

## Исследование процесса холодного формования композиционного материала системы Cu–SiC

Н. А. Панькин, А. Ф. Сигачев, А. С. Луконькина, В. П. Мишкин

*Исследован процесс холодного одностороннего формования в закрытой пресс-форме смеси порошков Cu и SiC с различным содержанием карбида кремния. Получены данные о микроструктуре, плотности, пористости и фазовом составе порошкового тела после прессования.*

*Ключевые слова:* диаграмма прессования, микроструктура, плотность, пористость, фазовый состав, медь, карбид кремния.

### Введение

Широкое применение новых материалов при разработке приборов электротехнического назначения позволяет достигать ранее недостижимых потребительских свойств и/или существенно удешевить производство. Данные материалы должны сочетать в себе набор различных свойств: высокие электропроводность, прочность, твердость, теплопроводность, термическая стабильность, дуго-, износ- и коррозионная стойкость, а также низкий коэффициент линейного расширения. Наиболее перспективными в этом плане являются металл-матричные композиты системы «металл (Me) – карбид кремния». Типичным их представителем, нашедшим широкое применение при производстве приборов силовой электроники (в частности, при изготовлении теплоотводящего основания IGBT-модуля) можно назвать Al-SiC [1]. Другим перспективным материалом системы «Me-SiC» является Cu-SiC, который по ряду эксплуатационных свойств существенно превосходит алюминий.

В научной литературе можно найти множество публикаций, посвященных исследованию (Cu, SiC)-композитов [2–13]. В большинстве из них приводятся результаты, связанные с обработ-

кой технологии получения материалов системы «медь–карбид кремния», а также изучением их микроструктуры и некоторых эксплуатационных параметров и свойств. При этом механизмы физических и химических процессов, протекающих на различных стадиях формирования композиционного материала, практически не исследовались.

Цель настоящей статьи – изложение результатов исследования влияния состава на процессы одностороннего холодного прессования смеси порошков меди (матрица) и карбида кремния (наполнитель) и формирования структуры (Cu, SiC) – порошкового тела. В работе приводятся данные по изучению диаграмм прессования, пористости, микроструктуры и фазового состава материалов системы «медь–карбид кремния» после первого этапа получения композитов, а именно, после формования в закрытой пресс-форме.

### Методика эксперимента

Исходным компонентом при изготовлении материалов системы «Cu-SiC» являлась механическая смесь порошков зеленого карбида кремния (зернистость М63 по ГОСТ 26327–84) и электролитической меди (ПМС-1 по ГОСТ 4960–75). Одностороннее холодное формование в образцы цилиндрической формы (диаметр – 12,5 мм и расчетная высота – 3,0 мм) проводили на машине для механических испытаний Shimadzu AG-X100kN. Верхний пуансон перемещался с постоянной скоростью 2 мм/мин до достижения нагрузки 99 кН (ограничение используемой установки). Максимальное усилие прессования соответствовало давлению ~ 800 МПа, которое превышает пределы прочности и текучести для массивной меди. После достижения предельной нагрузки проводилась выдержка в течение 5 минут при поддержании

---

Панькин Николай Александрович, доцент, к.ф.-м.н.  
Сигачев Александр Федорович, вед. инженер.  
Мишкин Владимир Петрович, вед. инженер.  
Луконькина Анна Сергеевна, магистрант.  
Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарева.  
Россия, 430005, Республика Мордовия, Саранск,  
ул. Большевикская, 68.  
Тел. +7(8342) 29-05-97. E-mail: panjkinna@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 12 апреля 2018 г.

---

© Панькин Н. А., Сигачев А. Ф., Мишкин В. П.,  
Луконькина А. С., 2018

постоянными линейных размеров образца, когда шёл процесс релаксации. Термическая обработка (твёрдофазное/жидкофазное спекание) полученных материалов не проводилась.

Содержание карбида кремния в получаемых (Cu, SiC) порошковых телах не превышало 30 масс. %. При более высокой доли SiC происходит разрушение получаемых образцов при минимальных внешних воздействиях или при извлечении из пресс-формы.

Фазовый состав определяли на рентгеновском дифрактометре ДРОН-6 в кобальтовом фильтрованном излучении. Обработку рентгенографических данных проводили с помощью программного комплекса PdWin 4.0 с базой (картотекой) порошковых рентгенодифракционных данных PDF-2. Исследование микроструктуры поверхности образцов и их изломов осуществляли на растровом электронном микроскопе Quanta 200 i 3D FEI при ускоряющем напряжении 30 кВ в режиме высокого вакуума ( $\sim 10^{-3}$  Па). Пористость материалов  $P$  рассчитывалась по формуле:

$$P(\%) = (1 - \rho/\rho_0) \times 100 \%,$$

где  $\rho$  – измеренная плотность,  $\rho_0$  – плотность для безпористого образца. Плотность  $\rho$  определялась методом гидростатического взвешивания на аналитических весах XS-204.

### Результаты и их обсуждение

В настоящее время имеется множество моделей, описывающих уплотнение порошкового материала [14–16]. В частности, согласно некоторым из них, условно выделяется несколько стадий (обычно три) процесса прессования. Их границы определяются совокупностью механизмов межчастичного взаимодействия при деформации порошкового тела. Чаще всего подобные модели работают лишь для определенного круга достаточно чистых и однокомпонентных материалов. Обычно четкого разделения на стадии на диаграммах прессования выявить не удастся. Это, прежде всего, касается процесса формования в закрытых пресс-формах при получении композиционных материалов различного типа.

На рис. 1 представлены экспериментальные зависимости давления прессования от времени формования порошкового тела системы «медь–карбид кремния». Они представляют собой плавные линии без перегибов и точек экстремума. Данное поведение обусловлено различием технологических, физических и химических свойств

(гранулометрический состав, плотность материала частиц и т. д.) и их зависимостью от размеров для исходных порошков меди и карбида кремния. Вследствие этого, для частиц различной дисперсности и/или находящихся в различных областях прессовки относительно поверхности пуансонов, стадии упругой и пластической деформации, а также разрушения могут протекать при внешнем давлении, отличающегося от соответствующих пределов механических параметров (упругости, пластичности, прочности и т. д.).

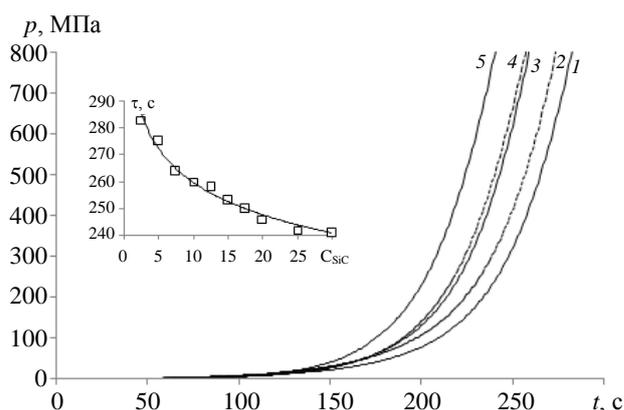


Рис. 1. Зависимость давления прессования  $p$  от времени  $t$  движения/прессования верхнего пуансона (1 – 2,5 масс. % SiC; 2 – 5,0 масс. % SiC; 3 – 10,0 масс. % SiC; 4 – 20,0 масс. % SiC; 5 – 30,0 масс. % SiC). На вкладке – зависимость времени  $\tau$  достижения максимального/рабочего давления прессования от содержания карбида кремния  $C_{SiC}$  (в масс. %).

Для описания прессования систем «Me–SiC» можно использовать механистическую модель Двилаиса Э. С. и соавторов [17]. Они применяли её при рассмотрении формования порошкового тела из керамических и металлических материалов. Согласно ей, кривая прессования является результатом суперпозиции двух процессов: 1) свободная укладка и перераспределение первичных структурных элементов порошкового тела в свободное пространство без их значительной деформации и разрушения; 2) перераспределение вторичных структурных элементов, образующихся после пластической деформации и хрупкого разрушения первичных. Зависимость уплотнения порошкового тела от давления прессования за счет первого процесса имеет немонотонный характер: уплотнение равно нулю при отсутствии всяческих сил, действующих на структурные элементы порошкового тела и достигает своего максимума при средних значениях плотности/пористости порошкового тела; стремится к нулю совместно с пористостью порошкового тела при достижении теоретической плотности [17].

Зависимость уплотнения вследствие второго

процесса от давления прессования является линейной: уплотнение равно нулю при отсутствии всяческих сил, действующих на структурные элементы порошкового тела; достигает своего максимума при стремлении к нулю по достижении теоретической плотности порошкового тела [17].

На вкладке рис. 1 представлена зависимость времени достижения предельной нагрузки  $\tau$  от содержания карбида кремния в исходной смеси порошков. Можно отметить, что увеличение содержания SiC сопровождается уменьшением  $\tau$ . Данное поведение обусловлено, прежде всего, более высокими механическими свойствами карбида кремния – высокая твердость в сравнении с матричным материалом (медь). Причем данная зависимость достаточно хорошо (параметр аппроксимации в Microsoft Excel близок к единице) описывается степенной функцией:

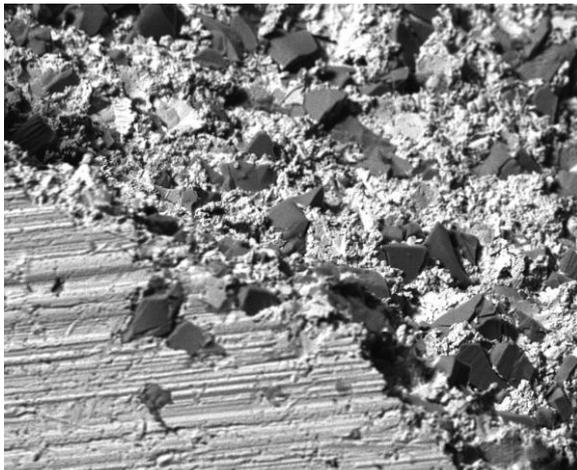
$$\tau = 304,0 C^{-0,06}$$

или логарифмической функцией (на вкладке рис. 1 она изображена сплошной линией):

$$\tau = -17,9 \ln(C) + 301,2,$$

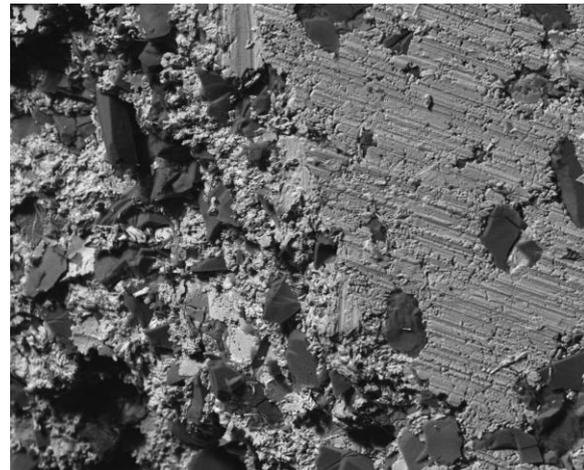
где  $C$  – содержание карбида кремния в исходной смеси порошков.

На присутствие следов (вторичные структурные элементы) хрупкого разрушения (в основном частиц SiC) и пластической деформации (преимущественно меди) указывают результаты растровой электронной микроскопии (см. рис. 2). В частности, на частицах карбида кремния отмечается появление системы трещин, а вблизи них и на меди – продуктов разрушения (осколков). Кроме того, исследования электронной микроскопией микроструктуры излома и поверхности образцов выявили наличие пор в получаемых порошковых телах (основной объем порового пространства – за счет межчастичных границ).



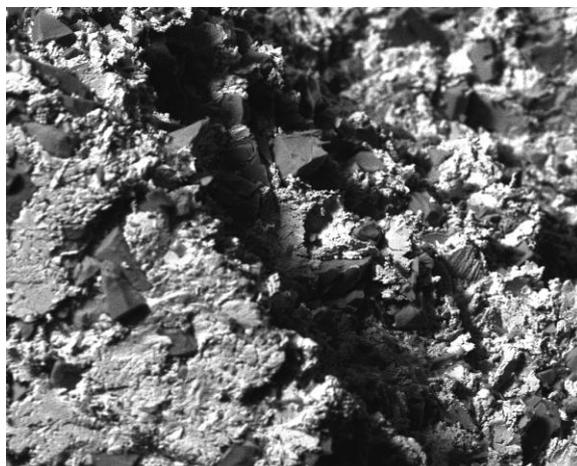
10 масс.% SiC

----- 300 мкм -----



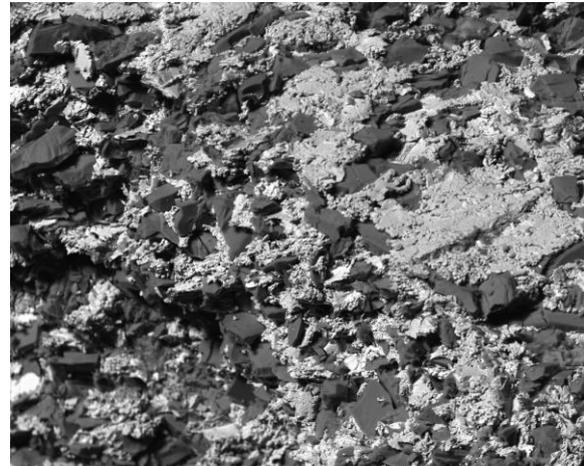
15 масс.% SiC

----- 300 мкм -----



25 масс.% SiC

----- 300 мкм -----



30 масс.% SiC

----- 300 мкм -----

Рис. 2. Микроструктура поверхности и излома (Cu, SiC) – порошкового тела различным содержанием карбида кремния по данным растровой электронной микроскопии (темные области соответствуют карбиду

кремния, а светлые – меди).

Наличие пор подтверждаются результатами измерения плотности порошковых тел методом гидростатического взвешивания. Отмечается значительная разность между экспериментальными и расчетными (для беспористого образца) данными (см. рис. 3). При этом наблюдается убывание плотности (Cu, SiC)-материала с увеличением доли SiC в нем. Данный факт обусловлен свойствами исходных компонентов порошкового тела – плотность карбида кремния примерно в три раза меньше соответствующего значения для меди.

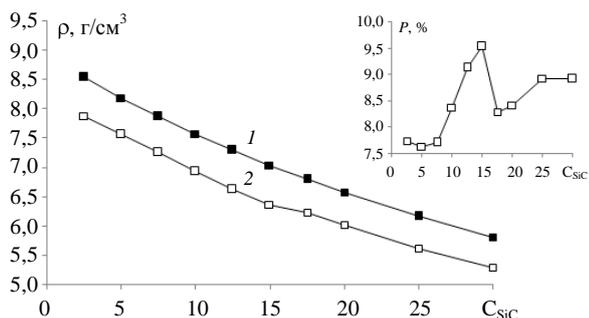


Рис. 3. Зависимость теоретической (1) и экспериментальной (2) плотностей  $\rho$ , а также пористости  $P$  (на вкладке) порошкового тела от содержания (масс. %) карбида кремния  $C_{SiC}$ .

Результаты определения пористости при различном содержании карбида кремния в исследуемых образцах представлены на вкладке рис. 3. Отмечается наличие локального максимума в районе 15 масс. % SiC. Его появление другими исследователями не обнаруживалось. В настоящее время аргументированного объяснения экстремума пористости нами не найдено и требуется проведение дополнительных изысканий, например, на базе рентгеновской томографии высокого разрешения. Возможно, его наличие обусловлено строением частиц меди и кремния и особой конфигурацией в их расположении, сформированной в результате упругой и пластической деформаций под воздействием внешней нагрузки. Результаты растровой электронной микроскопии не выявили каких либо особенностей в микроструктуре для порошковых тел с содержанием карбида кремния, соответствующего локальному максимуму пористости.

На рис. 4 представлены участки рентгеновской дифракционной картины от исследуемой системы металл-неметалл и её исходных компонентов. Основу порошка меди составляет кристаллографическая фаза с гранцентрированной кристаллической решеткой. Также обнаружено присутствие небольшого количества оксида меди CuO. Порошок карбида кремния представляет собой однофазную систему с гексагональной кристаллической решеткой. В полученных порошко-

вых материалах появление дополнительных фаз относительно исходных компонентов не обнаружено. Можно отметить лишь изменение углового положения рентгеновских дифракционных линий фаз меди и карбида кремния с увеличением доли SiC в порошковом теле. Данный факт свидетельствует об возникновении остаточных макронапряжений в порошковом теле и изменения их величины после процесса формования. Отмечается, что при увеличении содержания карбида кремния свыше 20 масс. % происходит изменение как их величины так и знака (сжимающие/растягивающие) в зернах меди. Об этом свидетельствует изменение положения рентгеновских дифракционных линий относительно соответствующих рефлексов от порошкового материала.

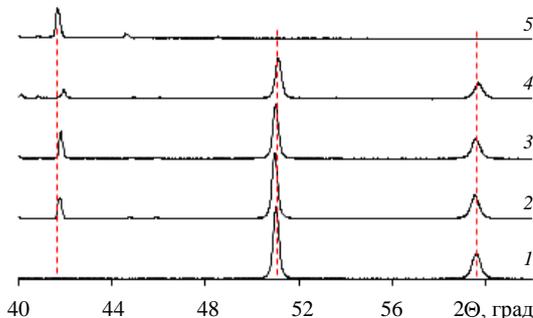


Рис. 4. Участки рентгеновской дифракционной картины (1 – порошок меди; порошковое тело: 2 – 10 масс. % SiC, 3 – 20 масс. % SiC, 4 – порошок SiC).

### Заключение

В работе исследован процесс холодного одностороннего формования в закрытой пресс-форме смеси порошков Cu и SiC с различным содержанием карбида кремния. Получены данные о микроструктуре, плотности, пористости и фазовом составе получаемого порошкового тела после прессования. Основные выводы можно представить следующим образом.

1. Зависимость давления прессования от времени формования имеет вид монотонной кривой. Данный ход обусловлен структурой и свойствами исходных порошков меди и карбида кремния и их зависимостью от размеров частиц. Время достижения максимальной нагрузки убывает с увеличением содержания карбида кремния в исходной смеси порошков согласно логарифмического или степенного закона.

2. Исследования микроструктуры выявили следы хрупкого разрушения (система трещин на зернах SiC и осколки) и пластической деформации частиц меди. Электронная микроскопия излома порошковых тел показала наличие в них порового

пространства преимущественно за счет межчастичных границ.

3. Выявлено убывание плотности порошкового тела с увеличением содержания SiC в нем. Оно обусловлено меньшей плотностью карбида кремния в сравнении с медью. На зависимости пористости порошкового тела от массовой доли карбида кремния в нем обнаружен локальный максимум в районе 15 масс. % SiC.

4. Фазовый состав получаемых порошковых тел является суперпозицией составов исходных порошков. Появление новых фаз в исследуемых материалах не выявлено. Отмечается изменение положения рентгеновских дифракционных линий меди и карбида кремния в зависимости от содержания SiC. Данный факт свидетельствует о возникновении и изменении остаточных макронапряжений в зернах меди и карбида кремния после процесса формования.

Результаты данной работы могут быть использованы при оптимизации состава и режимов получения методом прессования композиционных материалов системы «медь–карбид кремния» для последующего их практического применения.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Kablov E. N., Grashchenkov D. V., Shchetanov B. V. // Composites: Mechanics, Computations, Applications. 2013. Vol. 4. No. 1. P. 65.  
2. Schubert T., Brendel A., Schmid K., Koeck T., Ciupinski L., Zielinski W., Weißgärber T., Kieback B. // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 2007. Vol. 38. No. 12. P. 2398.

3. Ming H., Yunlong Z., Lili T., Lin S., Jing G., Peiling D. // Applied Surface Science. 2015. Vol. 332. P. 720.  
4. Prosviryakov A. S. // Journal of Alloys and Compounds. 2015. Vol. 632. P. 707.  
5. Prosviryakov A. S., Aksenov A. A., Samoshina M. E., Kovaleva M. G., Ivanov D. O. // Powder Metallurgy. 2011. Vol. 54. No. 3. P. 382.  
6. Shabani M. // Journal of Materials Research and Technology. 2016. Vol. 5. No. 1. P. 5.  
7. Romankov S., Hayasaka Y., Shchetinin I. V., Yoon J.-M., Komarov S. V. // Applied Surface Science. 2011. Vol. 257. No. 11. P. 5032.  
8. Rado C., Drevet B., Eustathopoulos N. // Acta Materialia. 2000. Vol. 48. No. 18–19. P. 4483.  
9. Fatimah Azreen A. R., Sutjipto A. G. E., Al-Bat'hi A. M. // Advanced Materials Research. 2012. Vol. 576. P. 203.  
10. Chen G., Yang W., Dong R., Hussain M., Wu G. // Materials & Design. 2014. Vol. 63. P. 109.  
11. Barmouz M., Givi M.K., Asadi P. // Defect and Diffusion Forum. 2011. Vol. 312–315. P. 319.  
12. Chmielewski M., Pietrzak K., Strojny-Nędza A., Kaszyca K., Zybala R., Bazarnik P., Lewandowska M., Nosewicz S. // Science of Sintering. 2017. Vol. 49. P. 11.  
13. Moustafa S. F., Abdel-Hamid Z., Abd-Elhay A. M. // Materials Letters. 2002. Vol. 53. No. 4–5. P. 244.  
14. Либенсон Г. А., Лопатин В. Ю., Комарницкий Г. В. Процессы порошковой металлургии. Т. 2. Формирование и спекание. – М.: МИСИС, 2002.  
15. Кипарисов С. С., Либенсон Г. А. Порошковая металлургия. – М.: Металлургия, 2002.  
16. Штерн М. Б., Сердюк Г. Г., Максименко Л. А. Феноменологические теории прессования порошков. – Киев: Наукова думка, 1982.  
17. Двилис Э. С., Хасанов О. Л., Чартчук П., Соколов В. М. // Известия ВУЗов. Физика. 2013. Т. 56. № 7-2. С. 227.

PACS: 61.66.Fn, 62.20.Fe, 61.10.-i, 68.37.Hk

## Investigation of the process of cold forming of composite material of the Cu-SiC system

N. A. Pankin, A. F. Sigachev, A. S. Lukonkina, and V. P. Mishkin

Ogarev Mordovia State University  
68 Bolshevistskaya str., 430005, Republic of Mordovia, Saransk, Russia,  
E-mail: panjkinna@yandex.ru

Received April 12, 2018

*The process of cold unilateral molding in a closed mold of a mixture of Cu and SiC powders with different contents of silicon carbide was studied. Data are obtained on the microstructure, density, porosity and phase composition of the resulting powder body after pressing.*

*Keywords:* pressure diagram, microstructure, density, porosity, phase composition, copper, silicon carbide.

## REFERENCES

1. E. N. Kablov, D. V. Grashchenkov, and B. V. Shchetanov, *Composites: Mechanics, Computations, Applications* **4** (1), 65 (2013).
2. T. Schubert, A. Brendel, K. Schmid, T. Koeck, L. Ciupinski, W. Zielinski, T. Weißgärber, and B. Kieback, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **38** (12), 2398 (2007).
3. H. Ming, Z. Yunlong, T. Lili, S. Lin, G. Jing, and D. Peiling, *Applied Surface Science* **332**, 720 (2015).
4. A. S. Prosviryakov, *Journal of Alloys and Compounds* **632**, 707 (2015).
5. A. S. Prosviryakov, A. A. Aksenov, M. E. Samoshina, M. G. Kovaleva, and D. O. Ivanov, *Powder Metallurgy* **54** (3), 382 (2011).
6. M. Shabani, *Journal of Materials Research and Technology* **5** (1), 5 (2016).
7. S. Romankov, Y. Hayasaka, I. V. Shchetinin, J.-M. Yoon, and S.V. Komarov, *Applied Surface Science* **257** (11), 5032 (2011).
8. C. Rado and B. Drevet, and N. Eustathopoulos, *Acta Materialia* **48** (18–19), 4483 (2000).
9. A. R. Fatimah Azreen, A. G. E. Sutjipto, and A. M. Al-Bat'hi, *Advanced Materials Research* **576**, 203 (2012).
10. G. Chen, W. Yang, R. Dong, M. Hussain, and G. Wu, *Materials & Design* **63**, 109 (2014).
11. M. Barmouz, M. K. Givi, and P. Asadi, *Defect and Diffusion Forum* **312-315**, 319 (2011).
12. M. Chmielewski, K. Pietrzak, A. Strojny-Nędza, K. Kaszyca, R. Zybala, P. Bazarnik, M. Lewandowska, and S. Nosewicz, *Science of Sintering* **49**, 11 (2017).
13. S. F. Moustafa, Z. Abdel-Hamid, and A. M. Abd-Elhay, *Materials Letters* **53** (4–5), 244 (2002).
14. G. A. Libenson, V. Yu. Lopatin, and G. V. Komarnickiy. *Processes of powder metallurgy. V.2. Formation and sintering* (MISIS, Moscow, 2002) [in Russian].
15. S. S. Kiparisov and G. A. Libenson. *Powder metallurgy*. (Metallurgy, Moscow, 2002) [in Russian].
16. M. B. Shtern, G. G. Serdyuk, and L. A. Maksimenko. *Phenomenological theories of pressing powders* (Naukova Dumka, Kiev, 1982) [in Russian].
17. E. S. Dvilis, O. L. Hasanov, P. Chatpuk, and V. M. Sokolov, *Russian Physics Journal* **56** (7-2), 227 (2003).