

УДК 621.373.826:621.762.53

## Фрактальная размерность распределения пор при лазерном спекании порошка Ti

© 2004 И.В.Шишковский

Самарский филиал Физического института им. П. Н. Лебедева РАН  
E-mail: shiv@fian.smr.ru  
Поступила в редакцию 9 июня 2004 г.

На основе фрактального формализма изучены особенности лазерного спекания металлического порошка титана. Установлены корреляционные зависимости между фрактальной размерностью, массой или пористостью спеченных слоев и объемным энерговкладом лазерного излучения. Компьютерный анализ поверхности спеченных слоев свидетельствует о протекании процессов коалесценции пор и капель расплава (макροструктурный иерархический уровень) и слияния пор в каналы и зоны когерентного спекания (мезоуровень).

On the base of fractal formalism, peculiarities of laser sintering of titanium powder have been studied. Correlation dependencies between the fractal dimension, mass or porosity of sintered layers and laser power input are found. Computer analysis of the images shows that the two processes take place on sintered surfaces: the pores and melt drops coalescence (macrostructural hierarchical level) and the pores fusion in the channels and zones of coherent sintering (mesoscopic level).

### Введение

Рост числа публикаций по фракталам, как инструменту, способному с самых общих позиций охарактеризовать наблюдаемые структуры и/или процессы в материалах, свидетельствует о широких возможностях такого подхода. Предполагается, что количественные изменения параметра фрактальной размерности  $D$  служат основанием говорить о существенных качественных изменениях в свойствах материалов. В работе [1] при изучении кинетики лазерного спекания нами было показано, что в порошковых материалах при лазерном воздействии (ЛВ) наблюдаются два принципиально различных процесса: коагуляция капель расплава и упорядочение макроструктуры поверхности. При этом отмечалось, что протекание того или иного процесса определяется энергией межфазного взаимодействия на границе раздела “твердая фаза-расплав” и параметрами лазерного источника.

Очевидно, что образование и укрупнение капель могут трактоваться как перколяционный предел, то есть переход материала в состояние, когда связность отдельных частиц может быть описана на основе фрактального кластерообразования и сегрегации. При этом структурно чувствительные свойства (такие как размер пор или коагулированных капель расплава) определяют эволюцию перколяционного кластера. Образование новых фаз в процессе спекания также может приводить к изменению фрактальной размерности. Из-за различия периодов зародышеобразования при структурном твердофазном переходе и при кристаллизации из расплава величина  $D$  должна меняться скачкообразно [2]. С увеличением скорости зародышеобразования структура перколяционного кластера становится более компактной, а фрактальная размерность стремится к универсальной евклидовой [3], то есть фрактальная размерность характеризует степень шероховатости (глубоки) поверхности.

Можно утверждать, что результат лазерного спекания порошков и функциональные свойства синтезированных на их основе изделий зависят от распределения по размерам частиц и пор, образующих макроструктуру спеченной поверхности. Эволюцию макроструктуры (морфологии) поверхности в зависимости от режимов лазерной обработки можно проследить на основе анализа фрактальной размерности структуры. В данной работе представлена попытка использования такого анализа на основе фрактального формализма для изучения особенностей лазерного спекания металлического порошка титана.

### Материалы и методика эксперимента

В качестве объекта исследования был выбран порошок титана марки ПТОМ. Частицы порошка титана имели размер ~30-60 мкм, размер фракций контролировался ситовым анализом. Послойное спекание этого порошка позволяет создавать пористые объемные изделия, использующиеся в качестве имплантатов [4]. Характерный вид спеченных монослоев и объемного изделия на их основе представлен на рис. 1.

Лазерное спекание отдельных монослоев из порошка титана происходило на технологический установке Квант-60 (YAG:Nd<sup>3+</sup> лазер, работающий в непрерывном режиме) в среде аргона по схеме [1,4]. Мощность лазерного воздействия  $P$  изменялась от 13 до 21 Вт, скорость сканирования лазерного луча  $V=1-12$  см/с, диаметр пятна  $d_{\text{л}} \approx 50$  мкм. Сканирование лазерного луча осуществлялось по меандру.

Для оптической металлографии использовались микроскопы МБС-9 и Neophot 30. Обработка цифровых фотографий микроструктуры осуществ-

лялась с помощью промышленной системы анализа изображений SIAM 600 Demo. Исследовалась макроструктура поверхности, измерялась толщина спеченных монослоев  $d$ , а также производилось их взвешивание с точностью до 0,001 г.

### Результаты и обсуждение

На рис.2 представлены результаты прямых измерений толщины  $d$  и массы  $m$  спеченных монослоев порошка титана. Как видно, увеличение мощности лазерного излучения (то есть повышение энергозатрат в объем спекаемого порошка и/или уменьшение скорости сканирования лазерного излучения) приводит к росту толщины спекаемых слоев (рис.2а) и их массы (рис.2б). На основании этих измерений определяли плотность  $\rho$  и объемную пористость  $\theta$  спекаемых монослоев

$$\theta = 1 - \rho / \rho_m \quad (1)$$

где  $\rho_m = 4,5$  г/см<sup>3</sup> — плотность монолитного титана.

Для минимизации количества значимых параметров при оптимизации процесса лазерного спекания использовался параметр Эндрю  $A$  [5], представляющий собой поверхностную плотность энергии лазерного излучения, затрачиваемую на процесс синтеза, и позволяющий количественно охарактеризовать процесс синтеза:

$$A = \frac{PR}{RV\Delta}, \quad (2)$$

где  $R = d_{\text{л}}/2$  — радиус лазерного пятна;  $\Delta$  — расстояние между проходами лазерного луча (в данном случае  $\Delta = d_{\text{л}}$ ). Для описания процесса объемного лазерного спекания представляется разумным использовать модифицированный параметр Эндрю  $A' = A/d$ , то есть

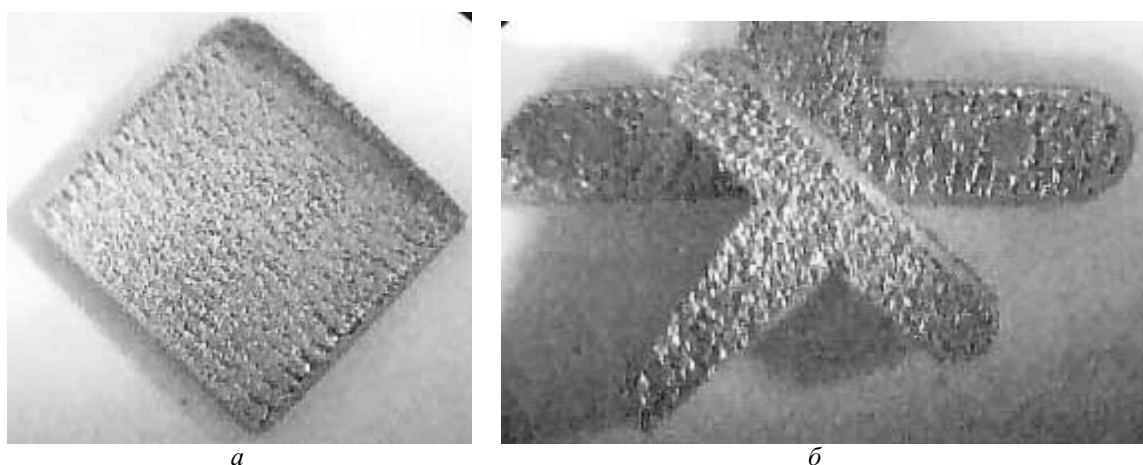


Рис.1. Внешний вид спеченного монослоя (а) и послойно синтезированного изделия — пластины для краниопластики (б).

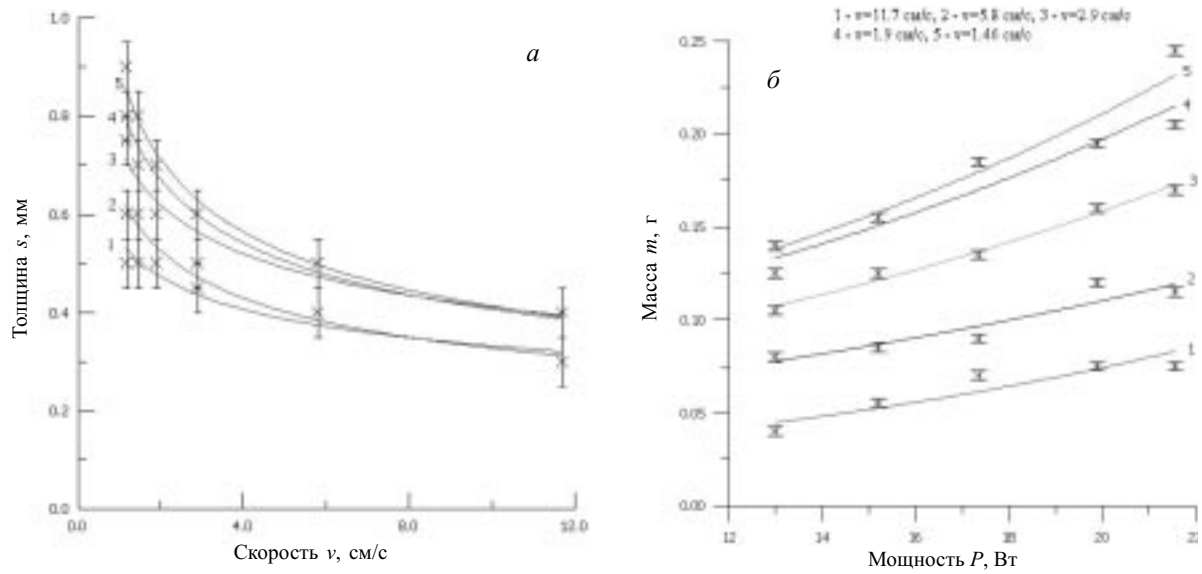


Рис.2. Зависимости толщины спеченного монослоя порошка  $T_i$  от скорости сканирования лазерного луча (а) и массы спеченного монослоя от мощности лазерного излучения (б).

не поверхностную, а объемную плотность энергии лазерного излучения.

Гранулометрический состав пор определялся с помощью программного пакета SIAM 600 Demo для цифровой обработки изображений по фотографиям спеченной поверхности, полученным на оптическом металлографическом микроскопе. Всего было обработано около 150 фотографий. В результате подсчетов для каждого режима лазерного спекания

определялись объемная доля пор  $V_p$ , средний  $R_{av}$ , минимальный  $R_{min}$  и максимальный  $R_{max}$  размеры пор, а также доля пор, лежащих в определенном диапазоне размеров (рис.3). Сопоставление этих данных с результатами измерений толщины и массы спеченных монослоев (рис.2) позволяет отметить корреляцию в изменении этих параметров. Как видно, при увеличении энерговклада от лазерного источника наблюдается общая тенденция к росту величин  $R_{av}$ ,

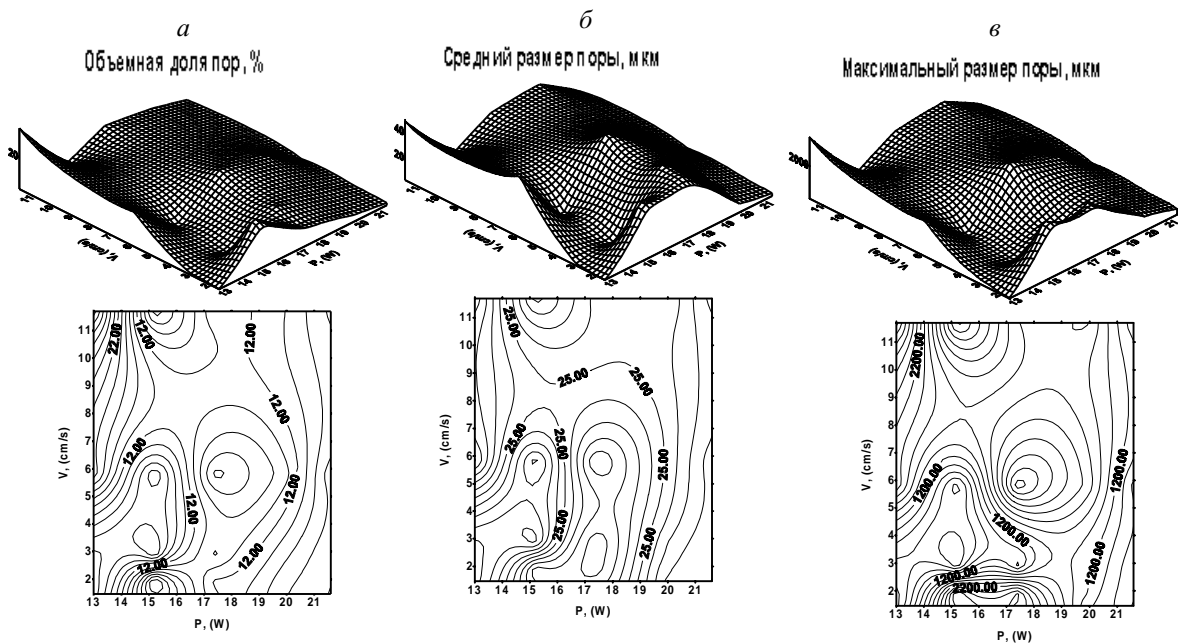


Рис.3. Зависимость объемной доли пор (а), среднего размера пор (б) и максимального размера пор (в) спеченной поверхности порошка  $T_i$  от мощности лазерного излучения и скорости сканирования лазерного луча.

$R_{\min}$ ,  $R_{\max}$ , так же как  $d$  и  $m$ , хотя наличие локальных максимумов при различных значениях  $P$  и  $V$  затрудняет анализ общей картины изменения микро- и макроструктуры спекаемой поверхности. Это делает оправданным привлечение фрактального формализма для анализа структуры спеченной поверхности.

Для расчета фрактальной размерности существует несколько подходов [2,3,6,10]. Следуя [6], определим фрактальную размерность  $D$  как

$$D = \ln(N) / \ln(M), \quad (3)$$

где  $N = m / (\rho_m r^3)$ ;  $M = (m / \rho r^3)^{1/3}$ ;  $N$  — число пор размером  $r$  ( $R_{av} \leq r \leq R_{max}$ );  $m$  — масса образца;  $M$  — скалярный фактор размерности,  $r$  — размер пор. Для простоты предполагалось, что поры и коагулированные капли расплава после лазерного воздействия, так же как и исходные порошки перед спеканием, имели сферическую форму. Поскольку при изменении условий лазерного спекания (мощность  $P$ , скорость сканирования  $V$ ) размеры пор и масса монослоев изменялись, то, очевидно, фрактальная размерность  $D$  также зависит от этих параметров или одного обобщенного параметра Эндрю ( $D = D(A)$ ).

На рис.4 представлены зависимости фрактальной размерности пор (кривая 1) и массы монослоев (кривая 2) от объемной плотности вводимой энергии  $A'$ . Кривая 3 соответствует зависимости фрактальной размерности  $D$  от объемной пористости  $\theta$ . Как видно, при увеличении  $A'$  масса и фрактальная размерность растут, в то время как увеличение пористости снижает

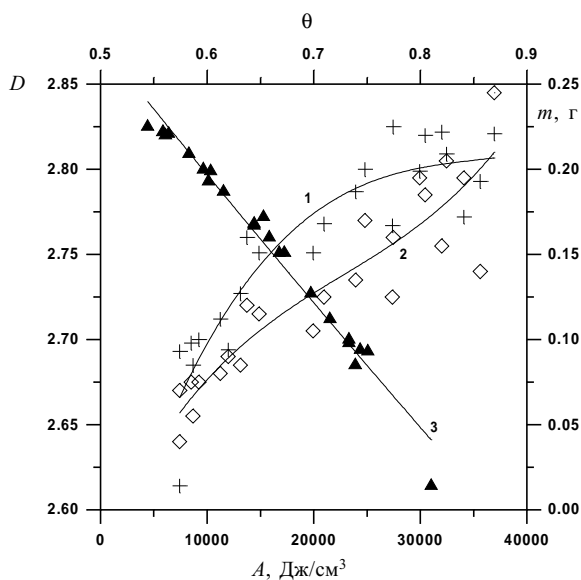


Рис.4. Зависимости фрактальной размерности  $D$  и массы  $m$  спеченной поверхности порошка Ti от объемного энергозклада  $A'$  лазерного излучения и пористости спеченного слоя  $\theta$ .

величину фрактальной размерности, что, по-видимому, отражает связь фрактальной размерности с упаковкой структуры поверхности.

Формула (3) определяет фрактальную размерность при фиксированном размере пор (представленные на рис. 4 расчеты  $D$  проводились при  $r = R_{av}$ ), что соответствует одномодальному фрактальному формализму. Однако если диапазон изменения  $r$  велик ( $R_{av} \leq r \leq R_{max}$ ), то имеет место многомодальное распределение пор, и, следовательно, можно ввести понятие о многомодальной фрактальной размерности  $D = D(r)$  [6,10]. Анализ изменения  $dD/dr$  позволяет судить о качественных изменениях макроструктуры спеченной поверхности. В принципе, анализ поведения  $D$  для каждой моды должен проводиться отдельно. На рис.5 представлен расчетный график зависимости  $D = f(A', r)$ , где изолиниями изображены равные значения фрактальной размерности. Отчетливо видна периодичность (волнообразность) изменения  $D$  в зависимости от величины объемного энергозклада  $A'$ .

Визуальный анализ спеченной поверхности (рис.1а) из-за многообразия форм и сложности рисунка не позволяет выделить характерные закономерности в изменении ее макроструктуры. В то же время результаты компьютерной обработки изображений (рис.4, 5) свидетельствуют о протекании как минимум двух процессов: во-первых, коалесценция пор и капель расплава, что в рамках рассмотренного фрактального формализма соответствует “макроструктурному иерархическому уровню”, и, во-вторых, топологическое превращение на мезоуровне, реализуемое в виде слияния пор в каналы и “зоны когерентного спекания” (в терминах, введенных в [7] для трехмерного численного описания эволюции порошковой среды при спекании и рекристаллизации). В этих зонах когерентного спекания (“волны” на рис.5) наблюдается выстраивания капель

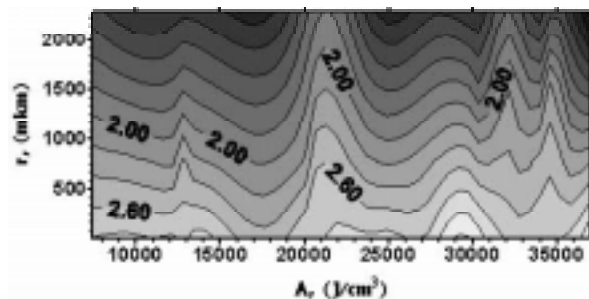


Рис.5. Контурный график зависимости многомодальной фрактальной размерности  $D$  спеченной поверхности порошка Ti от объемного энергозклада лазерного излучения  $A'$  и размера пор  $r$ .

расплава в ряды, параллельные проходам лазерного луча, которые можно представить как мезоэлементы (кластеры) макроструктуры поверхности. Таким образом, можно говорить не только о наследовании мезоструктуры как уникального распределения по размерам мезоэлементов, но и о стабильности их пространственного распределения.

Применение предложенной методики фрактального анализа для анализа пористых поверхностей позволяет классифицировать такие важные для практического применения свойства пористой поверхности и пористых изделий, как проницаемость [8], каталитическая и химическая активность [9] без использования трудоемких методов прямого анализа морфологии поверхности, таких как ртутная порометрия, гидродинамические испытания и т.п.

### Выводы

Установлена корреляция изменения величин фрактальной размерности  $D$ , массы  $m$  и пористости  $\theta$  спеченных слоев порошкового титана при увеличении объемного энерговыклада лазерного излучения  $A'$ . Предложенная методика фрактального анализа позволяет сводить все многообразие форм распределения пор к фиксированному набору морфотипов.

*Автор выражает признательность компании СИАМ (г. Екатеринбург), любезно предоставившей для тестирования программный пакет SIAM 600 Deto.*

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант №04-03-96500-р2004 Поволжье\_а и №04-03-97204-р2004 Наукоград\_а.*

### Литература

1. Гуреев Д.М., Петров А.Л., Камашев А.В., Шишковский И.В. О некоторых особенностях спекания металлических порошков непрерывным лазерным излучением. ФХОМ, 1998, №5, с.61-63.
2. Sinha I., Mandal R.K. Simulation studies on the nature of fractal dimensions of glass-ceramics at percolation threshold. J.Mater.Sci., 2003, v.38, p.3469-3472.
3. Provata A., Falaras P., Xagas A. Fractal features of titanium oxide surfaces. Chem.Phys.Lett., 1998, v.297, p.484-490.
4. Гуреев Д.М., Петров А.Л., Шишковский И.В. Способ изготовления медицинских имплантантов из биосовместимых материалов. Патент №2218242 зарегистрирован 10.12.2003. Заявка №99102751/02, дата приоритета 11.02.1999.
5. Williams J.D., Decard C.D. Advances in modelling the effects of selective parameters on the SLS process. Rapid Prototyping Journal, 1998, v.4, No.2, p.90-100.
6. Glass H.J., de With G. Fractal characteristics of the compaction and sintering of ferrites. Material Characterization, 2001, v.47, p.27-37.
7. Kamenin I., Kadushnikov R., Alievski V., Alievski D., Somina S. 3-Dimensional structure imitation model of evolution of microstructure of powder body during sintering. Textures and microstructures, 1998, v.1, p.1-13.
8. Петров А.Л., Снарев А.И., Шишковский И.В., Щербаков В.И. Лазерный синтез метал-полимерных фильтрующих элементов с заданными свойствами. Изв. РАН, сер. физическая, 2002, т.66, №9, с.1371-1373.
9. Петров А.Л., Саблукова И.В., Тарасова Е.Ю., Шишковский И.В. Влияние лазерного излучения на каталитические свойства систем на основе никеля. Изв. Самарского научного центра РАН, 2001, т.3, №1, с.24-26.
10. Mandelbrot B. B., Gefen Y., Aharony A., Peyriere J. Fractals, their transfer metrics and their eigendimensional. J.Phys.A., 1985., v.18, p.335-354.