

УДК 621.762

О.В.Хоменко, О.І.Толочин, Ю.І.Найда, А.В.Лаптев, Р.В.Мінакова

Інститут проблем матеріалознавства ім. І.Н. Францевича НАН України

## СТРУКТУРА ТА ВЛАСТИВОСТІ КОМПОЗИТУ Cu – 30 % МАС. Cr, ОТРИМАНОГО МЕТОДОМ ДИНАМІЧНОГО ГАРЯЧОГО ПРЕССУВАННЯ ЗА РІЗНИХ УМОВ ПОПЕРЕДНЬОГО ДИСПЕРГУВАННЯ ПОРОШКІВ

*Вивчено вплив температури імпульсного гарячого пресування у вакуумі на мікроструктуру, питомий електроопір, твердість по Віккерсу та міцність при випробуванні по схемі трьохточкового згину композиту Cu-30 % мас. Cr в залежності від часу спільного розмелу порошоків електролітичної міді і відновленого хрому в млині нового типу, розробленого в ІПМ НАНУ. Показано, що застосування методу імпульсного гарячого пресування в поєднанні з використанням нового методу одержання дисперсної суміші порошоків хрому і міді дозволило за один технологічний цикл ущільнення композиту Cu–30 % мас. Cr, досягти густини 98–99 % від теор. значення і твердості 145 – 155 HV/30 по Віккерсу. Ці показники перевищують промисловий рівень цих властивостей матеріалу аналогічного складу, який використовується у виробництві вакуумних контактів.*

**Ключові слова:** *Cu-Cr композити, дугогасильні контакти, імпульсне гаряче пресування, розмел порошоків, мікроструктура.*

### Введення

Cu-Cr композити широко використовуються як матеріали електротехнічного призначення, зокрема, у виробництві дугогасильних контактів для вакуумних вимикачів, оскільки вони мають необхідний рівень характеристик для комутації струму у вакуумі [1]. В даний час найбільш перспективним, з погляду ефективності дугогасіння у вакуумі, вважаються Cu-Cr композити із вмістом хрому 25–30 % мас. У виробництві вакуумних вимикачів одна з основних технологічних проблем є одержання високощільного матеріалу дугогасильних контактів з необхідним комплексом властивостей. З огляду на те, що Cu-Cr композити мають в основі мідну матрицю, що легко деформується (при невеликих напругах) представляє інтерес дослідження процесу одержання щільних матеріалів методом твердофазного високошвидкісного пресування в широкому інтервалі температур. При цьому важливо оптимізувати режим підготовки вихідної сировини на стадії одержання механічної суміші порошоків хрому і міді і вивчити вплив якості змішування порошоків на деформуємість пресовок при підвищених температурах.

У зв'язку з цим, у роботі вивчено структуру й основні властивості (щільність, питома електропровідність, твердість та міцність на вигін) композиту 30 % мас. Cr-Cu, отриманого при використанні технологічної операції змішування вихідних порошоків у млині нового типу і наступного імпульсного гарячого пресування у вакуумі на устаткуванні, розробленому в ІПМ НАН України.

### Об'єкти та методи дослідження

Для підготовки суміші були обрані порошки електролітичної міді марки ПМС-1 (виробництво "Уралелектромедь", Росія) і хрому відновленого марки ПХ-1 (виробництво "Тулачермет-Полема", Росія) з чистотою 99,7 %. Конструкція млина, розробленого в ІПМ НАНУ, забезпечує подрібнення порошоків у захисних середовищах по типу механізмів, які діють у вихрових і струминних млинах, але за рахунок конструктивних особливостей млина, ефективність розмелу підвищується при взаємодії частинок між собою, а головне за рахунок їх ковзного контакту з робочими поверхнями робочої камери. Крім того, млин працює в замкнутому режимі, що дозволяє на порядки знизити витрати інертних газів, і не вимагає додаткової операції відділення тонких фракцій розмеленого порошку від великих мас газу, що характерно, наприклад, для струминних млинів. З метою вивчення впливу часу спільного розмелу порошоків у млині на грансостав і форму частинок у суміші, а також на властивості спечених і деформованих у вакуумі зразків використовували два режими розмелу – протягом 10 і 30 хвилин у захисному середовищі аргону.

Отримані суміші пресували при тиску 150 МПа у вигляді циліндричних зразків із діаметром 30 мм і висотою 10 мм. Для ущільнення зразків використовували вакуумну установку оригінальної

конструкції, розроблену в ПІМ НАНУ, що забезпечує тиск пресування порядку 1200 МПа, який прикладається до матеріалу протягом  $(4-8) \cdot 10^{-3}$  с. Отримані зразки нагрівали зі швидкістю, що необхідна для встановлення в робочій зоні вакууму не гірше  $10^{-1}$  Па до температури пресування 780, 850, 950 і 1050 °С, витримуючи при цій температурі продовж 20 хв і потім, без проміжного охолодження, піддавали імпульсному гарячому пресуванню за рахунок енергії рухливих частин установки. Виймали зразок з камери тільки після досягнення пічкою кімнатної температури. Циліндричні заготовки після ущільнення розрізали на прямокутні штабки для визначення щільності, питомого електроопору, механічних властивостей і вивчення мікроструктури.

Аналіз гранулометричного складу сумішей проводили за допомогою седиментаційної установки "Lazer Sizer", форму частинок у сумішах і структуру спечених і деформованих зразків вивчали на оптичному й електронному скануючому мікроскопах. Питомий електроопір зразків визначали методом подвійного мосту постійного струму, що заснований на вимірі падіння напруги по довжині зразка при проходженні через нього постійного струму і наступного порівняння його зі падінням напруги на еталонному зразку при проходженні через нього того ж струму. Зміни напруги вимірювали за допомогою цифрового вольтметра Ш302, щоб уникнути помилок за рахунок виникнення термо-е.д.с при нагріванні зразка струмом. Для того, щоб уникнути помилки через недостатній контакт зразка затискувачами установки що підводить струм, заміри проводили при пропущенні струму в прямому і зворотному напрямках на кожному зразку не менш 3 разів. Для визначення механічних властивостей проводили випробування по схемі трьохточкового вигину згідно ГОСТ 14019-80; твердість зразків вимірювали по Віккерсу відповідно до ГОСТ 299975, при навантаженні 30кгс. Мікротвердість структурних складових на основі хрому і міді в мікроструктурі зразків визначали на приладі ПМТ-3 при навантаженні 30 гс.

#### Результати експерименту й обговорення

У вихідному стані порошок міді має фракційний склад (% мас.): 99,9 (-100 мкм); 94,2 (-71 мкм); 72,5 (-45 мкм), частинки мають розвинуту дендритну форму (рис.1, а). Частинки порошку відновленого хрому характеризується округлою формою (рис. 1, б) і середнім розміром 20 мкм, При цьому 86,6 % від загальної кількості частинок мають розміри не більш 48 мкм; в малих кількостях (0,1 %) в порошок присутні частинки з лінійними розмірами 100–128 мкм (рис. 2, а). Істотне розходження форми і гранулометричному складу порошоків міді і хрому обумовлює розшарування їхньої суміші при збереженні, транспортуванні і пресуванні. Розмел у барабані з кулями продовж 48 год не забезпечує якісного рівномірного змішування компонентів і вимагає вживання спеціальних заходів для поліпшення змішаності порошоків [2]. Спільний розмел порошоків міді і хрому в млині нового типу протягом 10 хв сприяє трансформації форми частинок міді від дендритної до округлої (рис.1, в), а також істотній зміні гранулометричного складу частинок (рис. 2, б). Середній розмір частинок у суміші зменшується до 11,8 мкм, при цьому 50 % від загальної кількості частинок мають розміри до 12 мкм, 7 % – від 60 до 90 мкм, і 1,5 % - понад 100 мкм. Збільшення тривалості розмелу до 30 хв. приводить до подальшого диспергування частинок і зменшенню їх середнього розміру до 9,1 мкм (рис.2 в). При цьому забезпечується більш рівномірний розподіл компонентів у суміші, що як показано нижче сприяє поліпшенню механічних характеристик спечених і деформованих зразків.

Раніше було встановлено, що вільне спікання композита Cr-30 % мас. Cu у вакуумі в області існування твердої фази (до 1050 °С) не забезпечує необхідний рівень густини і механічних властивостей [2]. Проведення імпульсного гарячого пресування пресовок у вакуумі сприяє тому, що за один технологічний цикл, який включає попереднє спікання і високошвидкісну деформаційну обробку, густина зразків становить 98-99 % від теоретичної (табл.). Ефективність процесу ущільнення має місце вже після пресування при 780 °С і збільшується з підвищенням температури, що ймовірно обумовлено підвищенням деформованості матричної фази на основі міді. Мікроструктура спечених і деформованих зразків складається з частинок хрому і їхніх конгломератів, рівномірно розподілених в мідній складовій (рис.3, а).

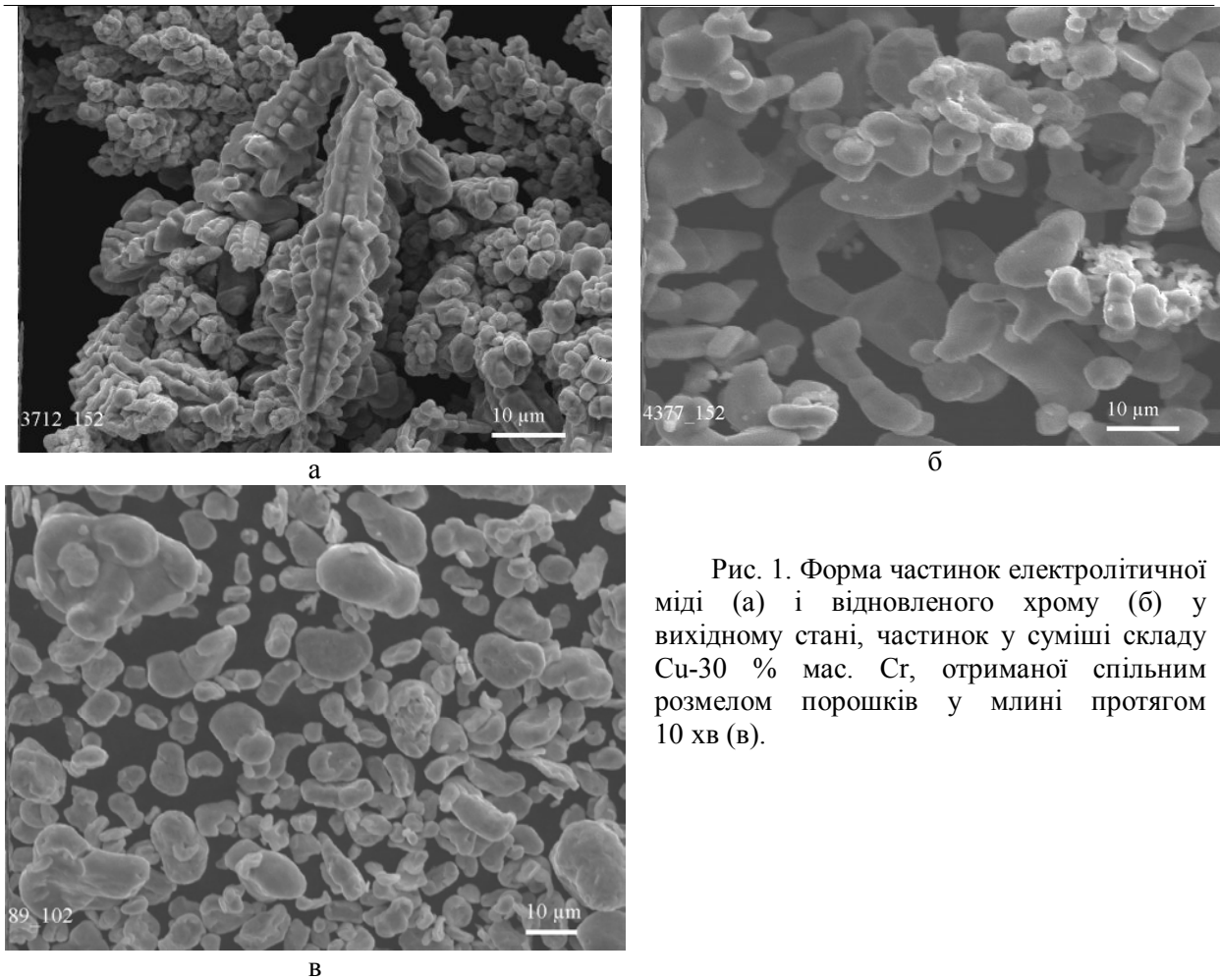


Рис. 1. Форма частинок електролітичної міді (а) і відновленого хрому (б) у вихідному стані, частинок у суміші складу Cu-30 % мас. Cr, отриманої спільним розмелом порошків у млині протягом 10 хв (в).

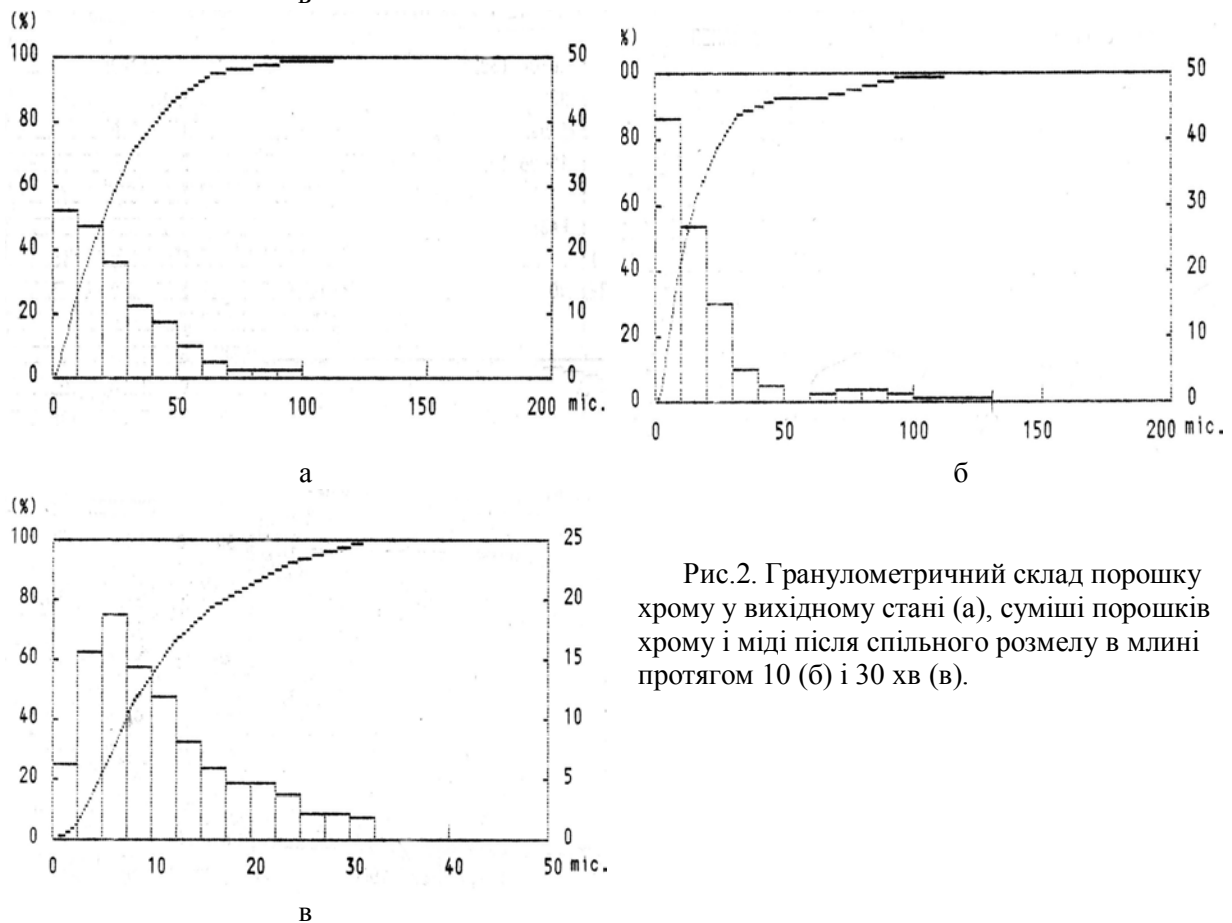


Рис.2. Гранулометричний склад порошку хрому у вихідному стані (а), суміші порошків хрому і міді після спільного розмелу в млині протягом 10 (б) і 30 хв (в).

Таблиця

Фізико-механічні властивості композиту Cu –35 % мас. Cr в залежності від часу спільного розмелу порошків і температури імпульсного гарячого пресування у вакуумі (ІГП)

Час спільного розмелу порошків	Температура ІГП, °С,	Відносна густина, % від теор.	Питомий електроопір, мкОм·см	Межа міцності при згині, МПа	Твердість, HV30/15, МПа
30 хв	750	98,6	6,5	403	1590
30 хв	850	98,7	6,2	395	1580
10 хв	850	99,1	6,3	370	1350
30 хв	950	98,7	4,9	523	1460
30 хв	1050	99,1	4,6	618	1500

З підвищенням температури пресування розподіл частинок хрому в мідній матриці стає більш рівномірним, але при цьому зберігається частина конгломератів хромових зерен з лінійними розмірами понад 100 мкм (рис.3, б), що можна пояснити розвитком процесів агломерації частинок хрому на стадіях імпульсного гарячого пресування у вакуумі.

Питомий електроопір зразків зменшується з ростом температури пресування, що, імовірно, пояснюється зменшенням пористості, поліпшенням якості між фазами на основі хрому та міді та між зернами мідної матриці та укрупненням її зерен (див. табл.). Необхідно відзначити, що після пресування при 950 °С питома електропровідність зразків сягає рівня 22 % від електропровідності міді, що забезпечується при застосуванні технології електродугового переплаву матеріалу аналогічного складу [3]. Мікротвердість хромової і мідної складових знаходиться в межах 70-77 і 146-155 Н<sub>30</sub> відповідно і не залежить від температури пресування. Рівень мікротвердості структурних складових відповідає значенням цієї характеристики для хрому і міді [4]. Бінарна система Cr-Cu у рівноважному стані характеризується наявністю твердих розчинів на основі міді зі змістом хрому до 0,65-0,75 % мас., і на основі хрому з вмістом хрому до 0,68-1, 28 % мас. міді [5]. Відповідно до правила Курнакова, процес взаємного розчинення компонентів повинний приводити до росту питомого електроопору матеріалу і збільшенню мікротвердості структурних складових на основі хрому та міді, що не спостерігається в експерименті.

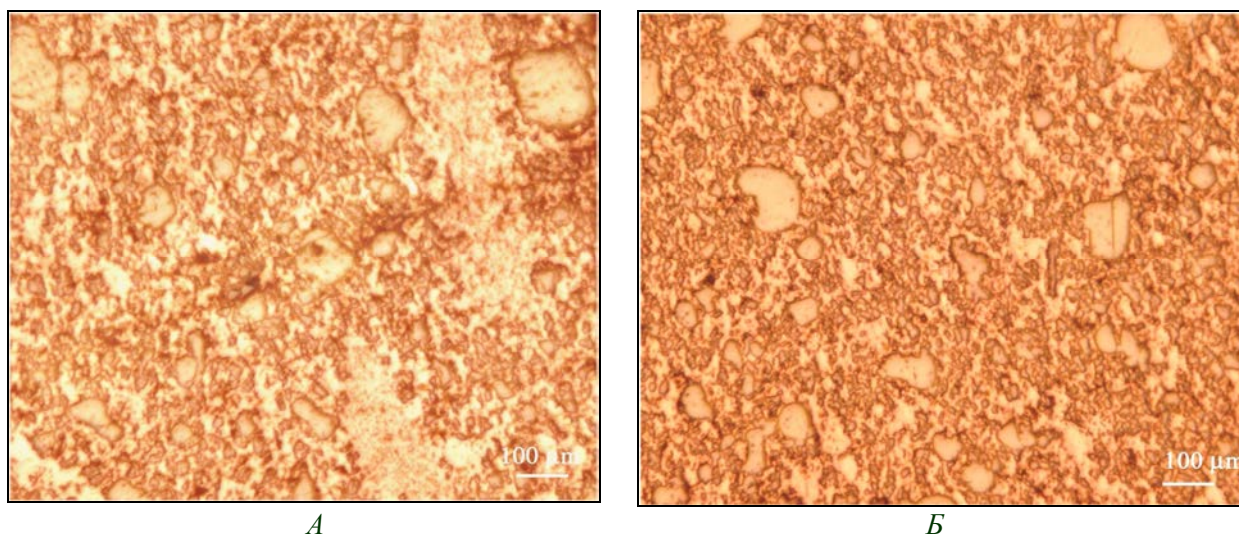


Рис. 3. Мікроструктура зразків спечених і деформованих у режимі імпульсного пресування у вакуумі при 780 (а) і 1050 °С (б). (шліфи не травлені).

Результати випробувань на згин показують, що з підвищенням температури пресування міцність зразків збільшується, що імовірно пов'язане із зміцненням мідної матриці за рахунок підвищення адгезійної міцності міжфазових границь. Тенденція, що спостерігається до зменшення твердості зразків (по Віккерсу) при 950 °С, можливо обумовлена впливом домішок. Зниження механічних характеристик спечених і деформованих при 850 °С зразків із суміші виготовленої спільним розмелом порошоків міді й хрому у млині продовж 10 хв (див. табл.), може бути пояснено наявністю великих за розмірами конгломератів частинок хрому і нерівномірним їх розподілом у суміші, а також більш великими розмірами зерен міді.

З огляду на специфіку роботи дугогасильних вакуумних контактів, а саме те, що в процесі комутації струму контакт піддається в основному тепловому навантаженню, при розробці технології одержання матеріалу контактів, як правило, орієнтуються на вимоги підвищення його електропровідності і твердості, оскільки ці характеристики зв'язуються з підвищенням ерозійної стійкості контактів [3]. У роботах [3, 6] відзначається, що в даний час промислові світові стандарти на вакуумні контакти зокрема, для Cu-Cr матеріалів зі змістом від 10 до 50 % мас. хрому, визначають наступний необхідний комплекс властивостей: густина 95-96 % від теоретичної, твердість 100–120 HV/10 по Віккерсу; електропровідність 55–30 % від електропровідності міді. У даній роботі застосування нового обладнання для одержання дисперсної суміші порошоків хрому і міді і методу імпульсного гарячого пресування дозволило за один технологічний цикл перевищити досягнутий рівень властивостей по відносній щільності і твердості Cu-30Cr та приблизитися за значенням до питомої електропровідності матеріалів аналогічного складу, що отримують методом дугового переплаву.

Подальша оптимізація режимів змішування порошоків хрому і міді й імпульсного гарячого пресування, повинна бути пов'язана з завданням підвищення питомої електропровідності композита, що дозволить у подальшому поліпшити експлуатаційні характеристики Cr-Cu вакуумних контактів.

### ВИСНОВКИ

Застосування методу імпульсного гарячого пресування у вакуумі в інтервалі температур 780–1050 °С у технології одержання композита Cu–30%мас. Cr дозволяє за один технологічний цикл досягти рівня густини понад 98 % мас. від теоретичної і твердості 145-155 HV/10, що перевищує сучасний промисловий рівень властивостей композита у виробництві дугогасильних вакуумних контактів.

Вивчення структури і властивостей композита в залежності від режиму попереднього змішування порошоків хрому і міді показало, що спільний розмел порошоків електролітичної міді і відновленого хрому в млині нового типу, розробленого в ІПМ НАНУ, у захисному середовищі аргону протягом 30 хв, забезпечує рівномірний розподіл структурних складових за рахунок зміни гранулометричного складу і округлої форми часток у суміші.

Встановлено, що з підвищенням температури імпульсного гарячого пресування від 780 до 1050 °С знижується питомий електроопір (від 6,5 до 4,6 мкОм·см) і підвищується міцність зразків при випробуваннях на згин (від 403 до 618 МПа). При цьому зберігається високий рівень твердості (1450-1550 МПа), що ймовірно пов'язано з поліпшенням якості міжфазових границь.

1. Г.С Белкин., Перспективные виды электротехнического оборудования. // Белкин Г. С., Дробышевский А.А., Ивакин В.Н. // Электротехника. –2006. – № 9. – С. 2-10.
2. Е.В.Хоменко, А.В. Структура и свойства композитов Cr-Cu различного состава, полученных твердофазным спеканием в вакууме./ Хоменко Е.В., Лаптев, А.И. Толочин, М.С. Ковальченко // Сб. научн. трудов ИПМ НАНУ. Серия: Композиционные, градиентные материалы и покрытия. Киев. 2008 г.» С.110-115.
3. P.G. Slade. Advances in Material Development for High Power, Vacuum Interrupter Contacts./ Slade P.G. // IEEE Trans. Compon., Packag., and Manufact. Technology. Part A. - 1994, - 17, № 1, – P. 96 – 106.
4. R. Muller. Arc-Melted CrCu Alloys As Contact Materials for Vacuum Interrupters. / Muller R. // Siemens Forsch.-u. Entwickl.-Ber. – 1988, – Bd. №17.– P. 105 – 111.
5. H. Okamoto Cr-Cu (Chromium-Copper). / Okamoto H. // J. of Phase Equilibria, 2001, –Vol. 22, – № 22. – P. 691–692.
6. I. Lahir. Compaction and sintering response of mechanically alloyed Cu–Cr powder / Lahir I. and S. Bhargava. // Powder Technology, 2009. – Vol.189. – Issue 3. – P. 433-438.