



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-49-54>  
УДК 621.79

Поступила 20.09.2021  
Received 20.09.2021

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ ЗАГОТОВОК ИЗ МЕДНЫХ ПОРОШКОВ ДЛЯ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

С. А. КОТОВ, Р. А. ПАРШИКОВ, С. В. ГАНИН, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, г. Санкт-Петербург, Россия, ул. Политехническая, 29. E-mail: [plast-ftim@mail.ru](mailto:plast-ftim@mail.ru)

Порошковые материалы на основе меди нашли свое применение во многих отраслях промышленности. Это и классическая порошковая металлургия, автомобилестроение и авиация, микроэлектроника, приборостроение, а также нанотехнологии. В данной работе рассмотрены процессы формования и спекания медных порошков, полученных различными методами. Основная часть исследований проведена на порошках марки ПМС-1, полученных электролизом. Были отпрессованы четыре партии образцов (по 18 шт. в каждой) при различных давлениях. По результатам проведенных исследований был предложен режим формования, который должен обеспечивать плотность заготовок не ниже 70% от плотности компактного материала. Для поиска наиболее простых и рациональных режимов спекания заготовок процесс осуществляли на воздухе и в диссоциированном аммиаке. Были рассчитаны параметры образцов после каждой технологической операции, а также рассчитана объемная усадка образцов в зависимости от исходной плотности. Проведены испытания на осадку. Испытания на осадку проводили до максимального давления 400 МПа. Несмотря на то что степень высотной деформации составила 37–40%, ни один из образцов в ходе испытаний не разрушился и видимых трещин замечено не было. На основании предварительных экспериментов рассчитаны массы и режимы формования заготовок прямоугольной формы, которые применяли для равноканального углового прессования. Равноканальное угловое прессование проводили для двух партий образцов, полученных с использованием разных режимов спекания. При прессовании первой партии образцов отсутствие необходимого уровня противодействия привело либо к полному, либо к существенному нарушению целостности материала. Перед прессованием образцов второй партии в канал предварительно помещали медный образец для создания естественного противодействия. Была показана принципиальная возможность осуществлять процесс равноканального углового прессования пористых спеченных заготовок без нарушения целостности материала.

**Ключевые слова.** Медный порошок, формование, спекание, равноканальное угловое прессование.

**Для цитирования.** Котов, С. А. Исследование процессов формования и спекания заготовок из медных порошков для равноканального углового прессования / С. А. Котов, Р. А. Паршиков, С. В. Ганин // *Литье и металлургия*. 2022. № 1. С. 49–54. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-49-54>.

## RESEARCH OF FORMING AND SINTERING PROCESSES OF COPPER POWDER BLANKS FOR EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

S. A. KOTOV, R. A. PARSHIKOV, S. V. GANIN, Peter the Great Saint Petersburg Polytechnic University, Saint Petersburg, Russia, 29, Polytechnicheskaya str. E-mail: [plast-ftim@mail.ru](mailto:plast-ftim@mail.ru)

Copper-based powder materials have found their application in many industries. These include classical powder metallurgy, automotive and aviation industries, microelectronics, instrument engineering, and nanotechnology. In this paper, the processes of forming and sintering copper powders obtained by various methods are considered. The main part of the research was carried out on powders of the PMS-1 brand obtained by electrolysis. Four batches of samples (18 pieces each) were pressed at different pressures. Based on the results of the research, a molding mode was proposed, which should ensure the density of blanks not less than 70% of the density of compact material. To find the simplest and most rational modes of sintering blanks, the process was carried out in air and in dissociated ammonia. The parameters of the samples were calculated after each technological operation, and the volume shrinkage of the samples was calculated depending on the initial density. Draft tests were carried out. Sediment tests were performed up to a maximum pressure of 400 MPa. Despite the fact that the degree of high-altitude deformation was 37–40%, none of the samples collapsed during the tests, and no visible cracks were observed. Based on preliminary experiments, the masses and forming modes of rectangular blanks that were used for equal channel angular pressing were calculated. Equal channel angular pressing was performed for two samples parties obtained using different sintering modes. When pressing the first samples party, the lack of the required level of back pressure led to either a complete or significant violation of the material integrity. Before pressing the samples of the second party, a copper sample was previously placed into the channel to create a natural backpressure. It was also possible in principle to carry out the process of equal channel angular pressing of porous sintered workpieces without violating the integrity of the material.

**Keywords.** Copper powder forming, sintering, equal channel angle pressing.

**For citation.** Kotov S. A., Parshikov R. A., Ganin S. V. Research of forming and sintering processes of copper powder blanks for equal channel angular pressing. *Foundry production and metallurgy*, 2022, no. 1, pp. 49–54. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-49-54>.

## Введение

На сегодняшний день порошковые материалы на основе меди нашли свое применение во многих отраслях промышленности. Это и классическая порошковая металлургия, автомобилестроение и авиация, микроэлектроника, приборостроение, а также нанотехнологии [1]. Такой широкий спектр применения обусловлен тем, что производимый современной промышленностью медный порошок в большинстве случаев не токсичен, не радиоактивен, не взрывоопасен и даже не пожароопасен. Чистый медный порошок нашел свое применение в электротехнической и электронной промышленности благодаря высокой электро- и теплопроводности. Латунь, бронзы и другие медные сплавы, полученные методами порошковой металлургии, имеют физические и механические свойства, сравнимые со своими литыми или коваными аналогами. Композиты на основе меди используются в различных конструкционных деталях специального назначения, антифрикционных и фрикционных материалах [2–5]. Так, например, композит углерод-медь используется в качестве электрических контактных устройств, таких, как угольные щетки и токоприемники для железнодорожных систем сбора электроэнергии [5].

Целью данной работы является исследование процессов формования и спекания медных порошков для использования их в качестве заготовок при получении высокоплотного материала с ультрамелкодисперсной структурой методом равноканального углового прессования.

## Экспериментальные исследования

### Исследуемые материалы

В качестве исследуемых материалов были выбраны медные порошки марок ПМС-1 и ПМП-1, полученные соответственно электролизом и распылением. Как известно, способ производства определяет исходные свойства порошков, в частности, гранулометрический состав и форму частиц. На рис. 1 представлен гранулометрический состав используемых порошков. Основная фракция порошка ПМС-1 – меньше 100 мкм, форма частиц – дендритная. Порошок ПМП-1 имел размеры 63–50 и 400–315 мкм, форма частиц – сферическая. Следует отметить, что данные порошки также имели различные насыпные плотности (1,8 г/см<sup>3</sup> для ПМС-1 и 5,1 г/см<sup>3</sup> для ПМП-1) и отличались текучестью.

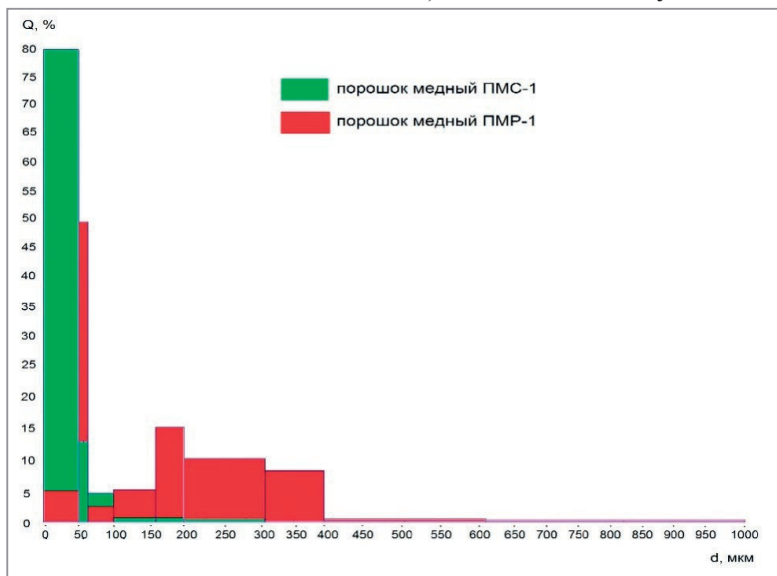


Рис. 1. Гранулометрический состав исходных порошков

### Формование

Уплотняемость порошков определяли в пресс-форме диаметром 16,9 мм. Был проведен ряд экспериментов без извлечения образцов из пресс-формы, в которых менялось давление и фиксировалась соответствующая высота слоя порошка. Диапазон давлений составлял 35–470 МПа. Зависимости плотности прессовок от приложенного давления показаны на рис. 2.

Несмотря на большую насыпную плотность, при извлечении конечной прессовки (давление прессования 470 МПа) из порошка ПМП-1 она рассыпалась. Это связано со сферической формой частиц, которую имел порошок, что неблагоприятно сказалось на процессе формования. В свою очередь, прессовка из ПМС-1 сформовалась и обладала определенной механической прочностью уже при давлениях выше 100 МПа.

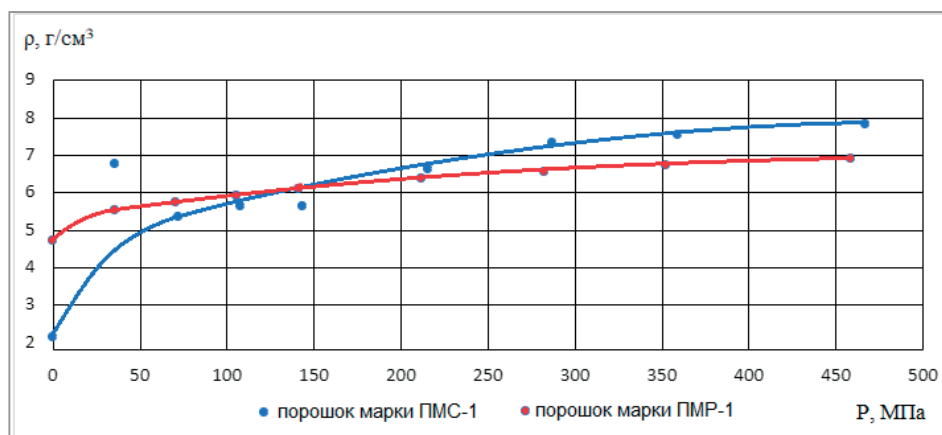


Рис. 2. Зависимость плотности прессовок от давления прессования порошков ПМП-1 и ПМС-1

По результатам проведенных экспериментов по формованию было принято решение в дальнейшем не использовать порошок марки ПМП-1. Однако перспективным для этого материала является спекание свободно засыпанного порошка в инертной или восстановительной атмосфере, что позволяет получать высокопористые изделия и применять их, например, в качестве фильтров. Дальнейшие исследования проводили на порошке ПМС-1. На втором этапе работ по формованию были отпрессованы четыре партии образцов (по 18 шт. в каждой) при различных давлениях.

### Спекание

Для повышения плотности и механических свойств полученные образцы подвергали спеканию. Обычно при спекании металлических порошков требуется защитная атмосфера: восстановительная или нейтральная. В качестве восстановительной атмосферы используются водород, эндогаз, экзогаз, генераторный газ, конвертированный природный газ. Все эти газы пожаро- и взрывоопасны. Их применение усложняет и, как следствие, удорожает технологию, поэтому представляется актуальным упростить процесс и, помимо защитной атмосферы, рассмотреть возможность организации процесса спекания на воздухе.

Для нагрева и охлаждения порошковых заготовок могут быть применены различные схемы. На основании анализа результатов предварительных экспериментов были выбраны следующие режимы спекания: спекание на воздухе, охлаждение в воде; спекание в диссоциированном аммиаке, охлаждение в печи; спекание и охлаждение на воздухе; спекание на воздухе, охлаждение в печи. Каждому режиму соответствовал порядковый номер партии.

После проведения процесса спекания по четырем выбранным режимам были определены плотности всех прессовок и построены зависимости плотности заготовок, входящих в соответствующую партию, от исходного давления прессования (рис. 3). Из рисунка видно, что все зависимости в случае спекания прессовок на воздухе довольно близки по своим значениям (партии 1, 3, 4). Как следствие, при расчете

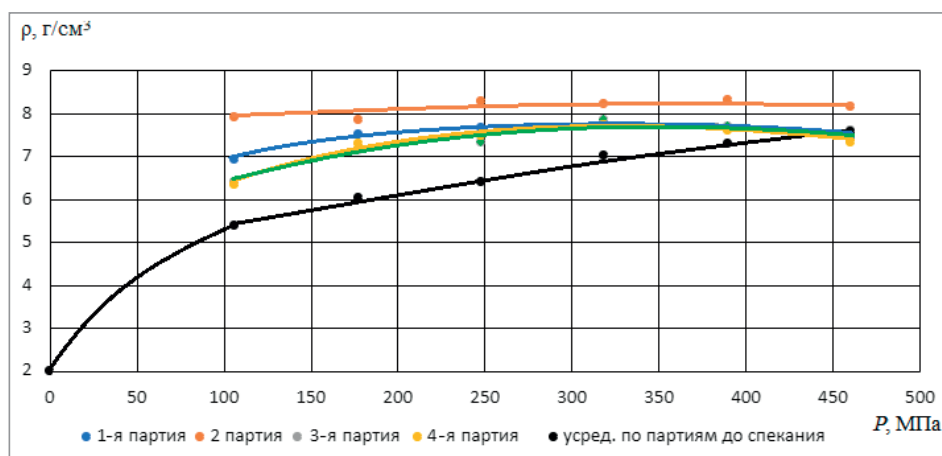


Рис. 3. Зависимость плотности заготовок от исходного давления прессования после спекания по различным режимам и усредненная кривая до спекания

усадки образцов, входящих в эти партии, были получены также близкие значения. В ходе эксперимента было отмечено, что из всех режимов, где процесс спекания проводили на воздухе, наименьшему окислению подверглись те образцы, охлаждение которых происходило в воде. По этой причине такая схема спекания на воздухе является наиболее предпочтительной.

При спекании в диссоциированном аммиаке (партия 2) плотности спеченных образцов и соответственно усадка выше по сравнению с остальными режимами спекания, что также является неоспоримым преимуществом данной схемы. В качестве сравнения на рис. 4 приведены значения объемной усадки образцов в зависимости от исходной плотности, рассчитанные для двух наиболее эффективных режимов спекания.

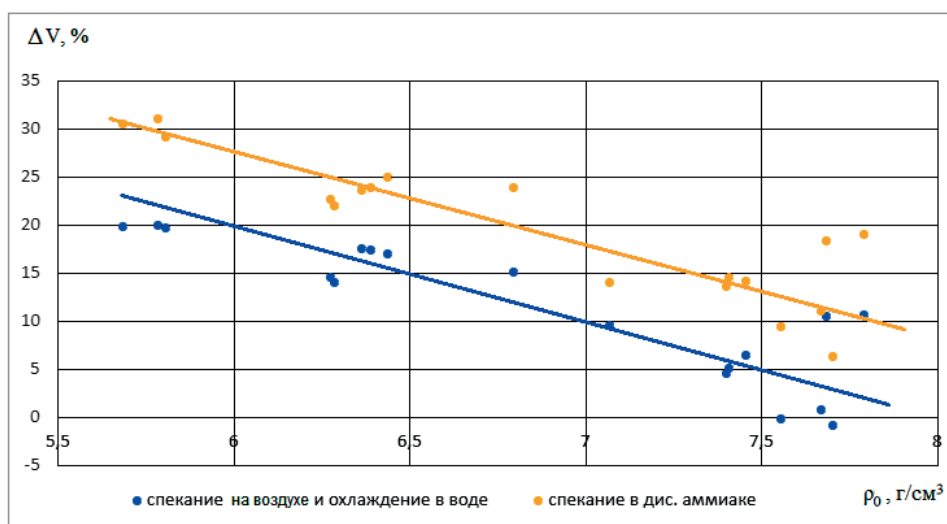


Рис. 4. Зависимость объемной усадки после спекания по различным режимам от исходной плотности прессования

### Испытания на осадку

В работе было проведено исследование образцов на осадку. Полученные образцы высотой 18 и 26 мм спекались при 850 °С в течение 1 ч. Охлаждение происходило в воде. После спекания форма образцов изменилась с цилиндрической на форму усеченного конуса. Также уменьшились их высота и масса. Небольшая потеря массы объясняется образованием окалины.

Испытание на осадку проводили до максимального давления 400 МПа. По завершении испытания были измерены все геометрические параметры образцов. Несмотря на то что степень высотной деформации составила 37–40%, ни один из образцов в ходе испытания не разрушился и видимых трещин замечено не было (рис. 5). Тем не менее, в случае более высокого образца наблюдалась потеря формоустойчивости (рис. 5, б).

Первый образец после прессования имел размеры:  $d=17$  мм,  $h=18,2$  мм.

После спекания:  $d=16,2-16,9$  мм;  $h=17,6$  мм.

После осадки:  $d=18,2-20,0$  мм;  $h=11,5$  мм.

Второй образец после прессования имел размеры:  $d=17$  мм,  $h=25,8$  мм.

После спекания:  $d=16,2-16,9$  мм;  $h=24,7$  мм.

После осадки:  $d=18,5-20,0$  мм;  $h=15,5$  мм.



а



б

Рис. 5. Вид образцов после испытания на осадку: а – низкий; б – высокий

### Равноканальное угловое прессование

После проведения экспериментов по спеканию образцов в различных условиях были проведены расчеты массы порошка для получения заготовок площадью  $20 \times 100$  мм и высотой 20 мм, которые в дальнейшем использовали для равноканального углового прессования. Были взяты навески массой 270–300 г. После прессования образцы имели пористость 24–28%. Спекание проводили при  $850^\circ\text{C}$  в течение 1 ч с дальнейшим охлаждением в воде. После проведения всех измерений рассчитывали пористость и плотность в нескольких местах образца, также была рассчитана объемная усадка. Пористость образцов после спекания составила 18%. Отмечено, что с учетом усадки масса навески должна составлять 300 г.

Вторую партию образцов спекали в атмосфере диссоциированного аммиака. Режимы спекания были следующие: в зоне предварительного нагрева –  $160^\circ\text{C}$ , выдержка – 8 ч; в зоне спекания –  $950^\circ\text{C}$ , 5 ч; в зоне охлаждения – 12 ч. Пористость прессовок в среднем составила 28%, а после спекания – 13%.

Из литературы известно, что равноканальное угловое прессование для порошковых и пористых материалов проводится либо с использованием контейнеров [6], либо в специальной оснастке с противодавлением [7]. Однако в нашем случае при проведении процесса равноканального углового прессования не предполагалось создания дополнительного противодавления в канале или использование какого-либо контейнера, поэтому необходимо было оценить степень поврежденности спеченных образцов после такой обработки. В качестве оснастки использовали разборную матрицу с размерами канала  $20 \times 20$  мм. Канал матрицы имел угол пересечения входной и выходной частей  $\Phi=105^\circ$  [8].

Эксперимент проводили по следующей схеме. Образцы каждой партии последовательно продавливали друг за другом в один проход. Перед началом деформирования второй партии оснастку полностью разбирали и все образцы первой партии извлекали из канала. Внешний вид образцов каждой партии после равноканального углового прессования представлен на рис. 6.

Как видно из рис. 6, *а*, при прессовании первой партии произошло полное разрушение головного образца. Два последующих образца имели области с многочисленными трещинами, преимущественно со стороны внутреннего радиуса сопряжения каналов. Очевидно, что на полное разрушение первого образца повлияло отсутствие противодавления в канале [8]. Учитывая это обстоятельство, перед прессованием образцов второй партии в канал предварительно помещали медный образец для создания естественного противодавления. В результате на поверхности отпрессованных образцов никаких трещин обнаружено не было (рис. 6, *б*).

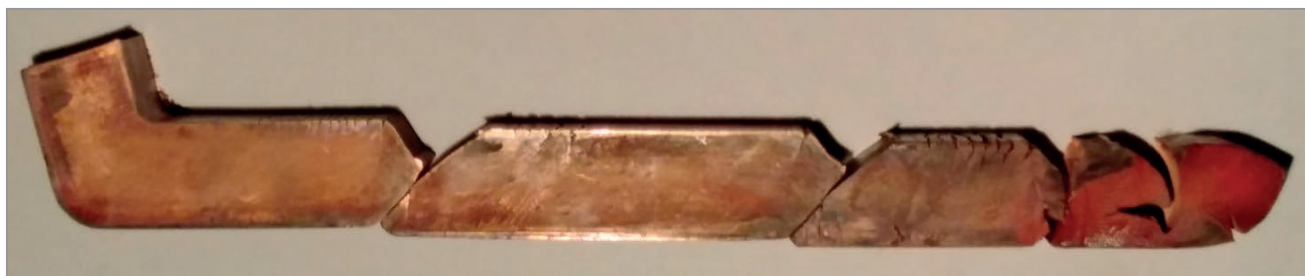
*а**б*

Рис. 6. Внешний вид медных спеченных образцов после равноканального углового прессования: *а* – первая партия; *б* – вторая партия.

### Выводы

В результате проведенных исследований был предложен режим формования, который должен обеспечивать плотность заготовок не ниже 70% от плотности компактного материала. Спекание наиболее рационально проводить в диссоциированном аммиаке. Тем не менее, следует провести дополнительные

эксперименты по спеканию на воздухе и оценить влияние режимов спекания на физико-механические свойства заготовок. При проведении равноканального углового прессования спеченных образцов отсутствие необходимого уровня противодействия привело либо к полному, либо к существенному нарушению целостности материала. Однако не стоит связывать причины возникновения трещин на поверхности образцов только с напряженно-деформированным состоянием материала при равноканальном угловом прессовании. Очевидно, что и вся технологическая цепочка, используемая при подготовке спеченных образцов, влияет на их поведение в канале. Поэтому необходимо провести дополнительный комплекс исследований, который позволит определить все факторы, ответственные за сохранение целостности спеченного материала в процессе равноканального углового прессования.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. **Ковтун, Г.П.** Наноматериалы: технологии и материаловедение / Г.П. Ковтун, А.А. Веревкин. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2010. 73 с.
2. **Dunkely, J.** Market overview, EPRI center of materials production, USA, Industry segment profile-SIC 33991, 2002.
3. **Рябичева, Л.А.** Новые порошковые материалы: структура и свойства / Л.А. Рябичева // Ресурсосберегающие технологии производства и обработки давлением материалов в машиностроении. 2011. № 1(12). С. 3–12.
4. **Рябичева, Л.А.** Структура и свойства композиционного материала медь – феррохром / Л.А. Рябичева и др. // Ресурсосберегающие технологии производства и обработки давлением материалов в машиностроении. 2011. № 1(12). С. 181–188.
5. **Mohd, A.S.** Fabrication of Carbon-Copper Composites Using Local Carbon Material: Microstructure, Mechanical, Electrical and Wear Properties / A. S. Mohd [et al.] // Advanced Materials Research. 2016. Vol. 1133. P. 171–174.
6. **Валиев, Р.З.** Объемные наноструктурные материалы: фундаментальные основы и применения / Р.З. Валиев, А.П. Жилев, Т. Дж. Лэнгдон. Санкт-Петербург: Эко-Вектор, 2017. 480 с.
7. **Balog M.** ECAP vs. direct extrusion – Techniques for consolidation of ultra-fine Al particles / M. Balog [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 2009. Vol. 504. No. 1–2. P. 1–7.
8. **Parshikov, R.A.** Technological problems of Equal Channel Angular Pressing / R.A. Parshikov [et al.] // Rev. Adv. Mater. Sci. 2013. Vol. 34. P. 26–36.

#### REFERENCES

1. **Kovtun G.P., Verevkin A.A.** *Nanomaterialy: tehnologii i materialovedenie* [Nanomaterials: technologies and materials science]. Har'kov, NNC HFTI Publ., 2010, 73 p.
2. **Dunkely, J.** Market overview, EPRI center of materials production, USA, Industry segment profile-SIC 33991, 2002.
3. **Rjabicheva L.A.** *Novye poroshkovye materialy: struktura i svojstva* [New powder materials: structure and properties]. *Resursosberegajushhie tehnologii proizvodstva i obrabotki davleniem materialov v mashinostroenii = Resource-saving technologies for the production and pressure treatment of materials in mechanical engineering*, 2011, no. (12), pp. 3–12.
4. **Rjabicheva L.A.** *Struktura i svojstva kompozicionnogo materiala med' – ferrohrom* [Structure and properties of composite material copper – ferrochrome]. *Resursosberegajushhie tehnologii proizvodstva i obrabotki davleniem materialov v mashinostroenii = Resource-saving technologies for the production and processing of materials by pressure in mechanical engineering*, 2011, no. 1(12), pp. 181–188.
5. **Mohd A.S.** Fabrication of Carbon-Copper Composites Using Local Carbon Material: Microstructure, Mechanical, Electrical and Wear Properties. *Advanced Materials Research*, 2016, vol. 1133, pp. 171–174.
6. **Valiev R.Z., Zhiljaev A.P., Ljengdon T. Dzh.** *Ob'emnye nanostrukturnye materialy: fundamental'nye osnovy i primeneniya* [Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications]. Sankt-Peterburg, Jeko-Vektor Publ., 2017, 480 p.
7. **Balog M.** ECAP vs. direct extrusion – Techniques for consolidation of ultra-fine Al particles. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, vol. 504, no. 1–2, pp. 1–7.
8. **Parshikov R.A.** Technological problems of Equal Channel Angular Pressing. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 34, 2013, vol. 34, pp. 26–36.