

## Исследование диаграмм прессования при формировании смеси порошков титана и меди

Н. А. Панькин, А. Ф. Сигачев, А. Д. Назаров, В. П. Мишкин

*Проведен анализ диаграмм "плотность – давление" при одностороннем холодном прессовании смеси порошков меди и титана в закрытой пресс-форме. Выявлены основные этапы формирования, их границы (по прикладываемому давлению) и характерные процессы, происходящие на каждом из них – разрушение/укладка структурных элементов и их упругая/пластическая деформация.*

*Ключевые слова:* металлический порошок, диаграмма прессования, плотность, пористость, предельное давление, форма частиц.

**Ссылка:** Панькин Н. А., Сигачев А. Ф., Назаров А. Д., Мишкин В. П. // Прикладная физика. 2020. № 2. С. 78.

**Reference:** N. A. Pan'kin, A. F. Sigachev, A. D. Nazarov, and V. P. Mishkin, Appl. Phys., No. 2, 78 (2020).

### Введение

Методы порошковой металлургии широко используются при изготовлении материалов с уникальными свойствами [1]. Среди них можно назвать композиционные материалы различного элементного состава (например, Al-SiC, Cu-SiC, Ti-Al и т. д.), которые используются или являются перспективными для последующего применения в современных приборах (теплоотводящие основания микросхем, материалы с высокими физико-механическими свойствами и т. п.) [2–7]. В частности, полученные формированием и спеканием, системы "металл–металл" широко используются при изготовлении композиционных ка-

тодов. Они служат для генерации многокомпонентной плазмы при получении упрочняющих, декоративных, износо- и коррозионно-стойких покрытий [8, 9]. Соотношение компонентов катода соответствует предполагаемому составу покрытия.

В общем случае, порошковая металлургия включает в себя следующие этапы: формирование и термическую обработку (твердоили жидкофазное спекание) [1]. Их технологические режимы (состав, давление и скорость прессования, температура и время термообработки и т. д.) во многом определяют свойства конечного продукта. Выявление особенностей основных процессов, протекающих на каждом из вышеперечисленных этапов, возможность управлять ими позволяет создавать материалы с заданными свойствами, что является актуальной прикладной и фундаментальной задачей современного материаловедения.

Целью настоящей работы является исследование процесса холодного формирования смеси порошков двух металлов (меди и титана) в закрытой пресс-форме. Выбор данных элементов обусловлен перспективой их использования при создании распыляемых катодов [10].

---

Панькин Николай Александрович, доцент, к.ф.-м.н.  
Сигачев Александр Федорович, вед. инженер.  
Назаров Александр Дмитриевич, магистрант.  
Мишкин Владимир Петрович, вед. инженер.  
Мордовский государственный университет  
им. Н. П. Огарева.  
Россия, 430005, Республика Мордовия, г. Саранск,  
ул. Большевикская, 68.  
E-mail: panjkinna@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 24 марта 2020 г.

---

© Панькин Н. А., Сигачев А. Ф., Назаров А. Д.,  
Мишкин В. П., 2020

### Методика эксперимента

В качестве исходных материалов исследуемой системы «Cu–Ti» взяты порошки: титана (ПТМ-1 по ТУ 14-22-57-92) и меди (ПМС-1 по ГОСТ 4960-2009). При этом доля меди в (Ti, Cu) – порошковой смеси не превышала 40 масс. %. Масса навесок каждого из компонентов взята в предположении того, что расчетный (безпористый) цилиндрический образец после формования будет иметь следующие размеры: диаметр 12,5 мм и высоту 3 мм. Данные габариты выбраны для возможности последующего их использования на ряде научно-исследовательских установок – в частности, для определения коэффициента температуропроводности методом лазерной вспышки).

Одностороннее холодное прессование (при комнатной температуре) в закрытой пресс-форме проводили на машине Shimadzu AG-X100kN при скорости движения верхнего пуансона – 2 мм/мин с записью диаграммы «нагрузка–ход». Максимальное давление при формовании составляло ~ 750 МПа, что превышает соответствующие пределы прочности и текучести для массивных меди и титана [11]. После достижения предельного давления, проводилась выдержка при постоянных линейных размерах формируемого образца в течение 10 минут (релаксация напряженного состояния). Процесс термической обработки (спекания), в рамках данного исследования, не проводился.

Изучение микроструктуры поверхности образцов осуществляли с помощью растрового электронного микроскопа Quanta 200 i 3D FEI (ускоряющее напряжение – 30 кВ, давление остаточной атмосферы – ~ 10<sup>-3</sup> Па). Плотность образцов определяли методами: гидростатического взвешивания в дистиллированной воде; измерения их массы и линейных размеров. Измерение массы при комнатной температуре проводили на аналитических весах XS-204.

### Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены зависимости (диаграммы прессования) плотности  $\rho$  от давления прессования  $p$  механических смесей исходных порошков с содержанием меди 10 и 40 масс. %. Они получены при обработке пер-

вичных экспериментальных данных «нагрузка прессования – ход верхнего пуансона».

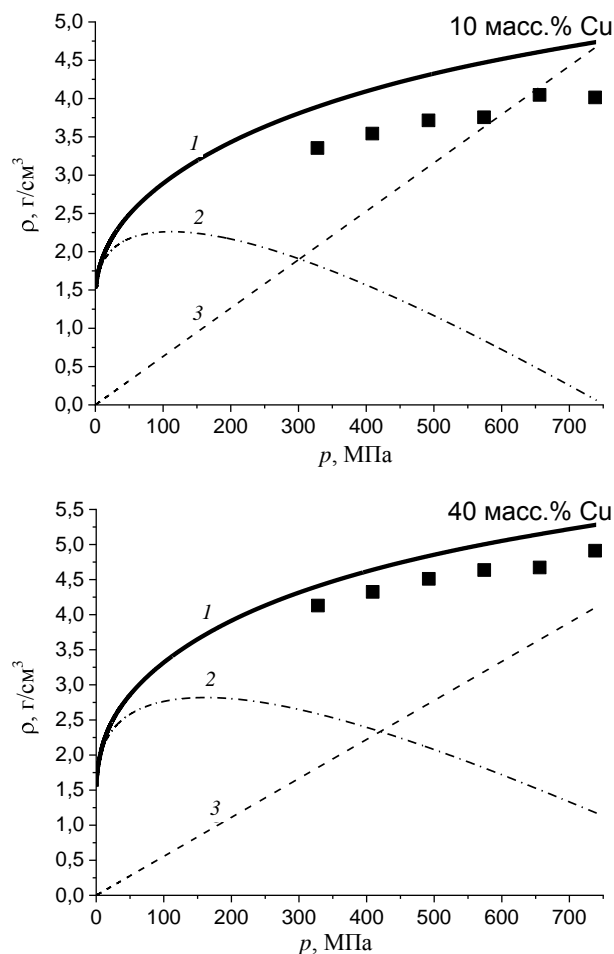


Рис. 1. Диаграммы прессования смеси порошков меди и титана (■ – после извлечения; до извлечения: 1 – исходная диаграмма; 2 – вклад укладки/перераспределения структурных элементов; 3 – деформационный вклад).

В настоящее время, для рассмотрения процесса прессования нет единого теоретического подхода. В частности, при описании формования порошковых композитных материалов широко применяется дискретно-континуальная модель [12–15]. В ней, деформируемое тело рассматривается как пластически сжимаемый дисконтинуум с кусочно-постоянными свойствами. Перспективным направлением можно назвать механику структурно-неоднородных материалов. Она изучает поведение элементов структуры материала на различных масштабных уровнях: макро-, микро- и мезо- [16]. В связи с ростом возможностей современной вычислительной техники, широко используются моделирование методом конечных элементов [17]. Для описания

диаграмм прессования применяются различные аппроксимирующие уравнения [15, 18–20]. Их коэффициенты находятся из эмпирических данных. Среди подобных аппроксимирующих функций можно выделить следующие их виды [18–20]: степенное  $\rho = (p/p_0)^m$ , логарифмическое  $\rho = b \cdot \ln(p/p_0) + a$  и экспоненциальное  $\rho = b + a \cdot \exp(-p/p_0)$ , где  $\rho$  – плотность,  $p$  – давление формования,  $a$ ,  $b$ ,  $m$  и  $p_0$  – подгоночные параметры. В нашем случае не одно из них не позволяет полностью описать диаграммы прессования порошковой системы «титан–

медь» (до извлечения) в исследуемом диапазоне давлений формования (до 750 МПа) – лишь область более 300 МПа (линейные зависимости в соответствующих координатах). При этом, наилучшее согласие с экспериментальными данными дают степенное и логарифмическое регрессионные уравнения. В таблице представлены результаты нахождения (логарифмического и степенного) предельного давления прессования  $p_0$ , при котором плотность прессовки будет соответствовать плотности безпористого материала  $\rho_0$ .

Таблица

*Значения предельного значения давления прессования (в МПа) для образцов до и после их извлечения из закрытой пресс-формы*

Тип уравнения	10 масс. % Cu		40 масс. % Cu	
	До	После	До	После
Логарифмическое	745 ± 3	1600 ± 10	1010 ± 8	1853 ± 5
Степенное	741 ± 3	1414 ± 8	930 ± 10	1690 ± 7

В целом,  $p_0$  (до извлечения из пресс-формы) имеют близкие соответствующие значения для используемых аппроксимирующих функций и меньше пределов, полученных при прессовании чистых порошков меди и титана – 1160 ± 9 и 1420 ± 10 МПа (приведены данные для логарифмического уравнения), соответственно. Данный факт обусловлен формой частиц меди и титана. В частности, частицы титанового порошка, полученные восстановлением оксидов металлов гидридом кальция, имеют неправильную (иррегулярную) форму. Частицы меди представляют собой дендритообразную форму, которая обусловлена электролитическим способом их производства. Согласно данным электронной микроскопии и гранулометрии, размеры частиц титана несколько больше чем для меди. Средние размеры частиц: титана – 18 мкм (максимальный – 300 мкм); меди – 12 мкм (максимальный – 220 мкм). Их сочетание в смеси способствует более компактному заполнению предоставленного объема при приложении меньшего давления за счет увеличения среднего числа ближайших соседей.

Результаты измерения плотности спрессованного материала после его извлечения из пресс-формы указывают на более низкие значения в сравнении с беспористым (массивным) материалом и находящемся в пресс-

форме. При этом, при фиксированном содержании меди и росте давления формования наблюдается увеличение данной разницы близкое к линейной зависимости. Увеличение содержания меди при фиксированной нагрузке приводит к уменьшению последней. Вышеуказанные различия обусловлены, прежде всего, упругим последствием, зависящего от прикладываемого давления, состава, физических и механических свойств исходных компонентов порошкового тела (в том числе и воздушных полостей). При этом изменение линейных размеров исследуемых образцов происходит преимущественно в направлении приложения нагрузки, совпадающего с осью цилиндрического образца. Следующим фактором, обуславливающим данное различие, является наличие порового пространства, которое обусловлено следующими причинами:

1. Сложная форма частиц используемых порошков. При их деформации под воздействием внешней нагрузки образуются полости, в которые затруднен доступ материала при применяемых давлениях прессования.

2. Трение между частицами порошков и со стенками матрицы пресс-формы. Возникновению трения также способствует и неправильная форма частиц используемых порошков.

3. Недостаточное давление формования, обусловленное характеристиками установки

прессования (усилие прессования до 100 кН) и материала используемой пресс-формы. Можно также отметить, что значения предельного давления прессования, до и после извлечения из пресс-формы, отличаются практически в 2 раза.

Согласно [13–15], можно выделить следующие основные процессы, происходящие при формовании порошковых систем: 1) взаимное перераспределение/укладка структурных элементов (арки, агломераты, поры и т. д.), образованных частицами меди и титана до новой более плотной и жесткой конфигурации; их упругая/неупругая деформация, а также материала исходных порошков титана и меди. Вследствие этого плотность конечного продукта  $\rho$  можно представить как результат суперпозиции вышеуказанных вкладов  $\rho = \rho_{def} + \rho_{pack}$ , где  $\rho_{pack}$  – вклад в плотность  $\rho$  за счет укладки, а  $\rho_{def}$  – за счет деформации. При этом уплотнение  $\rho_{def}$  прямо пропорционально давлению прессования  $p$  [15]. Оно принимает максимальное значение, равное плотности безпористого образца  $\rho_0$ , при предельном давлении формования  $p_0$ . При этом, в каждый момент времени, давление в прессовке уравнивается внешнее (прикладываемое) давление. Это обусловлено тем, что скорость движения пуансона намного меньше соответствующих скоростей распространения упругих волн в используемых исходных материалах. Таким образом, процесс формования можно рассматривать как квазистатический. В работе [15] показано, что для практического применения при описании диаграмм прессования порошков наилучшим образом подходит логарифмическое уравнение. Для дальнейшей обработки экспериментальных данных воспользуемся данным типом аппроксимирующей функции. На рис. 1 представлены результаты разделения на диаграммах вкладов перераспределения/укладки структурных элементов ( $\rho_{pack}$ ) и упругой/неупругой деформации ( $\rho_{def}$ ). На рис. 2 приведены значения первой  $d\rho/dp$  (интенсивность уплотнения) и второй  $d^2\rho/dp^2$  производных от диаграмм прессования от давления прессования. Причем  $d\rho_{def}/dp$  в относительных единицах для рассматриваемых составов равно единице.

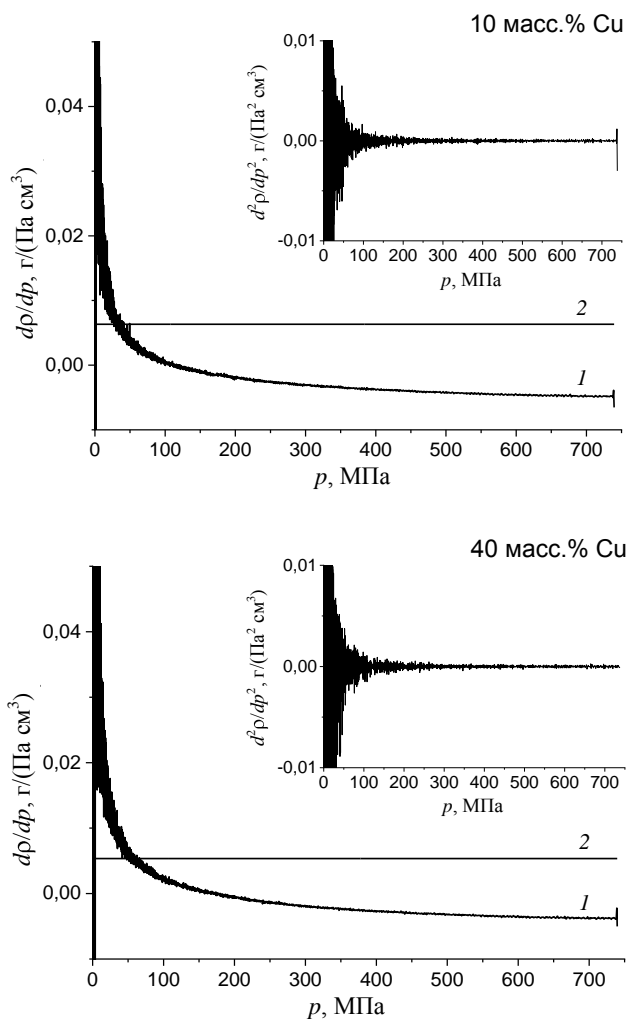


Рис. 2. Зависимость первой  $d\rho/dp$  и второй  $d^2\rho/dp^2$  (во вставке) производных диаграмм прессования при различном содержании меди (1 – вклад укладки/перераспределения; 2 – вклад деформации).

Анализ данных рис. 1 и 2 позволяет выделить несколько характерных областей (по прикладываемому давлению):

1. От 0 до ~ 50 МПа. Для неё характерен большой разброс в значениях первой  $d\rho/dp$  и второй  $d^2\rho/dp^2$  производных. Величина  $d\rho/dp$  в этой области максимальна, что свидетельствует о наибольшей скорости уплотнения. Большие флуктуации  $d\rho/dp$  и  $d^2\rho/dp^2$  обусловлены, прежде всего, скачкообразным перераспределением и разрушением структурных элементов образованных при свободной засыпке смеси порошков. При этом преобладает межчастичное проскальзывание. Ширина данной области практически не зависит от состава исследуемой смеси порошков. Таким образом, физико-механические свойства частиц порошков смеси, на данном участке диаграмм

мы прессования, не являются определяющими. В её пределах находится давление, при котором скорости уплотнения за счет перераспределения/укладки и деформации будут равны, т. е.  $dp_{def}/dp = dp_{pack}/dp$ . Границе данного участка, для рассматриваемых содержаний меди, соответствует пористость образцов порядка 50 %. Согласно данным работы [14], при пористости менее 50 % (в случае однокомпонентных материалов) начинается уплотнение через пластическую деформацию частиц порошка. В нашем случае, данной области соответствует предел текучести отожженной меди (30–50 МПа) [11].

2. От 50 МПа до  $\sim 0,15 \cdot p_0$ . Этой области соответствует максимум уплотнения за счет перераспределения структурных элементов  $\rho_{pack}$ . При этом флуктуации значений интенсивности уплотнения и второй производной остаются значительными, но в несколько раз меньшими чем на предыдущем этапе. Это обусловлено, прежде всего, скачкообразным разрушением первичных структурных образований, образованных мелкой фракции титановых и медных частиц. При этом деформация крупных частиц титана, находится преимущественно в упругой области, а меди – пластическая. В абсолютных единицах наблюдается смещение максимума вклада  $\rho_{pack}$  в область больших давлений по мере увеличения содержания меди. В относительных единицах (координаты  $\rho/\rho_0 - p/p_0$ ) данное положение остается практически неизменным и составляет порядка  $0,15 \cdot p_0$  для рассматриваемых содержаний меди в исходных образцах. Уплотнение за счет деформации  $\rho_{def}$  для данной точки в два раза меньше чем за счет перераспределения структурных элементов:  $\rho_{pack} = 2\rho_{def}$ . Завершению данного этапа соответствует давление при котором начинается пластическая деформация более твердого материала – титана.

3. От  $0,15 \cdot p_0$  до  $0,40 \cdot p_0$ . На этом участке уплотнение за счет укладки (как и на предыдущих) превосходит уплотнение за счет деформации. Но скорость  $dp_{pack}/dp < 0$  – наблюдается уменьшение величины уплотнения  $\rho_{pack}$ . При давлении  $0,40 \cdot p_0$  вклад уплотнений за счет вышеуказанных механизмов одинаковый:  $\rho_{pack} = \rho_{def}$ . Помимо вышеуказанного процесса и пластической деформации меди и титана начинается разрушение медных час-

тиц, т. к. прикладываемые давления превышают предел прочности для массивной меди [11].

4. Выше  $0,40 \cdot p_0$ . На этой стадии вклад перестройки структурных элементов меньше деформационного. При этом координационное число первичных структурных элементов порошкового тела достигает своей предельной величины. Прикладываемое давление в данной области превышает пределы пластичности материалов используемых частиц и, на завершающих этапах, сравнимо с пределом прочности титана. Что приводит к формированию более плотной структуры в областях местонахождения частиц меди. При этом медь выполняет роль амортизирующего материала и не дает разрушаться частицам титана – они, в целом, сохраняют свою форму. На данный факт указывают результаты растровой электронной микроскопии на образцах полученных даже при больших давлениях (рис. 3).

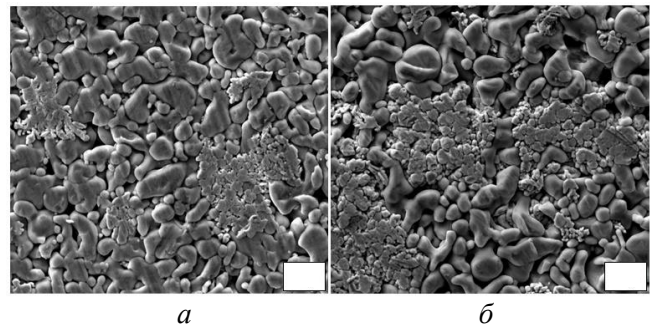


Рис. 3. Растровая электронная микроскопия поверхности порошковых материалов с содержанием меди 10 масс. % (а) и 40 масс. % (б). Максимальное давление прессования 740 МПа. Размер поля –  $200 \times 200$  мкм<sup>2</sup>.

## Заключение

На основании вышеизложенного можно сделать следующие выводы:

1. Наилучшее согласие с экспериментальными диаграммами прессования получено для степенного и логарифмического аппроксимирующих уравнений. Определены значения предельного давления прессования. Отмечается, что предельное давление после извлечения из пресс-формы больше соответствующего значения до извлечения.

2. Плотность спрессованного материала после его извлечения из пресс-формы меньше значений для беспористого и материала, находящегося в пресс-форме. Вышеуказанные раз-

личия обусловлены упругим последствием и наличием порового пространства.

3. Выделяется четыре области (по давлению прессования): 1) до 50 МПа; 2) от 50 МПа до  $\sim 0,15 \cdot p_0$  ( $p_0$  – предельное давление); 3) от  $0,15 \cdot p_0$  до  $0,40 \cdot p_0$ ; 4) выше  $0,40 \cdot p_0$ . Их границы определяются механическими свойствами материалов используемых порошков (меди и титана) и преобладающими процессами (взаимное перераспределение/укладка структурных элементов и их упругая/неупругая деформация, а также материала исходных порошков), происходящими на каждом из них.

Результаты данной статьи могут быть использованы при разработке и оптимизации технологии получения материалов систем «металл–металл» методами порошковой металлургии.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Либенсон Г. А., Лопатин В. Ю., Комарницкий Г. В. Процессы порошковой металлургии. Т. 2. Формирование и спекание. – М.: МИСИС, 2002.
2. Kablov E. N., Grashchenkov D. V., Shchetanov B. V. // Composites: Mechanics, Computations, Applications. 2013. Vol. 4. № 1. P. 65.
3. Prosviryakov A. S. // Journal of Alloys and Compounds. 2015. Vol. 632. P. 707.
4. Панькин Н. А., Сигачев А. Ф., Луконькина А. С., Чистяков Н. И., Мишкин В. П. // Прикладная физика. 2018. № 5. С. 71.
5. Ryachin A., Burkov A. A., Komarova V. S. // J. Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2013. Vol. 7. № 3. P. 515.
6. Курзина И. А., Козлов Э. В., Попова Н. А., Калашиников М. П., Никоненко Е. Л., Савкин К. П., Окс Е. М., Шаркеев Ю. П. // Известия РАН. Серия физическая. 2012. Т. 76. № 11. С. 1384.
7. Панькин Н. А., Окин М. А., Чистяков Н. И., Сигачев А. Ф., Луконькина А. С. // Прикладная физика. 2016. № 5. С. 60.
8. Shtansky D. V., Levashov E. A., Sheveiko A. N., Moore J. J. // J. Mater. Syn. Proc. 1998. Vol. 6. № 1. P. 61.
9. Амосов А. П., Латухин Е. И., Федотов А. Ф., Ермошкин А. А., Алтухов С. И. // Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2011. № 1. С. 46.
10. Прибытков Г. А., Коростелева Е. Н., Гурских А. В., Коржова В. В. // Известия вузов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2011. № 4. С. 16.
11. Бобылев А. В. Механические и технологические свойства металлов. – М.: Металлургия, 1987.
12. Друянов Б. А. Прикладная теория пластичности пористых тел. – М.: Машиностроение, 1989.
13. Штерн М. Б. Феноменологические теории прессования порошков. – Киев: Наукова думка, 1982.
14. Цеменко В. Н. Деформирование порошковых сред. – СПб.: Изд-во СПбГТУ, 2001.
15. Двилис Э. С., Хасанов О. Л., Чартнук П., Соколов В. М. // Известия ВУЗов. Физика. 2013. Т. 56. № 7-2. С. 227.
16. Панин В. Е. Структурные уровни пластической деформации и разрушения. – Новосибирск: Наука, 1990.
17. Цеменко В. Н., Ганин С. А., Фук Д. В. // Механика и физика материалов. 2016. № 25. С. 68.
18. Верниковский В. Е., Ларин А. П., Лосев С. А., Класс С. А. // Огнеупоры. 1969. № 11. С. 22.
19. Кунин Н. Ф., Юрченко Б. Д. // Порошковая металлургия. 1963. № 6. С. 3.
20. Константинова Т. Е., Деканенко В. М., Волкова Г. А. // Материаловедение. 2000. № 1. С. 36.

PACS: 61.43.Gt, 61.66.Fn, 62.20.Fe

## Investigation of pressing diagrams during molding a mixture of titanium and copper powders

*N. A. Pan'kin, A. F. Sigachev, A. D. Nazarov, and V. P. Mishkin*

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

*Received March 24, 2020*

*The analysis of density-pressure diagrams was carried out during one-sided cold pressing of a mixture of copper and titanium powders in a closed mold. The main stages of molding, their boundaries (according to the applied pressure) and the characteristic processes occurring at*

***each of them – the destruction/laying of structural elements and their elastic/plastic deformation are revealed.***

*Keywords:* metal powder, pressing diagram, density, porosity, ultimate pressure, particle shape.

## REFERENCES

1. G. A. Libenson, V. Yu. Lopatin, and G. V. Komarnickiy, *Processes of powder metallurgy. Vol. 2. Formation and sintering* (MISIS, Moscow, 2002) [in Russian].
2. E. N. Kablov, D. V. Grashchenkov, and B. V. Shchetanov, *Composites: Mechanics, Computations, Applications* **4** (1), 65 (2013).
3. A. S. Prosviryakov, *Journal of Alloys and Compounds* **632**, 707 (2015).
4. N. A. Pankin, A. F. Sigachev, A. S. Lukonkina, and V. P. Mishkin, *Applied Physics*, № 5, 71 (2018) [in Russian].
5. S. A. Pyachin, A. A. Burkov, and V. S. Komarova, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques* **7** (3), 515 (2013).
6. I. A. Kurzina, E. V. Kozlov, N. A. Popova, M. P. Kalashnikov, Ye. L. Nikonenko, K. P. Savkin, Ye. M. Oks, and Yu. P. Sharkeyev, *Izvestiya RAN. Seriya fizicheskaya* **76** (11), 1384 (2012).
7. N. A. Pankin, M. A. Okin, N. I. Chistyakov, A. F. Sigachev, and A. S. Lukonkina, *Applied Physics*, № 5, 60 (2016) [in Russian].
8. D. V. Shtansky, E. A. Levashov, A. N. Sheveiko, and J. J. Moore, *J. Mater. Syn. Proc.* **6** (1), 61 (1998).
9. A. P. Amosov, E. I. Latukhin, A. F. Fedotov, A. A. Yermoshkin, and S. I. Altukhov, *Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya*, № 1, 46 (2011) [in Russian].
10. G. A. Pribytkov, Ye. N. Korosteleva, A. V. Gurskikh, and V. V. Korzhova, *Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya*, № 4, 16 (2011) [in Russian].
11. A. V. Bobylev, *Mechanical and technological properties of metals*. (Metallurgy, Moscow, 1987) 208 p. [in Russian].
12. B. A. Druyanov, *Prikladnaya teoriya plastichnosti poristykh tel*. (Mashinostroyeniye, Moscow, 1989) [in Russian].
13. M. B. Shtern, G. G. Serdyuk, and L. A. Maksimenko, *Phenomenological theories of pressing powders* (Naukova Dumka, Kiev, 1982) [in Russian].
14. V. N. Tsemenko, *Deformirovaniye poroshkovykh sred*. (Izd-vo SPbGTU, Sanct-Peterburg, 2001) [in Russian].
15. E. S. Dvilis, O. L. Hasanov, P. Chatpuk, and V. M. Sokolov, *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved., Fiz.* **56** (7-2), 227 (2003) [in Russian].
16. V. Ye. Panin, *Strukturnyye urovni plasticheskoy deformatsii i razrusheniya*. (Nauka, Novosibirsk, 1990) [in Russian].
17. V. N. Tsemenko, S. A. Ganin, and D. V. Fuk, *Mekhanika i fizika materialov*, № 25, 68 (2016) [in Russian].
18. V. Ye. Vernikovskiy, A. P. Larin, S. A. Losev, and S. A. Klass, *Ogneupory*, № 11, 22 (1969) [in Russian].
19. N. F. Kunin and B. D. Yurchenko, *Poroshkovaya metallurgiya*, № 6, 3 (1963) [in Russian].
20. T. Ye. Konstantinova, V. M. Dekanenko, and G. A. Volkova, *Materialovedeniye*, № 1, 36 (2000) [in Russian].