

УДК 621.777.4.004

д.т.н. Рябичева Л. А.

(ЛГУ им. В. Даля, г. Луганск, ЛНР, ryabic@gmail.com),

к.т.н. Коробко Т. Б.

(ДонГТИ, г. Алчевск, ЛНР, korobko.tamara@rambler.ru)

## ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНОЙ МЕДИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ

*В работе представлена новая технология получения наноструктурной порошковой меди штамповкой с противодавлением. Приведена схема штампа. Исследованы структура и физико-механические свойства полученного материала. Показано, что за два цикла штамповки можно получить компактную медь с размером зерна 88 нм.*

**Ключевые слова:** порошок меди, мелкая фракция, штамповка с противодавлением, микроструктура, рентгеноструктурный анализ, кристаллическая решетка, микротвердость, величина зерна.

**Проблема и её связь с научными и практическими задачами.** Интенсивная пластическая деформация (ИПД) позволяет получить наноструктуру, в результате чего изменяются физико-механические свойства материала: прочностные характеристики растут, а пластические снижаются, изменяются электрические, магнитные свойства, стойкость к износу и коррозии [1]. Получение наноструктуры достигается накоплением деформации при многократном деформировании заготовки и сохранении ее первоначальной формы и размеров. Оптимальным вариантом создания наноструктуры является схема, при которой в деформированной заготовке возникает всестороннее неравномерное сжатие. Для ИПД без формоизменения заготовок используют различные схемы деформирования: кручение под давлением, равноканальное угловое прессование (РКУ-прессование), винтовое прессование, «песочные часы» [2].

В последнее время разработан ряд новых схем, применение которых повышает эффективность деформирования за счет создания противодействия. Согласно работам [3, 4], РКУ и винтовое прессование с противодавлением обеспечивают получение наноструктуры материала с размером зерна менее 100 нм.

Способ пластической деформации материалов за счет уменьшения поперечного сечения заготовки в одном направлении при увеличении ее сечения в другом с приложением к переднему торцу противодействия величиной не меньшей, чем предел текучести материала заготовки, рассмотрен в работе [4]. Согласно способу [5], заготовку выдавливают через конусную матрицу, осаживают выдавленную часть заготовки и последовательно многократно повторяют эти операции.

Авторы работы [6] предложили способ пластического структурообразования металлов интенсивной пластической деформацией, согласно которому металлическую заготовку помещают в матрицу, установленную на плите с большой шероховатостью поверхности. На заготовку устанавливают сплошной и полый пуансоны, осуществляют закрытую осадку, а затем производят полым пуансоном обратное выдавливание до тех пор, пока металл не заполнит примерно 90 % его полости, после чего осуществляют прямое выдавливание металла внутренним сплошным пуансоном до совпадения нижних поверхностей полого и сплошного пуансонов. Далее вновь проводят обратное, а затем прямое выдавливание. После этого пуансоны извлекают из матрицы, матрицу переворачи-

вают на  $180^\circ$ , ставят на шероховатую подставку и повторяют все операции до тех пор, пока не будет получена необходимая структура металла.

Однако наноструктурные материалы не нашли еще широкого применения в машиностроении вследствие трудности изготовления деталей и сохранения наноструктуры. Основными причинами являются: ограниченность формы и размеров получаемых изделий, низкие характеристики пластичности, анизотропия структуры и нестабильность свойств, сложность и низкая стойкость оснастки, высокие давления деформирования [1].

Поэтому актуальными являются дальнейшее развитие способов получения наноструктурных материалов и переход от теоретических исследований к поиску методов изготовления деталей, которые требуют разработки новых, более эффективных схем ИПД и технологического оснащения для их реализации, исследования свойств и разработки технологических процессов.

**Постановка задачи.** Для повышения физико-механических свойств порошковых деталей и снижения трудоемкости их изготовления необходима дальнейшая разработка новых схем ИПД, которые позволят изготавливать штамповкой на первом этапе простые по форме детали типа тел вращения.

В связи с этим *целью* данной работы явились разработка технологии интенсивной пластической деформации порошковых материалов путем создания схемы сжатия с противодавлением, обеспечивающей получение наноструктуры, и исследование влияния схемы деформирования на микроструктуру и механические свойства.

**Объект исследования** — технология интенсивной пластической деформации порошковых материалов.

**Предмет исследования** — микроструктура и физико-механические свойства порошкового материала.

**Задачи** исследования:

- разработка схемы штампа для ИПД;
- выбор величины противодавления;
- микроструктурный и рентгеноструктурный анализ образцов материала;
- исследование физико-механических свойств материала.

**Методика исследования.** Для исследования использовали медный порошок, полученный из лома медных проводников тока марки М1 с частицами, имеющими размер менее 100 мкм и размер зерна в частицах 3–5 мкм. Технологический процесс изготовления заготовок для ИПД состоял из операций: компактирование, горячая штамповка и отжиг.

Заготовки нагревали до температуры  $900\text{--}920^\circ\text{C}$  в среде «синтез газа», выдерживали 7 мин и штамповали в закрытом штампе со степенью поперечной деформации 0,23 и осевой 0,17. Относительная плотность заготовок после штамповки составила 0,97–0,99, размеры:  $a = 10,5$  мм,  $b = 6,3$  мм,  $c = 54,7$  мм, средняя твердость НВ 5/2452/30–95, размер зерна 1,5–2 мкм.

Для снятия наклепа заготовки отжигали в той же среде при температуре  $500\text{--}520^\circ\text{C}$  в течение 360 с. При этом размер зерна несколько увеличился и в среднем составлял 3–5 мкм.

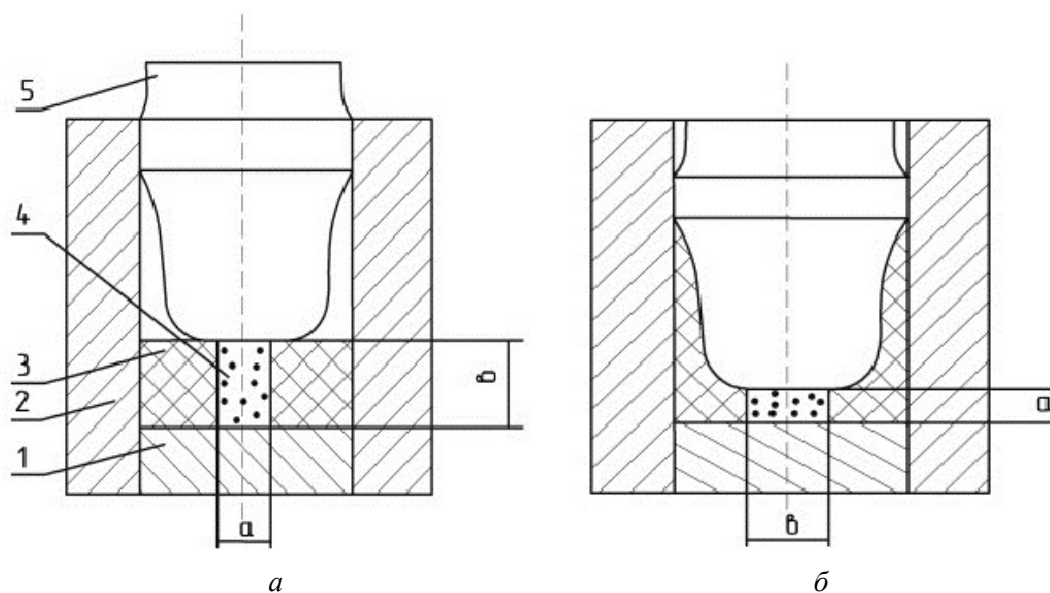
Из заготовок вырезали призматические образцы с размерами  $a = 14,9$  мм,  $b = 8,16$  мм,  $c = 12,8$  мм, которые подвергали закрытой штамповке в штампе (рис. 1) [6]. Образец 5, имеющий форму прямоугольного параллелепипеда с высотой  $a$  и сторонами основания  $b$  и  $c$ , устанавливали в полость матрицы 2 на опорную плиту 1 (рис. 1, а). Выполняли штамповку пуансоном 5. При этом высота становилась равной  $b$ , стороны основания, контактирующие с упругим элементом 3, приобретали размер  $a$  (рис. 1, б). Упругий элемент 3 сжимается, создавая противодействие, препятствующее разрушению образца 4. Согласно расчету, величина противодействия составляла 110 МПа [7]. Образец 4 извлекали из матрицы 2, поворачивали на  $90^\circ$ , повторно штамповали с высоты  $a$  до

высоты  $h$ ; процесс повторялся два раза. Давление штамповки не превышало 800 МПа. Штамповка с противодавлением, которое создается упругим элементом, повышает ресурс пластичности металла, происходит измельчение зерна и изменение физико-механических свойств. За первый цикл степень деформации составляла 0,53, за второй — 0,5, общая степень деформации — 1,03, выполнено два цикла. Давление деформирования на первом цикле составило 2055 МПа, на втором вследствие упрочнения давление повысили до 2240 МПа.

Теоретическая плотность порошкового материала  $8,94 \text{ г/см}^3$  достигнута после

первого цикла деформации. Изменение микротвердости после каждого цикла показано в таблице 1.

Микроструктуру меди и размер зерна изучали на растровом электронном микроскопе РЭММА-102, который предназначен для исследования топографии поверхности объектов в твердом состоянии и определения элементного состава объектов. Определяли микротвердость на приборе ПМТ-3. Величину области когерентного рассеивания (ОКР) и микроискажения кристаллической решетки определяли на рентгеновской установке ДРОН-4, расчеты вели по формуле Дебая — Шеррера [8].



а — начальное положение; б — конечное положение

Рисунок 1 Схема штампа для ИПД

**Изложение материала и его результаты.** При выполнении закрытой штамповки в объеме образца наблюдаются те же зоны деформации, что и при открытой осадке: в центре образца — зона прилипания, далее следует зона интенсивной деформации, следующая зона — течение металла ограничено стенками матрицы. Этот факт течения металла подтверждается анализом рентгенограмм (рис. 2).

На рисунке 2 представлены кривые распределения интенсивности импульсов в за-

висимости от угла скольжения для каждого профиля рентгеновских интерференционных линий, снятых с образцов. В таблице 1 приведены размеры ОКР и микроискажений кристаллической решетки. Размеры ОКР зависят от интенсивности течения металла по зонам. Анализ результатов расчета ОКР после первого цикла штамповки показал наибольший размер ОКР во второй зоне. После второго цикла штамповки размеры ОКР отличаются незначительно, что, очевидно, связано с упрочнением металла,

которое проявляется в изменении микротвердости. Увеличение микротвердости после второго цикла составляет 0,4 ГПа вследствие упрочнения конгломерата частиц порошка. Наибольшие микроискажения кристаллической решетки  $\Delta d/d$  также наблюдаются во второй зоне интенсивной деформации металла.

Установлено, что с увеличением степени деформации проявляется её текстура (рис. 2). Она проявляется в том, что величина импульсов изменяется неравномерно по кристаллографическим плоскостям. По плоскости (111) она составляет 22500 имп/с, по

плоскости (311) — 45700 имп/с, по плоскости (220) — 30000 имп/с. Это связано с изменением интенсивности течения металла и, соответственно, изменением областей когерентного рассеивания и микроискажений кристаллической решетки.

Размер зерен по разным кристаллографическим плоскостям отличается, что свидетельствует о наличии текстуры деформации зерен. Наименьшая величина зерна 88 нм достигнута по плоскости (111), которая соответствует наиболее интенсивному скольжению металла.

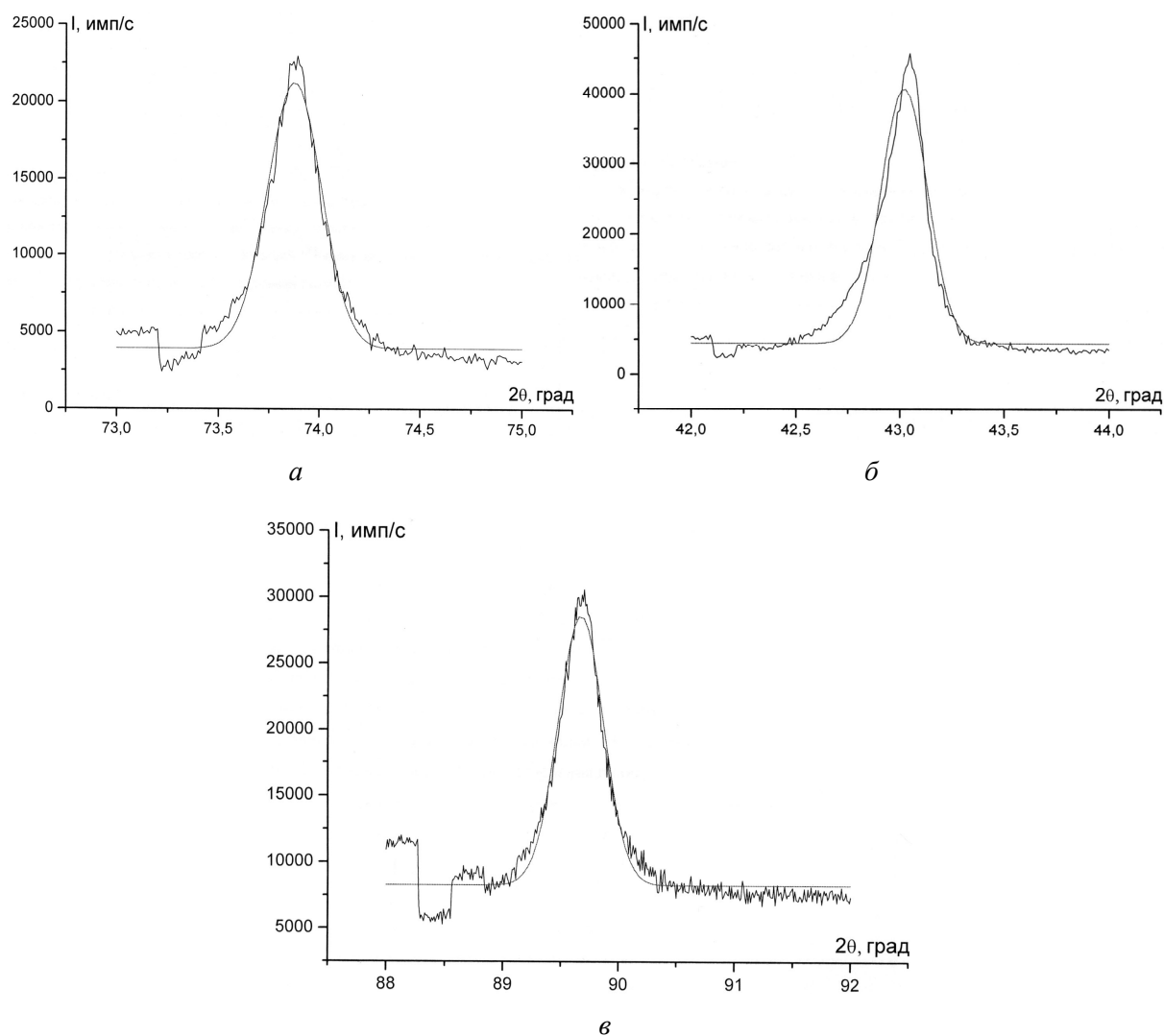


Рисунок 2 Рентгенограммы по кристаллографическим плоскостям:  
а — (111), б — (311), в — (220)

Таблица 1

Размеры ОКР, величина микроискажений кристаллической решетки  $\Delta d/d$  и микротвердость меди  $H_\mu$  после каждого цикла штамповки в закрытой матрице

Количество циклов штамповки	1 цикл			2 цикл		
	1 зона	2 зона	3 зона	1 зона	2 зона	3 зона
Размеры ОКР, нм	25	35	27	35	38	37
$\Delta d/d$ , нм	0,36	0,38	0,37	0,37	0,38	0,38
$H_\mu$ , ГПа	3,2	3,5	3,4	3,6	3,9	3,8
$d_z$ , нм	127	103	101	111	88	102

Электронно-микроскопические исследования показали, что структура в результате деформации претерпевает значительные изменения (рис. 3). После первого цикла штамповки размер зерна уменьшился в среднем до 111 нм, после второго

цикла составил в среднем 100 нм. До деформации средний размер зерна в частицах составлял 30 мкм. После второго цикла штамповки получена однородная структура без видимых дефектов со средним размером зерна 88 нм.

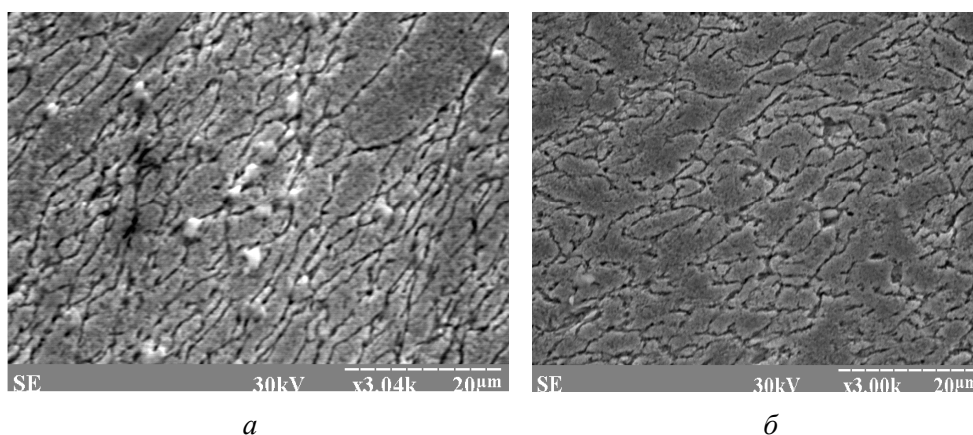


Рисунок 3 Микроструктура меди после штамповки: первый цикл — а, второй цикл — б

**Выводы и направление дальнейших исследований.** Выполненные исследования позволили сделать следующие выводы:

1. Разработана новая технология и оснастка для получения наноструктурных материалов способом многократной закрытой штамповки.

2. Установлена величина противодавления в закрытом штампе, позволяющая избежать появления трещин и разрушения образцов и получить компактный материал.

3. Микроструктурный и рентгеноструктурный анализ образцов позволил определить величину зерна меди. Наименьшая величина зерна 88 нм достигнута по плос-

кости (111). Установлено наличие текстуры деформации зерен по различным кристаллографическим плоскостям.

4. Исследованы физико-механические свойства материала. Относительная плотность заготовок после штамповки составила 0,97–0,99. Теоретическая плотность меди получена после первого цикла штамповки. Микротвердость увеличилась в сравнении с отожженной медью вследствие упрочнения материала.

Дальнейшие исследования должны быть направлены на применение разработанной технологии ИПД для конкретной детали машиностроения.

**Библиографический список**

1. Валиев, Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией [Текст] / Р. З. Валиев, И. В. Александров. — М. : Логос, 2000. — 271 с.
2. Андриевский, Р. А. Наноструктурные материалы [Текст] / Р. А. Андриевский, А. В. Рагуля. — М. : Издательский центр «Академия», 2005. — 192 с.
3. Рааб, Г. И. Структура и свойства меди после РКУ-прессования в условиях повышенных давлений [Текст] / Г. И. Рааб, Н. А. Красильников, И. В. Александров, Р. З. Валиев // Физика и техника высоких давлений. — ВНУ им. В. Даля, 2000. — Т. 10. — №4. — С. 73–77.
4. Пат. 59856 А Украина, 7В21 С25/00. Спосіб деформаційної обробки матеріалів / Я. Ю. Бейгельзимер, С. Г. Синков, Д. В. Орлов та ін. ; заявник і патентовласник СНУ ім. В. Даля. — № 20021210583 ; заявл. 26.12.02 ; опубл. 15.09.03, Бюл. № 9. — 4 с.
5. Пат. 25349 Украина, МПК (2006) С22F 1/08. Спосіб одержання міді з брухту мідних провідників струму / Л. О. Рябічева, О. П. Скляр, А. Т. Циркін ; заявник і патентовласник СНУ ім. В. Даля. — № 200702207 ; заявл. 01.03.07 ; опубл. 10.08.07, Бюл. № 12. — 2 с.
6. Пат. 40382 Украина, МПК (2009) В21J 5/00. Спосіб пластичного структуроутворення металів при інтенсивній пластичній деформації / Л. О. Рябічева, А. Т., Циркін, М. В. Білошицький, В. В. Смоляк, Т. А. Рябовол ; заявник і патентовласник СНУ ім. В. Даля. — № 200811533 ; заявл. 25.09.08 ; опубл. 10.04.09, Бюл. № 7. — 3 с.
7. Raab, G. I. Processing Ultrafine-Grained Copper by ECAP with Controlled BackPressure [Text] / G. I. Raab, N. A. Krasilnikov, R. Z. Valiev // Ultrafine Grained Materials III, Proceedings of Symposium held during TMS 2004. — USA, 2004. — P. 137.
8. Цыбуля, С. В. Рентгеноструктурный анализ ультрадисперсных систем: формула Дебая [Текст] / С. В. Цыбуля, Д. А. Яценко // Журнал структурной химии. — 2012. — Т. 53. — С.155–171.

© Рябічева Л. А.© Коробко Т. Б.

**Рекомендована к печати д.т.н., проф., зав. каф. ПХЛ ЛГУ им. В. Даля Гутько Ю. И.,  
к.т.н., доц., зав. каф. ОМДиМ ДонГТИ Денищенко П. Н.**

Статья поступила в редакцию 22.09.2020.

**Doctor of Technical Sciences Ryabicheva L. A.** (LSU named after V. Dahl, Lugansk, LPR, ryabic@gmail.com), **PhD in Engineering Korobko T. B.** (DonSTI, Alchevsk, LPR, korobko.tamara@rambler.ru)

# **TECHNOLOGY FOR PRODUCING NANOSTRUCTURED COPPER BY INTENSIVE PLASTIC DEFORMATION**

*This paper presents a new technology for producing nanostructured powdered copper by die forging with counter pressure. A graph of the die is shown. The structure and physical and mechanical properties of the obtained material are investigated. It is shown that the compact copper with a grain size of 88 nm can be obtained in two die forging cycles.*

**Key words:** copper powder, fine fraction, die forging with counter pressure, microstructure, x-ray crystallography, crystal lattice, microhardness, grain size.