

Влияние предварительной подготовки порошков на свойства материалов для контактов вакуумных выключателей

А. И. Хоменко, Ю. И. Найда, А. А. Хоменко*

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, Киев, home-n-cow@yandex.ru

*Национальный технический университет Украины "Киевский политехнический институт"

Исследовано влияние предварительной подготовки порошков меди и хрома на свойства материалов для контактов электрических вакуумных выключателей. Установлена возможность получения равномерного распределения компонентов в структуре материала при малом времени предварительного размола меди.

Ключевые слова: вакуумные выключатели, медь, хром, размол порошков, микроструктура.

Равномерность распределения составляющих в структуре Cu—Cr композитов, используемых в качестве дугогасительных контактов электрических вакуумных выключателей, оказывает существенное влияние на их эксплуатационные характеристики [1]. Композиты Cr—Cu получают в основном методом порошковой металлургии, который включает смешивание порошков и их дальнейшую консолидацию различными способами с целью достижения необходимых свойств. Уплотнение Cu—Cr композитов методом ударного горячего прессования (УГП) в диапазоне температур твердофазного спекания решает многие технологические проблемы, в частности обеспечивает высокую плотность и механическую прочность материала, однако не позволяет достичь равномерного смешения компонентов при традиционном режиме получения смеси, который заключается в размалывании—смешивании порошков в шаровом барабане длительное время (48 ч) [2].

В ИПМ НАН Украины разработана мельница нового типа (патент 94659 Украины), которая обеспечивает измельчение порошков в различных средах, без использования размольных тел по механизму, подобному размолу в вихревых и струйных мельницах, однако с меньшими расходами электроэнергии и большей производительностью. Предварительный анализ эффективности диспергирования в мельнице порошков меди различного способа получения показал, что уже в первые минуты размола трансформируется форма частиц, а их средний размер существенно уменьшается.

Цель данной работы — исследование влияния режимов предварительного размола меди в мельнице нового типа на уплотняемость при комнатной температуре смеси порошков меди и хрома, полученной в стандартном смесителе без размольных тел, и распределение компонентов в смеси.

В качестве исходных материалов в эксперименте выбраны порошки электролитической меди марки ПМС-1 производства ОАО "Уралэлектромедь" (Верхняя Пышма, РФ) и хрома, восстановленного гидридом кальция марки ПХ-1, производства ОАО "Тулачермет" (Тула, РФ). Химический состав порошков определяли методом спектрофотометрии на приборе "Х' Юнико-2". Гранулометрический состав и форму частиц порошков изучали по ISO/TR14321:1997 (ГОСТ 22662-77) на фотоседиментационной установке "Laser Sizer". Кроме того, для анализа эффективности размола порошков в мельнице применяли счетные методы с привлечением автоматического анализатора изображения АМИС, позволяющего на различных этапах анализа быстро получить точную и детальную информацию о порошке — от визуальной картины до гистограммы фракционного распределения частиц по различным характеристикам [3]. Комплекс "АМИС" включает в себя оптический микроскоп, средства вычислительной техники и набор программ для анализа произвольных изображений и формирования текстграфических отчетов по результатам анализа.

Насыпную плотность порошков и смесей устанавливали по ISO 3923-1-79 (ГОСТ 19440-94) и ISO 3953-85 (ГОСТ 25279-93). Уплотняемость порошков и их смесей исследовали с помощью аппаратно-программного комплекса "ТЕНЗОР" при непрерывной записи зависимости относительной плотности порошковой заготовки от приложенного давления [4]. Комплекс "ТЕНЗОР" состоит из испытательного пресса, датчиков давления (месдозы) и перемещения рабочего органа пресса с аналого-цифровыми преобразователями и компьютера, выполняющего

роль счетно-решающего приспособления для расчета основных механических характеристик, индикатора хода процесса и регистрирующего устройства (самописца). Полученные данные сравнивали с результатами испытаний, проведенных согласно ГОСТ 3927-85 (ГОСТ 25280-90). Установлено, что данные, полученные при непрерывной записи диаграммы испытаний, совпадают с данными, полученными при дискретных значениях давления.

Гранулометрический состав электролитического порошка с содержанием меди 99,97% (здесь и далее % (мас.)) составлял, %: 99,9 (фракция –100 мкм); 5,7 (–100+71 мкм); 21,7 (–71+45 мкм); 72,5 (–45 мкм). Порошок хрома с содержанием основного компонента 98,7% имел гранулометрический состав, %: 99,3 (фракция –100 мкм); 4,1 (–100+71 мкм); 11,2 (–71+45 мкм); 23,0 (–45+25 мкм); 28,7 (–25+10 мкм). Физические и технологические свойства порошков и их смесей представлены в таблице.

Установлено, что после утряски насыпная плотность хромового порошка возросла больше, чем медного (в 1,25 и 1,16 раза соответственно), что, вероятно, объясняется преимущественно округлой формой конгломератов частиц хрома, обеспечивающей более плотную укладку, чем дендритная форма частиц исходного порошка меди. Существенное различие в форме и гранулометрическом составе порошков хрома и меди является наиболее вероятной причиной малой эффективности их смешивания в шаровом барабане, поэтому требуются дополнительные операции по подготовке порошков перед смешиванием. В связи с тем, что порошок электролитической меди характеризуется большей крупностью и разветвленной формой частиц, было решено подвергнуть его предварительному размолу в мельнице нового типа в среде аргона, варьируя время обработки от 33 до 720 с. Предварительная подготовка порошка хрома состояла в том, что ситовым методом выделяли фракцию –45 мкм. Подготовленные таким образом порошки меди и хрома смешивали в металлическом смесителе без молотковых тел в течение 2 ч. Для приготовления смеси использовали порошок меди, предварительно размолотый в течение 33, 90 и 720 с.

Плотность исходных порошков хрома и меди

Плотность	Медь ПМС-1	Хром ПХ-1
Насыпная, г/см ³	1,84	2,79
Отн. насыпная*	0,20	0,39
После утряски, г/см ³	2,13	3,50
Отн. после утряски*	0,24	0,49

*Для определения относительных величин полученные значения отнесли к справочным данным о плотности соответствующих компактных материалов: для меди — 8,96 г/см³, для хрома — 7,19 г/см³.

Поскольку форма частиц меди является неправильной и асимметричной, в качестве характеристики линейного размера был выбран диаметр Фере. Диаметр Фере рассчитывается на основании измерения максимальных длин хорд, отсекаемых случайными секущими на проекции частицы в положении ее наибольшей устойчивости, и последующего их усреднения. Длину хорд измеряли автоматически при обработке оптического изображения частиц с шагом угла сканирования 3°. Анализ гранулометрического состава меди показал, что в процессе размолу в мельнице в течение 33 и 90 с средний размер частиц изменяется незначительно ($9,5 \pm 0,4$ и $8,9 \pm 0,4$ мкм соответственно), а при длительном (720 с) — увеличивается до $12,5 \pm 0,4$ мкм. Гистограммы распределения диаметров Фере при малых временах размолу описываются логарифмически нормальным законом с правосторонней асимметрией, а при размолу в течение 720 с распределение приближается к нормальному (рис. 1). Основные изменения в распределении при размолу обусловлены исчезновением грубой фракции +40 мкм при сохранении постоянным модального размера (8—10 мкм) и доли частиц дисперсной фракции –10 мкм (16—17% от общего числа частиц).

Известно, что форма частиц порошка оказывает различное влияние на его физические и технологические свойства, а также определяет равномерность распределения частиц в смеси с другими материалами. Кроме того, порошки с развитой поверхностью в большей степени подвержены окислению, что, в частности, недопустимо в технологии производства Cu—Cr вакуумных контактов. В отличие от гранулометрического состава, форма частиц меди в процессе размолу претерпевает существенные изменения. Электронно-микроскопическое исследование порошка показало, что разрушение дендритной структуры частиц наблюдается уже после 33 с размолу (рис. 2, а) и в дальнейшем прослеживается четкая тенденция к скруглению частиц.

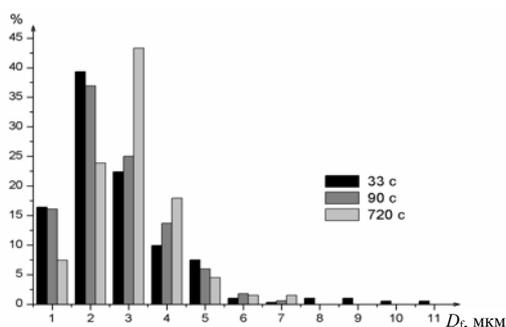
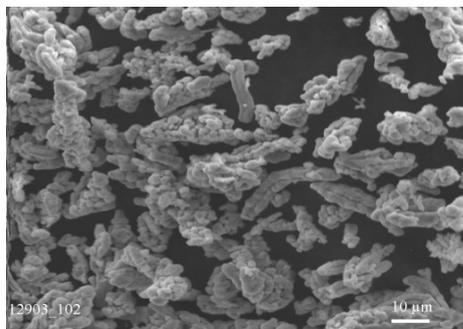
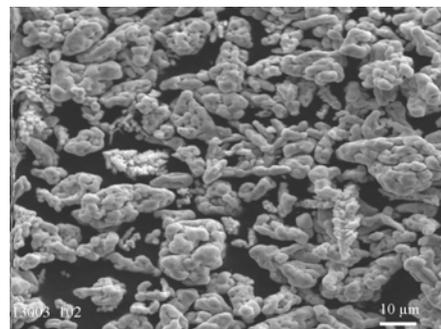


Рис. 1. Гистограммы распределения частиц порошка меди по усредненным диаметрам Фере в зависимости от времени размола.



a



б

Рис. 2. Форма частиц порошка меди после 33 (*a*) и 90 с размола (*б*).

Обломки дендритов составляют в основном дисперсную фракцию (-10 мкм) (рис. 2, *б*), объем которой в общем количестве частиц изменяется незначительно вплоть до 90 с размола (см. рис. 1). Изменение формы частиц уже на первых секундах размола является отличительной особенностью диспергирования пластичных материалов в разработанной мельнице — за счет срезания и истирания частиц при контакте с абразивным покрытием на рабочих органах камеры в процессе их скоростного перемещения. Для количественной оценки изменения формы частиц меди при размоле выбран фактор K_f , рассчитываемый по методу Салтыкова [5] по формуле $K_f = 4,51\sqrt{\bar{P}/\bar{N}}$, где \bar{P} и \bar{N} — периметр и площадь частицы соответственно. В работе [5] приведены следующие значения K_f для ряда плоских фигур: правильный треугольник — 0,777, квадрат — 0,886, правильный шестиугольник — 0,953, круг — 1. Распределение частиц по фактору формы заметно изменяется с увеличением времени размола (рис. 3). После размола в течение минимального времени (33 с) в порошке содержится заметная доля частиц с малыми значениями фактора формы (0,35—0,50), что характерно для тел неправильной формы с развитой поверхностью.

При размоле в течение 90 с большинство частиц имеет правильные геометрические формы с меньшей площадью поверхности, что позволяет ожидать более равномерное распределение меди в исходной смеси с хромом, а также более плотную укладку частиц на этапе их перераспределения при уплотнении. При большом времени размола форма частиц приближается к сферической, что позволяет ожидать некоторого ухудшения уплотняемости смеси при прессовании.

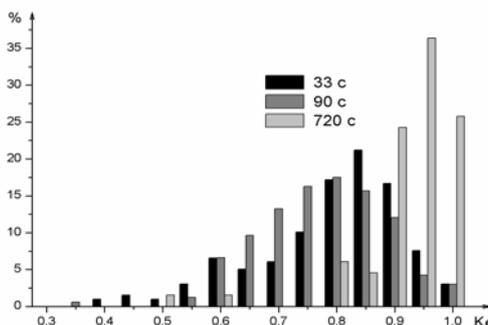


Рис. 3. Гистограммы распределения частиц порошка меди по фактору формы в зависимости от времени размола.

В результате испытаний установлено, что уплотняемость порошка хрома в K_f тоянии поставки, содержащего фракции всех размеров, хуже, чем порошка меди: относительная

плотность хромовой заготовки (рис. 4) при одних и тех же давлениях составляла 88—92% соответствующего значения для меди.

Уплотняемость смесей 30Cr—Cu при предварительном размоле в течение 33 и 90 с близка к уплотняемости порошка меди в состоянии поставки. По-видимому, это можно объяснить приближением формы частиц порошка меди после кратковременного размола к полиэдрической, обеспечивающей более плотную укладку. Уплотняемость смеси после предварительного размола меди в течение 720 с, как и ожидалось, ухудшилась, что обусловлено, с одной стороны, худшей уплотняемостью порошков со сферической формой частиц, а с другой — повышенным трением в результате выхода на поверхность заготовки частиц хрома при перераспределении частиц на начальном этапе уплотнения. Усилие выталкивания хромовой заготовки после прессования составляло 25—27 кН, заготовок из медного порошка и медно-хромовых смесей — не превышало 4—5 кН.

Полученные прессованные заготовки спекали в течение 1,5 ч при температуре 900 °С в атмосфере водорода. После спекания сделали шлифы на торцах и на разрезах по диаметральной плоскости заготовок из медно-хромовых смесей. Изображения соответствующих микроструктур обрабатывали с помощью программы “АМИС”. Результаты анализа микроструктур свидетельствуют о том, что как на торцах заготовок, так и в диаметральной плоскости соотношения объемных долей компонентов мало отличаются и соответствуют исходному составу смесей. Значительное количество частиц хрома (40—45%) имеют максимальные размеры не более 5 мкм, в то же время в микроструктуре присутствуют конгломераты частиц размерами 80—100 мкм, однако их доля незначительна (<0,3%).

При спекании образцов, спрессованных из смеси с предварительным размолем меди в течение 33 с, в отдельных случаях наблюдалось образование внутренних трещин, что, вероятно, обусловлено недостаточно равномерным распределением компонентов в смеси и возникновением локальных механических перенапряжений на этапе прессования. Предположительно, существует такое время, меньше которого предварительный размол меди не обеспечивает качественного смешивания с хромом.

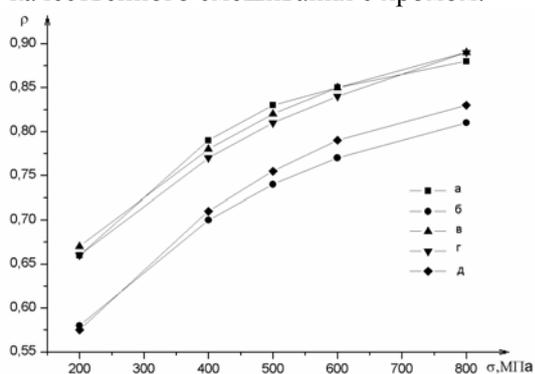


Рис. 4. Диаграммы уплотняемости порошков и их смесей: ■ — медь; ● — хром, оба в состоянии поставки; ▲, ▼, ◇ — медь в смеси Cu—Cr предварительно размолота в течение 33, 90 и 720 с соответственно.

Выводы

Уплотняемость смеси порошков меди марки ПМС-1 и хрома марки ПХ-1 (до 30% (мас.)) определяется уплотняемостью медного порошка, что, вероятно, обусловлено большей пластичностью меди и округлой формой частиц хрома. Предварительный размол меди в мельнице нового типа улучшает характеристики прессуемости смеси и улучшает равномерность распределения компонентов в микроструктуре образца, полученного методом твердофазного спекания. При недостаточном времени размола меди (≤ 33 с) могут возникать дефекты заготовки при прессовании и спекании. Избыточное время размола (> 90 с) приводит к ухудшению прессуемости смеси.

1. Лафферти Д. Вакуумные дуги. Теория и приложения. — М.: Мир, 1988. — 428 с.
2. Хоменко Е. В., Лаптев А. В., Толочин А. И., Ковальченко М. С. Структура и свойства композитов Cr—Cu различного состава, полученных твердофазным спеканием в вакууме // Электрические контакты и электроды. — К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины, 2008. — С. 110—115.
3. Хоменко А. И., Хоменко Е. В. Программа автоматизации микроструктурного анализа материалов // Порошковая металлургия. — 2007. — № 1—2. — С. 122—127.
4. Баглюк Г. А., Хоменко О. І., Гончарук Д. А. Апаратно-програмний комплекс для дослідження структурних змін деформованого матеріалу // Наукові нотатки: Міжвуз. зб. (за напрямом “Інженерна механіка”). — 2009. — Вип. 25, ч. II. — С. 9—11.
5. Чернявский К. С. Стереология в материаловедении. — М.: Металлургия, 1977. — 280 с.