



In this article there was investigated the influence of porosity and temperature change on heat condition and electrical resistance of porous iron (PZh4M) nickel and steel 14X17H2. There are received the adequate equations of regression, establishing connection between heat conduction and electrical resistance of the investigated materials with their porosity and temperature.

Е. С. ГОЛУБЦОВА, Б. А. КАЛЕДИН, БНТУ

УДК 621.762

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ И УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Проницаемые пористые металлические материалы находят широкое применение в машиностроении, авиационной, химической, нефтяной, пищевой, металлургической и других отраслях промышленности. Их используют в качестве материала для изготовления фильтрующих элементов, предназначенных для тонкой очистки жидкостей и газов от примесей, в конструкциях камер сгорания и охлаждаемых лопаток турбин и т.д. Варьируя проницаемостью пористого металла или геометрическими размерами пористой детали, можно осуществить программный подвод охлаждающей жидкости к защищаемой поверхности при постоянных параметрах системы подачи. Сочетание ряда свойств – малого размера пор, высокой газопроницаемости и значительной механической прочности делает пористые металлы наиболее подходящим материалом для изготовления огнепреградителей при работе с такими быстрогорящими газовыми смесями, как кислород, водород или ацетилен–кислород. Широкое применение пористые материалы нашли в качестве электродов в электрохимии. Такие электроды должны обладать высокой электрической проводимостью, иметь высокую пористость при достаточной механической прочности.

Во всех случаях практического применения пористых металлов большое значение имеет стабильность их свойств в процессе эксплуатации. Ряд свойств, такие, как гидравлическое сопротивление, размеры пор, состояние их поверхности и другие могут изменяться с течением времени [1]. В связи с этим возникает необходимость установления закономерностей изменения свойств материалов при воздействии внешних факторов.

В данной работе исследовали влияние пористости и температуры на теплопроводность и удельное электрическое сопротивление пористого железа (ПЖ4М), никеля и стали 14X17H2.

Образцы из порошка ПЖ4М ($d_{cp}=45-160$ мкм) получали двухсторонним прессованием и спекали при температуре ~ 1470 К в среде диссо-

циированного аммиака в течение 2 ч. После механической обработки их подвергали отжигу для снятия наклепа в поверхностном слое и восстановления оксидов, образовавшихся в материале после спекания до завершения шлифования. Отжиг производили при температуре ~ 1170 К в среде диссоциированного аммиака в течение 1 ч. Образцы диаметром 10 мм из порошков никеля и стали 14X17H2 ($d_{cp}=60-100$ мкм) получали односторонним прессованием при давлении 100–150 МПа. Спекание спрессованных брикетов проводили в вакуумной печи СШВ-1-2.5/2 при температуре ~ 1200 К в течение 1,5 ч. Температуру термообработки контролировали термопарой с точностью $\pm 5^\circ$. Допустимая ошибка определения плотности прессовки составляла 1,5–2,0%, а давления прессования – 0,2%. Пористость полученных прессовок (открытая) определяли методом ртутной порометрии. Допустимая ошибка измерения пористости не превышала 0,5%.

Теплопроводность тел при изменении их пористости до 0,66 ($P < 0,66$) рассчитывали по формуле Оделевского [2]:

$$\lambda = \lambda_k (1 - 1,5P), \quad (1)$$

где λ_k – теплопроводность компактного материала, Вт/(м·К); P – пористость в относительных единицах. При более высокой пористости расчетные значения теплопроводности обращаются в нуль или становятся отрицательными. Формула (1), как указано в [2], справедлива для определения теплопроводности пористых тел с совершенными контактами, т.е. для тел, у которых отсутствуют контактные явления или размеры контактов соизмеримы с размерами частиц.

В большинстве случаев пористые металлы в спеченном состоянии не обладают совершенными контактами. Для пористых металлов, изготовленных из сферических порошков, отношение диаметра межчастичного контакта к радиусу частицы составляет 0,2–0,5, тогда как для пористой коррозийноустойчивой стали, изготовленной из восста-

новленных порошков, – 0,6–0,9 [2]. Таким образом, формулу (1) для расчета теплопроводности пористых металлов применять нельзя без соответствующей экспериментальной проверки. При $\Pi > 0,66$ использовали формулу

$$\lambda = \lambda_k(1 - \Pi)^2, \quad (2)$$

λ_k для ПЖ4М равнялась 81,1 Вт/(м·К), для никеля и стали 14X17H2 – 71,4 и 22,2 Вт/(м·К) соответственно (справочные данные приведены для $t = 20^\circ\text{C}$) [3]. Теплопроводность измеряли по методике работы [4]. Погрешность измерения теплопроводности не превышала 0,15–0,20 Вт/(м·К). Элетропроводность измеряли по методике работы [5].

Перенос теплоты в пористых телах может происходить за счет контактной теплопроводности, конвекции и излучения. В пористых телах обычно преобладающим механизмом переноса теплоты является контактная теплопроводность, однако при высоких температурах может существенно повыситься роль излучения. Изменение

механизма переноса теплоты может повлиять на сходимость экспериментальных значений с рассчитанными по формуле (1).

Явления электрической проводимости и теплопроводности, имеющие одинаковую физическую сущность, для компактных материалов обычно описываются одними и теми же аналитическими зависимостями. Эта закономерность сохраняется и для пористых сред, поэтому зависимость (1) можно использовать и для электрической проводимости металлов при изменении их пористости. Для проведения эксперимента был выбран план 3х3, где 3 – три уровня пористости (0, 0,2 и 0,4) для ПЖ4М и никеля, а 0,3, 0,4, 0,5 – для стали 14X17H2 и три уровня температуры (473, 773 и 1073 К).

Матрица плана и результаты эксперимента приведены в таблице, где y_1, y_2, y_3 – величина теплопроводности соответственно для пористого железа, никеля, стали 14X17H2, Вт/(м·К); y_4, y_5 и y_6 – удельное электросопротивление для этих же материалов, мкОм·см.

Матрица плана 3х3

Номер опыта	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_1^2	x_2^2	y_1	y_2	y_3	y_4	y_5	y_6
1	-	-	+	+	+	71,4	64,3	27,2	22	20	172
2	-	0	0	+	0	46,4	57,1	32,8	56	37	204
3	-	+	-	+	+	37,1	53,6	41,7	104	47	232
4	0	-	0	0	+	42,9	46,4	19,5	36	26	292
5	0	0	0	0	0	30,0	39,3	25,0	96	51	332
6	0	+	0	0	+	25,0	35,7	33,4	180	65	368
7	+	-	-	+	+	17,9	21,4	12,2	72	65	480
8	+	0	0	+	0	10,7	12,1	16,2	168	115	558
9	+	+	+	+	+	9,3	7,2	22,2	330	146	626

Для пористой стали 14X17H2 уровни пористости были равны 0,3, 0,4 и 0,5, а для температуры были выбраны те же уровни, что и для ПЖ4М и никеля, т.е. 473, 773 и 1073 К.

Ошибки воспроизводимости (опыта) составляли для ПЖ4М $S_1 = 1,615$ Вт/(м·К), для никеля $S_2 = 1,87$ Вт/(м·К), для стали 14X17H2 $S_3 = 1,28$ Вт/(м·К), т.е. не превышали 5% от средних значений величины теплопроводности для этих материалов, для удельного электросопротивления $S_4 = 6,4$, $S_5 = 3,2$ и $S_6 = 18$ мкОм·см.

После статистической обработки результатов испытаний и проверки значимости коэффициентов уравнения получены следующие уравнения регрессии, устанавливающие связь между теплопроводностью и исследуемыми факторами:

$$y_1 = 29,4 - 19,5x_1 - 10,1x_2 + 6,4x_1x_2 + 4,9x_2^2, \quad (3)$$

$$y_2 = 39,2 - 22,4x_1 - 6x_2 - 4,5x_1^2, \quad (4)$$

$$y_3 = 25,1 - 8,5x_1 + 6,4x_2. \quad (5)$$

Проверка адекватности этих уравнений по критерию Фишера подтвердила эту гипотезу ($F_1 = 1,4 < 3,6$; $F_2 = 1,5 < 3,5$ и $F_3 = 1,28 < 3,4$). Полученные уравнения показывают, что с увеличением

пористости (x_1) теплопроводность всех этих материалов уменьшается. Влияние же температуры неоднозначно. Если для пористого железа и никеля увеличение температуры (x_2) приводит к снижению величины теплопроводности, то для стали 14X17H2, наоборот, к ее росту.

Максимальная величина теплопроводности для ПЖ4М будет при $x_1 = -1$ и $x_2 = -1$, т.е. для пористости $\Pi = 0$ и для температуры $T = 473$ К. В этом случае расчетное значение $\hat{y} = 70,3$ Вт/(м·К). Минимальное значение теплопроводности будет при $x_1 = +1$ и $x_2 = 0$, т.е. при $\Pi = 0,4$ и $T = 773$ К, когда $\hat{y} = 9,9$ Вт/(м·К).

Сопоставляя экспериментальные значения теплопроводности с расчетными по формулам (1) и В.В. Скорохода [6]

$$\lambda = \lambda_k(1 - \Pi)^2,$$

установлено, что лучшую сходимость для ПЖ4М дают результаты расчета по формуле (2).

Для никеля влияние пористости более весомо, чем для ПЖ4М. Здесь лучшее соответствие экспериментальным данным дает формула (1).

Обращает на себя внимание различный вид уравнений (3)–(5). Если в уравнении (3) есть члены взаимодействия (x_1x_2) и квадратичный член x_2^2 , то в (4) взаимодействие отсутствует и присутствует квадратичный член x_1^2 со знаком минус.

В отличие от уравнений (3) и (4) зависимость теплопроводности y_3 для стали 14X17H2 от пористости и температуры выражается уравнением первого порядка. Меняется и характер зависимости от температуры. Здесь с ростом температуры (x_2) увеличивается теплопроводность. Уравнения, устанавливающие связь между удельным электросопротивлением исследуемых материалов, пористостью и температурой, имеют вид

$$y_4 = 9,5 + 64,7x_1 + 80,7x_2 + 44x_1x_2 + 21,3x_1^2 + 17,3x_2^2, \quad (6)$$

$$y_5 = 51,5 + 37x_1 + 24,5x_2 + 13,5x_1x_2 + 24,3x_1^2 - 6,2x_2^2, \quad (7)$$

$$y_6 = 332,7 + 176x_1 + 47x_2 + 21,5x_1x_2 + 48x_1^2. \quad (8)$$

Из уравнений (6)–(8) видно, что наибольшее влияние на удельное электросопротивление оказывает пористость (x_1). Чем она больше, тем выше параметр оптимизации.

Минимальное значение удельного электросопротивления естественно будет при $x_1 = -1$ и $x_2 = -1$, т.е. при нулевой пористости и температуре 473 К (опыт № 1, см. таблицу), максимальное – при $x_1 = +1$ и $x_2 = +1$, т.е. при пористости 0,4 и температуре 1073 К (опыт № 9, см. таблицу).

Представляет интерес выявление тесноты связи между теплопроводностью и удельным электросопротивлением исследуемых материалов с помощью коэффициентов парной корреляции, вычисляемых по формуле [7–10]:

$$r_{i,j} = \frac{\sum \Delta y_i \Delta y_j}{\sqrt{\sum \Delta y_i^2 \sum \Delta y_j^2}}, \quad (9)$$

где Δy_i и Δy_j – разность текущих и средних значений i -го и j -го параметров, т.е. $\Delta y_i = y_i - \bar{y}_i$ и $\Delta y_j = y_j - \bar{y}_j$.

Расчет коэффициентов парной корреляции для ПЖ4М оказался равным $-0,74$, для никеля – $-0,91$ и для стали 14X17H2 – $-0,66$, что для первых двух материалов больше табличного значения $0,66$ (при $\alpha=0,05$ и $f=9-2=7$) и равно табличному для стали 14X17H2.

Следовательно, связь между теплопроводностью и удельным электросопротивлением можно

выразить в виде линейных корреляционных уравнений:

$$\text{для ПЖ4М } \rho = 234,5 - 3,60\lambda, \quad (10)$$

$$\text{для никеля } \rho = 134 - 1,88\lambda, \quad (11)$$

$$\text{для стали } \rho = 658 - 11,6\lambda. \quad (12)$$

Коэффициент b_0 для порошка ПЖ4М равен 234,5, для никеля – 134, стали 14X17H2 – 658, b_1 для ПЖ4М – 3,60, никеля – 1,88, стали 14X17H2 – 11,6.

Значения коэффициентов b_0 и b_1 в этих уравнениях определяли по методике работы [8],

$$\text{где } b_1 = \frac{\sum \Delta y_i \Delta y_j}{\sum \Delta y_i^2}; \quad b_0 = \bar{y}_j - b_1 \bar{y}_i; \quad \Delta y_i = (y_i - \bar{y}_i),$$

$\Delta y_j = (y_j - \bar{y}_j)$; y_i и y_j – текущие, \bar{y}_i и \bar{y}_j – средние значения i -го и j -го параметров оптимизации. Для оценки надежности коэффициентов парной корреляции определяли критерий надежности μ :

$$\mu = \frac{r}{S_r}, \quad (13)$$

где r – коэффициент парной корреляции; S_r – средняя квадратическая ошибка в его определении, которую можно рассчитать по формуле:

$$S_r = \frac{1-r^2}{\sqrt{N}}, \quad (14)$$

где N – число наблюдений (в нашем случае $N=9$).

$$\text{Для ПЖ4М } \mu = \frac{0,74}{0,15} = 4,9 > 2,6.$$

Следовательно, все три коэффициента парной корреляции надежно определены.

Таким образом, определив значение, например, удельного электросопротивления можно с помощью уравнений (10)–(12) рассчитать примерное значение теплопроводности.

На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы.

1. Полученные уравнения регрессии позволяют количественно установить значения теплопроводности и удельного электросопротивления в зависимости от пористости и температуры испытаний для изделий, полученных из порошков ПЖ4М, никеля и стали 14X17H2. Эти уравнения позволяют практикам, не вникая в суть процессов получения изделий из исследуемых порошков, количественно определить значения теплопроводности и удельного электросопротивления не только при уровнях пористости и температуры, выбранных в эксперименте, но и при других уровнях, не проводя дополнительных экспериментов.

2. Между теплопроводностью и удельным электросопротивлением ПЖ4М, никелем и сталью 14X17H2 существует тесная корреляционная связь, которая выражена уравнениями (10)–(12).

Литература

1. Влияние пористости на разрушающие напряжения порошковых материалов при вязком разрушении / С.А. Фирстов, Ю.Н. Подрезов, Н.И. Луговой и др. // Порошковая металлургия. 1992. № 5.
2. Белов С.В. Пористые материалы в машиностроении. М.: Машиностроение, 1981.
3. Пористые проницаемые материалы: Справ. / Под ред. С.В. Белова. М.: Металлургия, 1987.
4. Микрюков В.Е. Теплопроводность и электропроводность металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1959.

5. Kim G.T., Park J.G., Park Y.W. Nonswitching van der Pauw technique using two different modulating frequencies / Rev. Sci. Instrum. 1999. Vol. 70. № 4.
6. Скороход В.В. Реологические основы теории спекания. Киев: Наукова думка, 1972.
7. Жарский И.М., Каледин Б.А., Кузьмицкий В.Ф. Планирование эксперимента и организация: Учеб. пособ. Мн.: БГТУ, 2003.
8. Новик Ф.С., Арсов Я.Б. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования эксперимента. М.: Машиностроение, София: Техника, 1980.
9. Электропроводящая керамика на основе нитрида кремния. II. Исследование микротвердости, вязкости разрушения и остаточных напряжений / В.Н. Ковалевский, Е.С. Голубова, Б.А. Каледин, И.В. Фомикина // Огнеупоры и техническая керамика. 2004. № 6.
10. Голубцова Е.С., Каледин Б.А. Влияние температуры и времени спекания, марки порошка и количества добавок оксида иттрия на теплопроводность нитрида алюминия // Теория и практика машиностроения. 2004. № 3.

Выставки, съезды, конференции, семинары

15–18.03.2005

"МЕТАЛЛУРГИЯ" Сырье, технологические процессы, оборудование, готовая продукция (7-я специализированная выставка). г. Санкт-Петербург (Россия), выставочный комплекс "Ленэкспо" в Гавани. Организатор – Выставочное объединение "РЕСТЭК", т./ф.: +7 (812) 320-80-90; E-mail: metal@restec.ru.

15–18.03.2005

"ЛИТЕЙНОЕ ДЕЛО" Исходные материалы, технологии, оборудование, готовая продукция (5-я специализированная выставка). г. Санкт-Петербург (Россия), выставочный комплекс "Ленэкспо" в Гавани. Организатор – Выставочное объединение "РЕСТЭК", т./ф.: +7 (812) 320-80-90; E-mail: metal@restec.ru.

14–15.04.2005

"Современные технологии, оборудование и сырье для производства огнеупоров в печных агрегатах черной и цветной металлургии" (Ежегодная Международная конференция огнеупорщиков и металлургов). г. Москва (Россия), пр. Вернадского, 84, Российская "Академия государственной службы при президенте РФ". По всем вопросам обращаться – ООО "ИНТЕРМЕТ ИНЖИНИРИНГ", т.: + 7 (095) 299-97-85, 755-90-91; ф.: +7 (095) 755-90-40; E-mail: info@imnet.ru.

16–20.05.2005

"Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов (ОТТОМ-6)" (6-я Международная научно-техническая конференция). г. Харьков (Украина), Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт". Контакты: т.: +38 (0572) 35-64-32, 35-63-23; т./ф.: +38 (0572) 35-25-45, 35-35-29; E-mail: vacuum_jrg@kipt.kharkov.ua.

17–18.05.2005

"ПРОГРЕССИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В МАШИНОСТРОЕНИИ (M05-2)" (7-й Международный научно-технический семинар в рамках XIII Международной выставки "Машиностроение / Металлургия 2005"). г. Запорожье (Украина). Организатор – Ассоциация Технологов Машиностроителей Украины, т./ф.: +38 (044) 430-85-00; E-mail: atmu@ism.kiev.ua.

17–20.05.2005

"Машиностроение. Металлургия – 2005" (XIII Международная специализированная выставка). г. Запорожье (Украина). Организатор – Запорожская торгово-промышленная палата, т./ф.: +38 (0612) 13-50-26, 13-51-67; E-mail: expo@cci.zp.ua.

21–24.06.2005

"Металлургия-Литмаш 2005" (Международная выставка машин, оборудования, технологий и продукции металлургической промышленности). г. Москва (Россия), Красная Пресня, ЗАО "Экспоцентр". По всем вопросам обращаться – ООО "Мессе Дюссельдорф Москва", т.: +7 (095) 256-73-95, 255-27-36, 205-00-00; ф.: +7 (095) 205-72-07; E-mail: GaluninaH@messed.ru.

24.06.2005

"Алюминий /Цветмет 2005" (Международная выставка по алюминию, цветным металлам, материалам, технологиям и продукции). г. Москва (Россия), Красная Пресня, ЗАО "Экспоцентр". По всем вопросам обращаться – ООО "Мессе Дюссельдорф Москва", т.: +7 (095) 256-73-95, 255-27-36, 205-00-00; ф.: +7 (095) 205-72-07; E-mail: GaluninaH@messed.ru.