

Структура и свойства динамически компактированных порошков меди и смеси меди с хромом

А. И. Толочин, А. В. Лаптев, Е. В. Хоменко, А. И. Хоменко

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН
Украины, Киев, e-mail: 29min@ipms.kiev.ua

Рассмотрены изменения структуры, электропроводности и механических свойств компактированных методом ударного динамического прессования порошка меди и смеси порошков меди с хромом состава $Cu-5\%$ (об.) Cr в вакууме в интервале температур $750-950$ °С. Показано, что динамическое горячее прессование создает условия для формирования качественной беспористой структуры, характерной для литых материалов. При данных условиях компактирования можно получить материалы, прочностные характеристики которых соизмеримы с прочностью промышленной меди, что позволяет использовать их в качестве электроконтактных материалов различного назначения.

Ключевые слова: *микроструктура, ударное динамическое прессование, медь, композиты на основе меди, прочностные характеристики.*

Введение

Материалы на основе меди являются наиболее широко используемыми в электротехнической промышленности. Применение метода ударного прессования позволяет существенно снизить температуру обработки заготовок, получить высокоплотное, практически беспористое состояние и сохранить высокую степень дисперсности микроструктуры [1]. Известно, что повышение прочности при сохранении высокой электропроводности порошковых материалов на основе меди достигается за счет введения в структуру материала упрочняющих частиц, отсутствие взаимодействия которых с медью обеспечивается применением методов твердофазного спекания. Перспективным направлением в области повышения свойств композитов является поиск способов, обеспечивающих сохранение мелкозернистой структуры материала в процессе термической обработки. Один из таких методов — динамическое компактирование порошков при повышенных температурах в защитных средах. Недостаточно изученным остается вопрос о возможной степени снижения температуры уплотнения порошка меди и ее смеси с другими металлами, при которой формируется качественная беспористая и мелкозернистая структура с высокой адгезией межзеренных границ.

В связи с этим в работе рассмотрены изменения структуры и свойств порошковой меди и смеси порошков состава $Cu-5\%$ (об.) Cr , компактированных методом динамического прессования в вакууме в интервале температур $750-950$ °С.

© А. И. Толочин, А. В. Лаптев, Е. В. Хоменко, А. И. Хоменко, 2016

Методика эксперимента

В работе использованы стандартные порошки электролитической меди марки ПМС-1 и восстановленного хрома марки ПХ1. Порошки меди и хрома смешивали в смесителе оригинальной конструкции в течение 1 ч для получения шихты состава Cu—6\% (об.) Cr . Однородность смеси определяли, периодически отбирая пробы из разных частей смесителя и проводя химический анализ.

Из приготовленных смесей прессовали образцы цилиндрической формы диаметром 26—27 мм и высотой 9—10 мм при давлении 100 МПа. Относительная плотность прессовок составляла 50—58% от расчетной компактного материала. Затем прессовки помещали в вакуумную камеру, нагревали до температур 750, 850, 950 и 1050 °С при сохранении вакуума на уровне 10^{-2} — 10^{-3} Па с последующей изотермической выдержкой в течение 20 мин и уплотняли посредством удара с расчетной кинетической энергией 8 кДж. В этом случае уплотнение спрессованной пористой заготовки происходит за счет кинетической энергии массивных подвижных частей экспериментальной установки, которая выполнена по схеме бесшаботного молота. Наряду с этим проведены аналогичные опыты по изучению уплотняемости прессовок из порошка меди без добавления хрома, а также свойств прессовок из смеси порошков после изотермической выдержки при 850 °С в течение 20 мин.

Плотность образцов измеряли методом гидростатического взвешивания, твердость — на приборе ПМТ-3 при нагрузке 200 г. Из заготовок были вырезаны образцы электроискровым методом в виде балочек (4x4x25 мм, база 20 мм) для измерения электросопротивления и механических свойств. Электросопротивление определяли по падению напряжения на образце длиной 25 мм на установке с использованием высокочувствительного вольтметра. За эталон принято электросопротивление образца электротехнической меди 1,70 мкОм.см.

Механические свойства образцов определяли в условиях статических нагрузок одноосного растяжения (при размерах базы 20 мм), сжатия (размеры образцов 4x3x8 мм).

Микроструктуру образцов и поверхности изломов после их разрушения изучали на оптическом микроскопе Neophot-2 и растровом электронном микроскопе Superprobe-733. Количественную оценку дисперсности микроструктуры исследуемых материалов проводили с помощью анализатора изображения АМИС. В качестве среднего размера зерен использовали значение среднего диаметра Фере, рассчитанное как среднеарифметическое всех размеров хорд, отсекаемых границами зерен, при их проведении во всем диапазоне направлений от 0 до 180 град с шагом 2 град [2].

Результаты экспериментов и их обсуждение

По данным микроструктурного анализа, частицы порошка меди имеют разветвленную дендритную форму (рис. 1, *a*) и средний размер 30—35 мкм, порошок хрома состоит из частиц, средний размер которых составляет 20—25 мкм.

Динамическое прессование порошка меди и ее смеси с хромом способствует получению высокоплотных образцов (0,98% от теоретической)

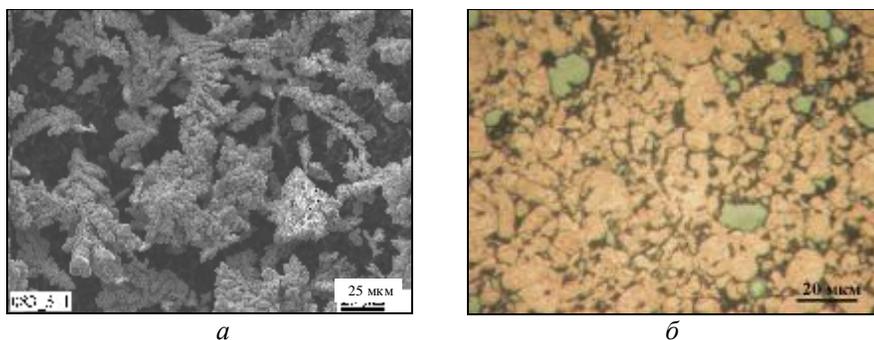


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение частиц порошка электролитической меди (а) и структуры прессовки из смеси меди с хромом после изотермической выдержки при 850 °С в течение 20 мин в вакууме (б).

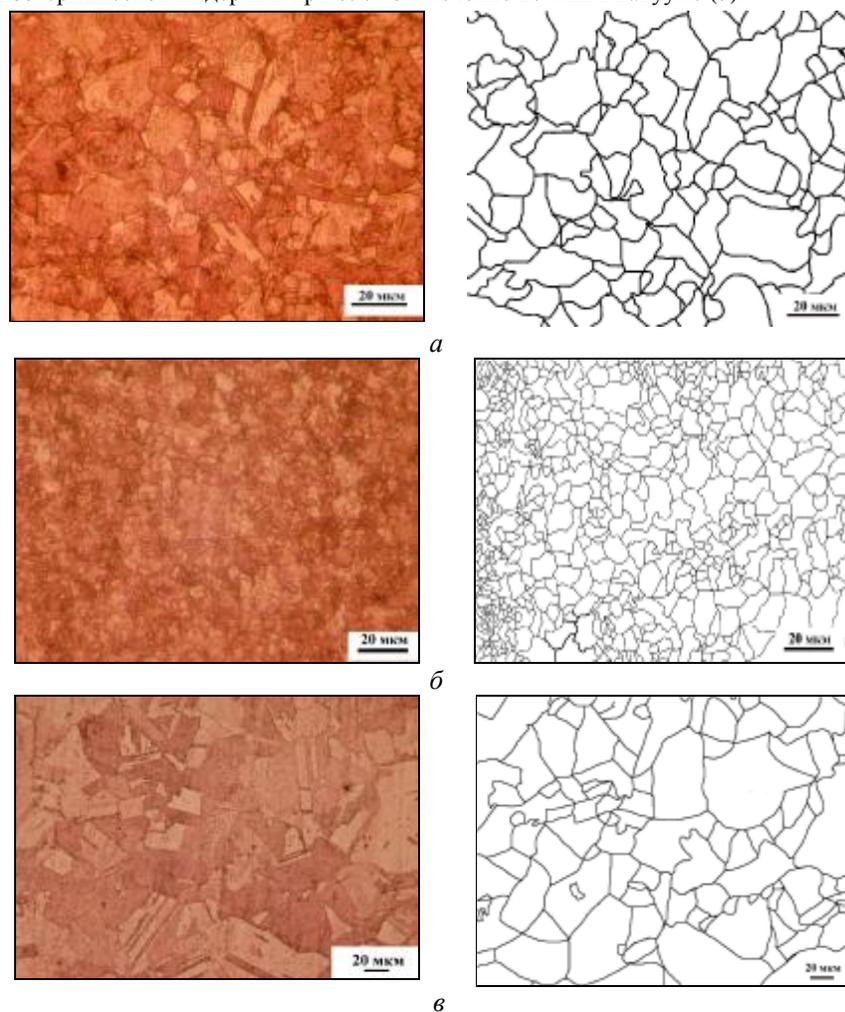


Рис. 2. Оптическое изображение микроструктуры образцов, полученных динамическим прессованием порошка меди при 750 (а), 850 (б) и 950 °С (в), (слева) и результаты его обработки анализатором АМИС (справа).

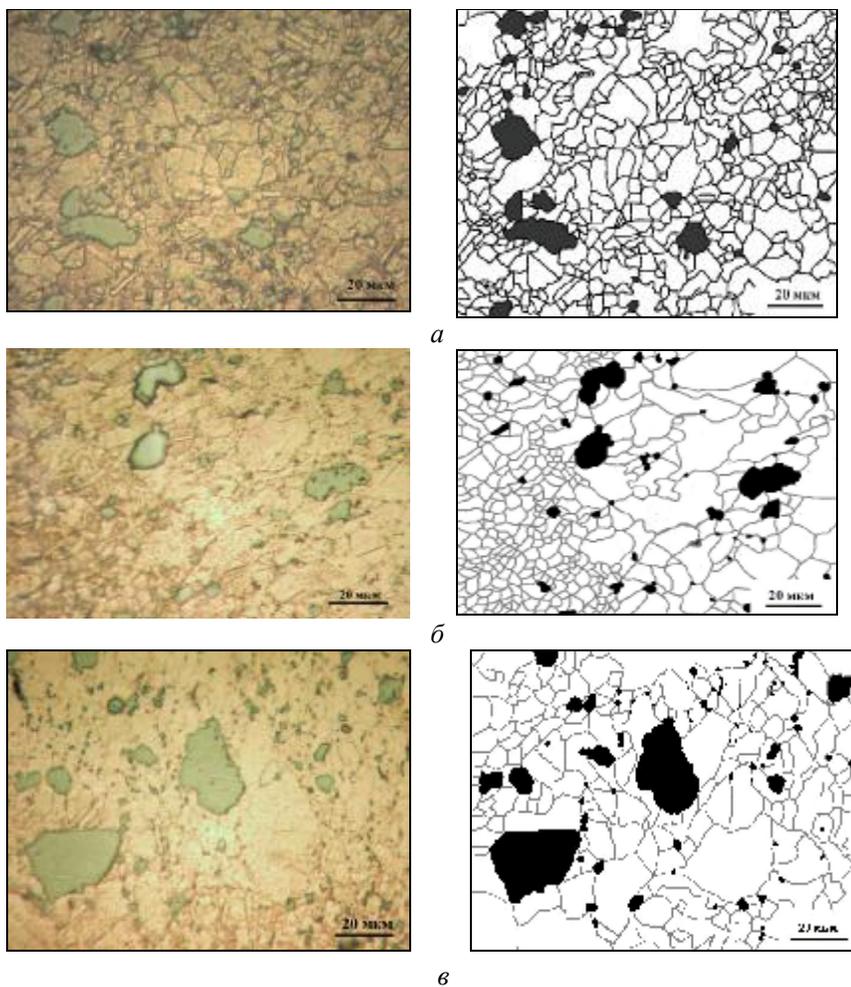


Рис. 3. Оптическое изображение микроstructures образцов, полученных динамическим прессованием смеси порошков меди с хромом при 750 (а), 850 (б) и 950 °С (в), (слева) и результаты его обработки анализатором АМИС (справа).

уже при температуре 750 °С и практически беспорядочного состояния при дальнейшем повышении температуры. Прессовки из смеси порошков меди с хромом, выдержанные при температуре 850 °С в аналогичных условиях в течение 20 мин без последующего динамического прессования, характеризуются пониженной плотностью — 0,88—0,89% от теоретической. Микроstructure этих образцов, полученных в условиях "свободного" спекания, наследует пористую structure исходной прессовки из смеси порошков, подвергшейся некоторой деформации в процессе формования.

Анализ микроstructure образцов после динамического прессования подтвердил формирование в этих условиях новой зеренной structure, которая лишена признаков structure порошкового конгломерата и характерна для высокоплотного состояния литого металла (рис. 2, 3).

Известно, что в процессе термомеханической обработки литой меди в интервале температур выше температуры рекристаллизации имеют

место сложные структурные изменения, обусловленные стремлением системы к минимуму свободной энергии. Как правило, они приводят к возникновению двух основных явлений: текстурированию и измельчению зерен вследствие их пластической деформации и одновременно с этим к укрупнению зерен и их дезориентации в результате собирательной рекристаллизации.

В дисперсных системах, к которым относятся порошковые объекты, всегда имеется значительный запас свободной энергии, обусловленный огромным числом межчастичных поверхностей, что является основной движущей силой их сокращения в благоприятных для этого условиях. Однако наличие такого рода поверхностей в материале затрудняет формирование межчастичных и межзеренных границ с высокой адгезией. В связи с этим интересным представляется немонотонная зависимость изменения дисперсности структуры от температуры динамического прессования и тормозящее влияние частиц хрома на процессы рекристаллизации меди (табл. 1).

Материалы на основе меди наиболее широкое применение нашли в электротехнической промышленности, поэтому их свойства проводимости изучаются в первую очередь.

Изменение удельного электросопротивления ρ в зависимости от температуры прессования для образцов порошка меди и ее смеси с хромом имеет различный характер (табл. 1). Уменьшение электросопротивления медных образцов с ростом температуры, вероятно, обусловлено перераспределением примесей в процессе формирования новых границ зерен и укрупнением их размеров, о чем свидетельствуют существенные изменения микроструктуры в образцах (рис. 2).

Общеизвестно, что наклеп металла приводит к увеличению его электросопротивления, которое для литой меди составляет, как правило, 1—3% в зависимости от степени деформации. Измерение удельного электросопротивления промышленной (листовой) меди показало значение 1,76—1,78 мОм·см. Таким образом, можно заключить, что порошковая медь, уплотненная ударным прессованием, характеризуется приемлемыми значениями электропроводности, не отличающимися от стандартных значений для деформированной меди более чем на 3%.

Рост электропроводности с повышением температуры прессования, свойственный для образцов из смеси меди с хромом, указывает на более сложный характер протекания процессов деформации и рекристаллизации в меди в присутствии частиц второй фазы при динамическом прессовании.

Т а б л и ц а 1. Зависимость среднего размера зерен (среднего диаметра Фере) и удельного электросопротивления образцов компактированной меди и смеси ее с хромом от температуры прессования

$T, ^\circ\text{C}$	Средний диаметр Фере, мкм		ρ , мкОм·см	
	Cu	Cu—5% (об.) Cr	Cu	Cu—5% (об.) Cr
750	13	6	1,836	2,35
850	6	6	1,822	3,18
950	27	10	1,810	3,37

Интересно отметить изменения дисперсности структуры по объему образцов, что в большей степени присуще для компактированной смеси порошков (см. рис. 2) и, вероятно, обусловлено волнообразным характером распространения рекристаллизационных процессов при динамическом прессовании.

Удельное электросопротивление прессовок из смеси порошков после изотермической выдержки при 850 °С без последующего динамического прессования составляет 7,82 мкОм·см, что значительно выше значений, полученных для образцов после динамического прессования (табл. 1). Известно, что существенное влияние на проводимость порошковых материалов оказывают примеси на межчастичных поверхностях, которые, как правило, повышают электросопротивление. Очевидно, что непродолжительная выдержка прессовок при температурах, больших температуры рекристаллизации, тем не менее не приводит к формированию качественных границ с низким контактным сопротивлением.

Наличие второй фазы — хрома в структуре образцов закономерно приводит к увеличению их удельного электросопротивления. Однако значение этой характеристики, в отличие от чистой меди, постоянно растет с повышением температуры и достигает 43% от первичного значения при прессовании при 950 °С.

Относительно малое объемное содержание хрома в образцах позволяет оценить проводимость компактированной смеси порошков при использовании теории эффективных полевых свойств гетерофазных систем по формулам [3]

$$\lambda_{\text{эф}}^{1/3} = \sum_i \lambda_i^{1/3} \theta_i; \quad (1)$$

$$\lambda_{\text{эф}2} = \lambda_o + \frac{3(\lambda_1 - \lambda_o)}{\lambda_1 + 2\lambda_o} \theta_1. \quad (2)$$

Расчетные значения эффективной удельной электропроводности образцов из смеси порошков с учетом изменения электропроводности меди в зависимости от температуры динамического прессования лежат в интервале 1,93—1,97 мОм·см. Экспериментально полученные значения удельного электросопротивления образцов компактированной смеси выходят за рамки оценочных величин на 20—70% с увеличением расхождения между расчетными и опытными данными при повышении температуры динамического прессования.

Результаты измерения прочностных характеристик медных образцов (табл. 2) показали, что динамическое прессование при температурах 750 и 850 °С обеспечивает прочность материала на уровне прочности литой меди (220—245 МПа), прошедшей традиционную 2-ступенчатую термомеханическую обработку (прокат и отжиг) [4]. Но при этом образцы характеризуются меньшей пластичностью по сравнению с деформированной и отожженной медью, для которой относительное удлинение до разрушения составляет 30—35%. Повышение температуры прессования приводит к существенному увеличению предела текучести (на 83%) при некотором снижении прочности (на 39%) и пластичности (на 14%).

Необходимо отметить, что прочностные свойства образцов сохраняются достаточно высокими даже при температурах прессования, близких

Т а б л и ц а 2. Механические свойства образцов компактированной меди в зависимости от температуры ударного прессования

Температура прессования, °С	Предел текучести при растяжении $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности при растяжении σ_b , МПа	Относительное удлинение после разрыва δ , %
750	156	313	27
850	155	303	27,6
950	285	191	23,0

Т а б л и ц а 4. Механические свойства образцов компактированной смеси меди с хромом в зависимости от температуры ударного прессования

Температура прессования, °С	Условный предел текучести при растяжении $\sigma_{0,2}$, МПа	Условный предел прочности при растяжении σ_b , МПа	Относительное удлинение после разрыва δ , %
750	192	232	1,5
850	166	265	11,6
950	163	272	15

к температурам плавления меди, что не является типичным для этого металла. Для получения данного уровня пластичности для литой меди, подвергнутой традиционной схеме деформации и обладающей низкой пластичностью ($\delta = 4—5\%$), необходим дополнительный отжиг в интервале температур 200—400 °С, который приводит к увеличению пластичности до 40—45% и одновременно к снижению прочности до $\sigma_b = 220—190$ МПа [4].

Введение в медную матрицу частиц хрома способствует расширению области упругих деформаций, вследствие чего увеличивается предел текучести при существенном понижении пластичности (табл. 4). В отличие от медных образцов, прочность которых снижается с ростом температуры прессования с 750 до 950 °С, прочность образцов из компактированной смеси меди с хромом увеличивается на 42% на фоне постоянного увеличения пластичности.

Выводы

При ударном динамическом компактировании порошка меди и смеси порошков меди с хромом состава Cu—5% (об.) Cr в вакууме в интервале температур 750—950 °С создаются условия для формирования за тысячные доли секунды качественной беспористой структуры, характерной для литого материала. При данных условиях компактирования можно получить материалы, прочностные характеристики которых соизмеримы с прочностью промышленной меди, что позволяет использовать их в качестве электроконтактных материалов различного назначения.

1. Францевич И. Н. Металлокерамические материалы в электротехнике // Современные проблемы порошковой металлургии / Под ред. И. М. Федорченко. — К. : Наук. думка, 1970. — С. 190—205.
2. Хоменко А. И. Программа автоматизации микроструктурного анализа материалов / А. И. Хоменко, Е. В. Хоменко // Порошковая металлургия. — 2007. — № 3/4. — С. 122—127.
3. Скороход В. В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических процессах // Там же. — 1995. — № 1/2. — С. 48—63.
4. Смирягин А. П. Промышленные цветные металлы и сплавы / А. П. Смирягин, Н. А. Смирягина, А. В. Белова. — М. : Металлургия, 1974. — 488 с.

Структура та властивості динамічно компактованих порошків міді та суміші міді з хромом

A. I. Tolochyn, A. V. Laptev, O. V. Khomenko, O. I. Khomenko

Розглянуто зміни структури, електропровідності і механічних властивостей порошку міді і суміші порошків міді з хромом складу Cu—5% (об.) Cr, компактованих методом ударного динамічного пресування в вакуумі в інтервалі температур 750—950 °С. Встановлено, що динамічне гаряче пресування створює умови для формування якісної безпористої структури, яка характерна для литих матеріалів. У цих умовах можна отримати матеріали, міцність яких близька до механічних властивостей зміцненої міді, що дозволяє використовувати їх в якості електроконтактних матеріалів різного призначення.

Ключові слова: микроструктура, ударне динамічне пресування, мідь, композити на основі міді, механічні характеристики.

Structure and properties of dynamically compacted powder of copper and mixture of copper-chromium

A. I. Tolochyn, A. V. Laptev, E. V. Khomenko, A. I. Khomenko

Changes in the structure, electrical conductivity and mechanical properties of compacted by impact compaction dynamic mixture of copper powder and copper powder with chromium Cu—5 composition (% (vol.)) Cr in vacuum in the temperature range 750—950 °C discussed. It was found that the dynamic hot-pressing creates the conditions for the formation of high-quality non-porous structure that is characteristic of the cast materials. In these conditions it is possible to obtain materials that are close to the mechanical properties of hardened copper, they can be used as electric contact material for various purposes.

Keywords: microstructure, dynamic impact extrusion, copper, copper-based composites, the strength characteristics.