравнению с прямолинейным фронтом плоской трещины $2\alpha = \pi$ и $\gamma_2 = 0,5$ клинообразные формы трещин: 1) менее устойчивы при $2\alpha < \pi$, так как $\gamma_2 < 0,5$; 2) более устойчивы при $2\alpha > \pi$, так как $\gamma_2 > 0,5$. Следовательно, ломаный фронт плоской трещины имеет тенденцию превращения в прямолинейный фронт плоской трещины, причем наибольшая «концентрация» осредненных напряжений имеет место при $2\alpha = \pi/3, 2\alpha = \pi/2$ и малом ν .

При последовательном додружении, когда на прямолинейном фронте плоской трещины имеется участок, соответствующий слабейшему атомному слою, плоская трещина распространяется следующим образом: 1) при достижении нагрузкой критического значения на этом участке происходит локальное продвижение трещины путем перегиба фронта, образуется ломаный фронт; 2) при той же нагрузке в окрестности острых и тупых углов ломаной имеют место соответственно додружение и разгрузка межатомных связей; 3) формируется новый продвинутый прямолинейный фронт трещины. На новом прямолинейном фронте отыскивается слабейший участок, затем процесс повторяется.

Заключение. Впервые показано, что при прессовании порошков при весьма умеренных давлениях частично восстанавливаются межатомные связи. Предложенная обработка

экспериментальных результатов по прочности полученных компактов качественно согла-суется с натурным экспериментом.

ЗАМЕЧАНИЕ. В п. 4 предложен только один вариант теоретической обработки экспе-риментальных данных, так как исходная система, полученная прессованием, имеет иерар-хию структур. Другие подходы могут быть основаны на идеях работ [15, 16], описывающих прочность трещиноватых тел. Авторы придерживаются мнения, что структура разруше-ния определяется исходной структурой материала, а не формируется при разрушении [16] (где тонко, там и рвется).

ЛИТЕРАТУРА

1. **Мосолов А. Б.** Фрактальная гриффитсова трещина // Журн. техн. физики. 1991. Т. 61, вып. 7. С. 57–60.
2. **Гольдштейн Р. В., Мосолов А. Б.** Трещины с фрактальной поверхностью // Докл. АН СССР. 1991. Т. 319, № 4. С. 840–844.
3. **Мосолов А. Б., Бородич Ф. М.** Фрактальное разрушение хрупких тел при сжатии // Докл. РАН. 1992. Т. 324, № 3. С. 546–554.
4. **Зимон А. Д.** Мир частиц. М.: Наука, 1988.
5. **Михайлов Е. Ф., Власенко С. С., Киселев А. А., Рышкевич Т. И.** Изменение струк-туры фрактальных частиц сажи под действием капиллярных сил: экспериментальные ре-зультаты // Коллоид. журн. 1997. Т. 59, № 2. С. 195–203.
6. **Sato T.** Thermal decomposition of aluminium hydroxides to aluminas // Thermochim. Acta. 1985. V. 88. P. 69–84.
7. **Korneva T. A., Yusupov T. S., Lukjanova L. G., Gusev G. M.** Thermal analysis of mechanically activated bauxies // Thermal analysis: Proc. of the 4th ICTA. Budapest, 1974. V. 3. P. 659–664.
8. **Корнев В. М.** Интегральные критерии хрупкой прочности трещиноватых тел с дефектами при наличии вакансий в носике трещины. Прочность компактированных тел типа керамики // ПМТФ. 1996. Т. 37, № 5. С. 168–177.
9. **Новожилов В. В.** О необходимом и достаточном критерии хрупкой прочности // Прикл. математика и механика. 1969. Т. 33, вып. 2. С. 212–222.
10. **Шмитт-Томас К. Г.** Металловедение для машиностроения: Справ. М.: Металлургия, 1995.
11. **Макмилан Н.** Идеальная прочность твердых тел // Атомистика разрушения: Сб. ст. 1983–1985 гг. / Сост. А. Ю. Ишлинский. М.: Мир, 1987. С. 35–103.
12. **Механика разрушения и прочность материалов:** В 4 т. Т. 2. Коэффициенты интенсивности напряжений в телах с трещинами / М. П. Саврук. Киев: Наук. думка, 1988.
13. **Нейбер Г.** Концентрация напряжений. М.; Л.: ОГИЗ, Гостехтеоретиздат, 1947.
14. **Parihar K. S., Keer L. M.** Stress singularity at the corner of a wedge-shaped crack or inclusion // Trans. ASME. Ser. E. J. Appl. Mech. 1978. V. 45, N 4. P. 791–796.
15. **Адищев В. В., Корнев В. М.** Подход к построению критерия хрупкой прочности тре-щиноватых тел // Изв. вузов. Стр-во. 1997. № 7. С. 41–45.
16. **Гольдштейн Р. В., Осищенко Н. М.** Разрушение и формирование структуры // Докл. АН СССР. 1978. Т. 240, № 4. С. 829–832.