

钨基高密度合金粉末的温压成形行为研究

罗述东,唐新文,易健宏,曹正华,陆龙驹,李丽娅
(中南大学粉末冶金国家重点实验室,湖南长沙 410083)

摘要:研究了 93W-5Ni-2Cu 和 93W-4.9Ni-2.1Fe 在不同温度下的温压成形行为。结果表明:与常温成形相比,温压能够明显地提高压坯密度,在 150℃ 时 93W-4.9Ni-2.1Fe 和 93W-5Ni-2Cu 压坯的密度分别提高 0.26g/cm³ 和 0.97g/cm³;温压成形能显著的降低压坯的弹性后效;W-Ni-Cu 粉末温压压坯在脱模过程中,脱模力发生波动,在压坯运动瞬间达到最大后迅速降低;W-Ni-Cu 粉末在相同载荷作用、温压条件下的位移大于常温下;压坯经烧结后,温压坯件的径向收缩小于常温坯件;温压可以改善钨基高密度合金的显微组织。

关键词:钨基高密度合金;温压

中图分类号:TF124.3;TG146.4

文章编号:1006-6543(2003)03-0031-05

STUDY ON WARM COMPACTING BEHAVIOR OF HIGH-DENSITY TUNGSTEN ALLOY POWDERS

LUO shu-dong, TANG xin-wen, YI Jian-hong, CAO Zhen-ghua, LU long-ju, LI Li-ya

(State key laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The shaping behavior of 93W-5Ni-2Cu and 93W-4.9Ni-2.1Fe was studied during warm compacting at different temperatures. The results show that warm compaction increases the density of greens effectively, and the peak of the density-temperature plot appears at 150℃; compared with the compaction at room temperature, warm compaction (WC) remarkably reduces green's spring back, the ejection force applied to warm compacted green of W-Ni-Cu fluctuates markedly and decreases greatly while green moves in the die; for W-Ni-Cu powder. After sintering the displacement during WC is larger than that at room temperature under the same pressure, the radial shrinkage of WC parts is lower, and WC can improve microstructure of high density tungsten alloys.

Key words: tungsten heavy alloys; warm compaction

温压成形(WC)技术是20世纪90年代诞生的一种低成本高效率的粉末冶金工艺^[1~3]。与传统的一次压制-烧结、粉末锻造等工艺相比,该技术具有优异的性价比。因此,自其问世以来,受到世人的广泛关注,已经在工业领域得到了推广和应用。实验证明^[4~6],温压技术对铁、铜、铝粉是非常有效

的,压坯密度均比常规成形的要高,铁基生坯密度可提高0.1~0.25 g/cm³,使铁粉一次压制-烧结密度达到7.5 g/cm³。同时,该工艺还能降低压制压力和脱模力,从而提高了模具寿命,降低了成本。

目前,温压工艺研究重点主要集中在铁基零件上,对其他粉末研究较少。在本次实验中,作者对钨

资助项目:国家“863”高技术重点资助项目(项目编号715-012-0060)

收稿日期:2002-12-04

作者简介:罗述东(1976-),男,汉族,四川内江市人,硕士研究生,从事钨基高密度合金生产工艺研究。

基高密度合金粉的温压行为进行了研究。

1 实验

以常用的钨含量较高的高密度合金体系 93W-5Ni-2Cu、93W-4.9Ni-2.1Fe 为研究对象,分别采用普通模压与温压工艺成形。比较分析这两种粉体在不同温度下的成形行为。实验所用原料的性能见表 1。铁粉在 700℃ 于 H₂ 中热处理 1.5 h,铜粉在 380℃ 于 H₂ 中热处理 1 h。按质量百分比称料,以酒精为介质,在钢筒中用硬质合金球混合 12 h,过 80 目筛。成形采用普通模压和温压进行。用石棉包裹模具,经装粉后放入电阻炉加热 15 min,然后快速移至 GLEEBLE 1500 热模拟机上进行压形。加热温度分别为 130℃、150℃、170℃、200℃,压力均为 400 MPa,样品尺寸为 φ10 mm×5 mm。W-Ni-Cu 压坯在 H₂ 气氛下 900℃ 预烧 1 h,然后升温至 1430℃,保温 1 h 后随炉冷却。

表 1 原料粉末性能及特征

	化学成分 (质量分数)/%	粒度/μm	粉末形貌	生产工艺
W 粉	≥99.6	6.6	海绵状	还原法
Ni 粉	≥99.7	-40	多边形	还原法
Fe 粉	≥99.5	-40	海绵状	还原法
Cu 粉	≥99.7	-40	棒状+海绵状	还原法

2 结果及分析

2.1 不同成形温度下压坯密度的变化

图 1 为两种粉体在实验温度下密度的变化。从图 1 中可以看出,两种粉体压坯密度在温压条件下均明显高于室温条件下。在温压情况下,两条曲线有相同的走向,在 150℃ 压坯密度达到峰值,W-Ni-Cu 和 W-Ni-Fe 压坯的密度分别为 11.14g/cm³ 和 10.92 g/cm³,比室温成形样品分别提高 0.26g/cm³ 和 0.97 g/cm³。最佳温压温度取决于粉末的最大压缩性和最小回弹的同时作用。低于 150℃ 时,压坯密度随成形温度升高而升高,高于 150℃ 时,密度反而降低,如在 200℃ 时,密度分别只提高 0.59g/cm³ 和 0.2 g/cm³。同时,从图 1 中还能看出,W-Ni-Fe 粉的温压行为受温度的影响较小。高密度合金温压成形行为与李明怡^[4]采用纯钨粉的温压实验结果大致相同,只是在本次实验中压坯密度峰值的

位置向高温方向移动了 20℃,这反映了少量的镍、铁、铜粉对钨基高密度粉温压成形行为的影响。

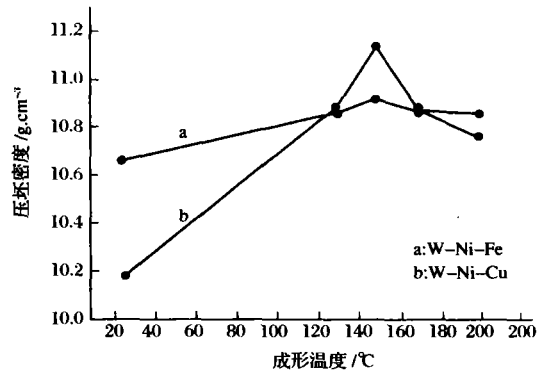


图 1 压坯密度-温度曲线

2.2 不同成形温度下压坯弹性后效的变化

温度效应对铁基合金粉压坯的弹性后效有显著的影响,压坯尺寸变化比普通模压的小得多。这说明,温度效应有效的减少了粉末在成形过程中因弹性变形而产生的内应力,降低压坯脱模时的弹性膨胀。同样从图 2 压坯弹性后效随温度的变化曲线也可发现这一规律。温压时压坯的弹性后效明显小于室温情况,W-Ni-Cu 粉在 130℃ 时,弹性后效仅为 0.38%,成形温度升至 150℃ 时,弹性后效进一步降低到 0.19%,为实验温度范围内的最低值,温度高于 150℃ 后,弹性后效显著增大,200℃ 时增加到 1.15%,略低于室温时的 1.34%。W-Ni-Fe 粉末弹性后效曲线也有相同的走向,150℃ 为最低值(0.67%),然后随成形温度的升高而增加,在 170~200℃ 温度段,弹性后效无变化,均为 0.95%。

2.3 温压成形时的脱模行为

图 3 是 W-Ni-Cu 粉末分别在 150℃ 温压和室温下成形时的脱模力与位移关系曲线。通过对比可以发现,在脱模过程中温压与常压工艺在脱模力大小波动、脱模力、位移曲线形状方面明显不同:在温压工艺中,当压坯与模壁的摩擦行为由静摩擦转变为动摩擦后,摩擦力产生较大幅度的波动,与常压工艺中稳定的脱模力变化相比,温压压坯在脱模过程中经受相对剧烈的运动;温压压坯的脱模力处于静摩擦时最大,一旦转为动摩擦后迅速减小,不同的是,在常压的脱模过程中,脱模力随压坯的逐渐移动缓慢增大,在下模冲脱出阴模时达到最大。本次实验未向粉末中掺加任何润滑剂,从而就脱模力大小而言,钨基高密度粉体系不具有铁基 P/M 零件温压工

艺中存在脱模力显著降低的规律^[7]。

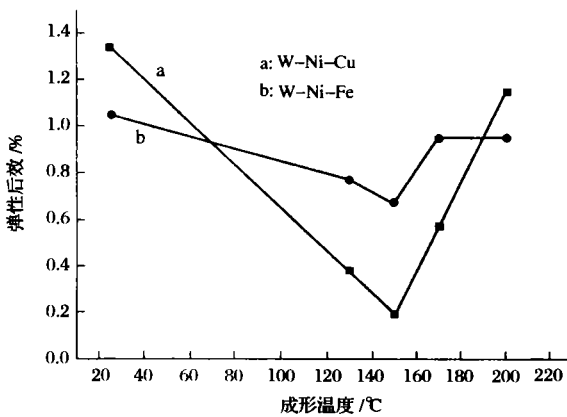


图 2 压坯弹性后效-温度曲线

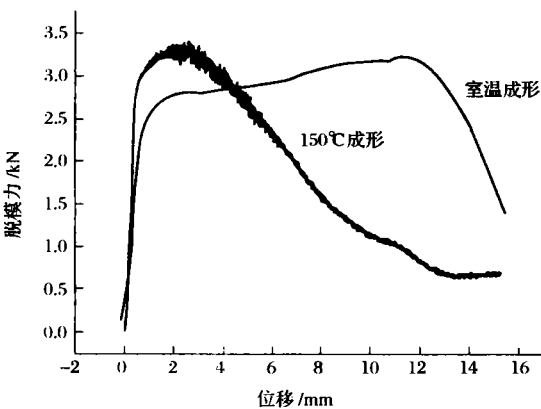


图 3 W-Ni-Cu 粉末在 150°C 和室温下的脱模力与位移关系

2.4 各种温度下成形时的载荷-位移曲线

通常认为^[8,9],在温压温度下塑性粉体的加工硬化速度和程度下降,颗粒的塑性变形阻力和致密化阻力降低,因此而获得高的压坯密度。在压制过程中,铁基合金粉变形平缓,无剧烈的压缩致密现象。高密度合金粉末主体成分钨具有高的熔点、硬度及强度,变形阻力大,塑性变形能力差,温度效应对其成形行为的影响不及对铁基合金粉明显,从而,压制行为不同于铁基合金粉(见图 4)。在相同的压制载荷下,温压粉体的位移大于室温情况,在载荷高于 10^5 N 时,粉体在室温成形时位移缓慢增加,而在温压时位移保持较高的增长速度。200°C 时 W-Ni-Cu 粉在载荷较低阶段位移存在一突然增大现象,颗粒发生了一次大的移动,这受装粉行为影响所致。

2.5 成形温度对 W-Ni-Cu 烧结坯径向收缩率的影响

钨基高密度合金属于典型的液相烧结^[10,11],组

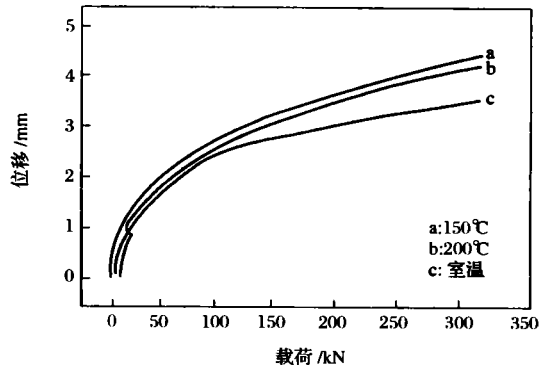


图 4 W-Ni-Cu 粉体在室温和温压时的位移-载荷曲线对比

元镍、铁、铜首先熔化形成液相,受固相颗粒间的毛细管力作用,均匀的填充在钨颗粒之间,与此同时,颗粒孔隙间的残留气体被排出,颗粒移动、旋转,重新排列;钨在烧结温度区间大量融于低熔点组元中,如 970 °C 时,钨在镍中的溶解度为 39%,在 1570 °C 时达到 50%,当 Ni/Cu=2 时,于 1420 °C 有 17% 钨融于 Ni-Cu。在一定温度下,当钨达到其溶解度后,将有部分的钨从液相中析出,溶解-析出动态平衡使得小颗粒消失,大颗粒边角圆化、长大。气体的排出、颗粒的重排、溶解-析出宏观上造成烧结坯的收缩、致密。温压压坯密度高于常温压制压坯,即温压坯件的致密度较高,烧结过程中温压样品收缩率要比常温成形的低,W-Ni-Cu 烧结坯径向收缩与成形温度的关系见图 5。

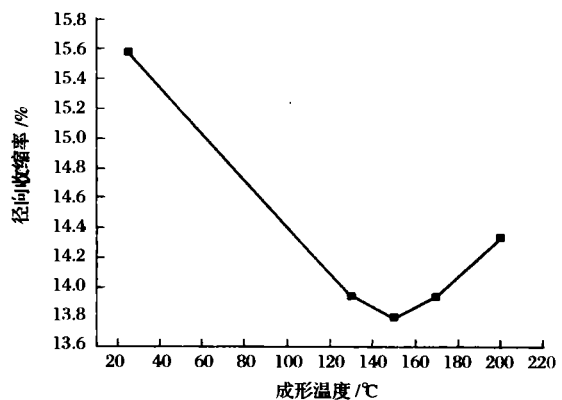


图 5 W-Ni-Cu 烧结坯径向收缩率与成形温度的关系

2.6 W-Ni-Cu 样品的性能及显微组织

表 2 为两种成形工艺制备的 W-Ni-Cu 合金力学性能对比。由于采用液相烧结制备 W-Ni-Cu 合金,从而即使压坯密度存在明显差距,合金最终密度

也几乎相同。显微组织上的改善使得温压工艺所得样品力学性能优于常压方法,但优势不大。

经 150℃ 和室温成形 W-Ni-Cu 样品的显微组织如图 7 所示。在温压成形的粉体加热过程中,粉体因制粉和混料时聚集的内应力部分消除,降低了烧结驱动力,从而与室温成形样品的组织对比可以看出,成形温度对其微观组织具有影响,温压样品晶粒明显比室温成形样品的细小;尽管在两种样品的组织中存在基体相聚集现象,但在温压样品中分布更

趋于均匀,这说明,温压对改善钨基高密度合金的显微组织有积极的作用。

表 2 W-Ni-Cu 合金力学性能

成形工艺	密度 /g·cm ⁻³	抗拉强度 /MPa	伸长率 /%	HRC
温压成形	17.62	834	4.4	34.5
室温成形	17.60	818	3.7	35.8

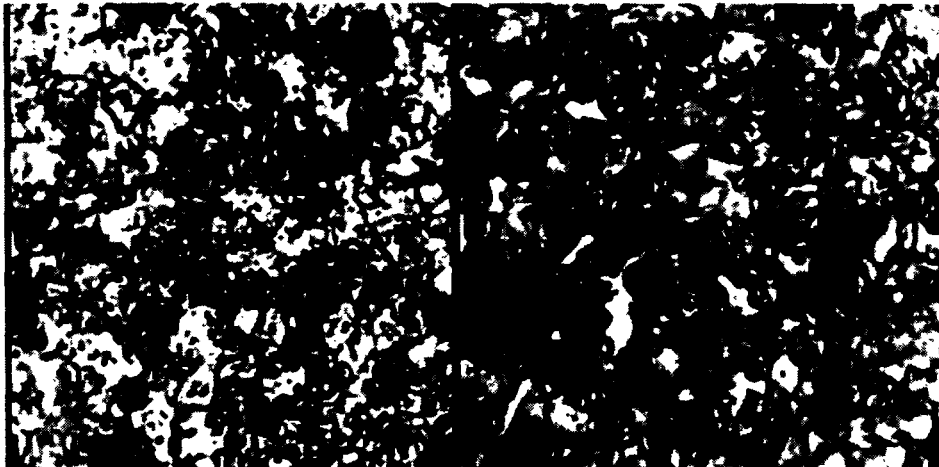


图 6 W-Ni-Cu 样品金相照片

a-150℃ 压制(×800) b-室温压制(×800)

3 结论

(1)温压工艺的温度效应对钨基高密度合金具有积极的作用,即能够明显提高压坯密度、降低弹性后效。成形温度在 150℃ 时最佳。

(2)W-Ni-Cu 温压压坯脱模力-位移曲线显著波动,脱模力在压坯运动瞬间达到最大后迅速降低;在相同的载荷作用下,W-Ni-Cu 粉温压下的位移高于常温下的位移,而且在较高的载荷作用下,粉末仍保持较大程度的变形,具有明显的致密化趋势;

(3)W-Ni-Cu 压坯经液相烧结后,温压样品径向收缩比常温成形样品低。同时,温压还具有改善钨基高密度合金显微组织的作用。

参考文献

[1] Rutz H G, Hanejko F, Luk S H. Warm compaction offers high density at low cost[J]. MPR, 1999, 49(9):40

~47.

[2] Bocchini G F. Warm compaction of metal powders: why it works, why it requires a sophisticated engineering approach[J]. Powder Metallurgy, 1999, 42(2):171~180.

[3] 李明怡.金属粉末温压工艺的研究现状和进展[J].世界有色金属,1999,12:40-48.

[4] 李明怡,果世驹,康志君,等.不同类型金属粉末的温压行为[J].粉末冶金技术,2000,18(4):261~264.

[5] 韩凤麟. ANCORDENSE™温压工艺特性[J].粉末冶金技术,1995,13(4):294~302.

[6] 果世驹,林涛,李明怡.铁粉温压压坯的烧结行为[J].粉末冶金技术,1999,17(2):107~110.

[7] 易健宏.粉末冶金温压成形技术的特点及发展动态[J].粉末冶金技术,2001,11(3):41~52.

[8] Cao S H, Huang B Y, Qu X H, et al. Densification mechanisms of warm compaction and powder mixture designing rules[J]. Journal of Central South University of Technology, 2000, 7(1):9~11.

[9] 曹顺华,易健宏,李东文,等.温压致密化机理及其在温

- 压粉末设计中的应用[J].粉末冶金材料科学与工程. 2001,6(3):198~204.
- [10] 黄培云.粉末冶金原理[M].第二版.北京:冶金工业出版社,1997.310~317.
- [11] German R M. Powder metallurgy science[M].2nd edition. Princeton: Library of Congress cataloging - in - Publication Data, 1994.274~281.

· 国外信息 ·

金属注射成形法制 Fe-Ni 合金的性能

中图分类号:TF125.1

文献标识码:D

金属的密度、碳含量、热处理、晶粒大小及合金元素镍的分布等都会影响 Fe-Ni 合金的力学性能,碳含量对 Fe-2w/oNi 合金力学性能的影响很明显,不含碳的 Fe-2w/oNi 的强度只有约 300 MPa,延展性好,热处理对合金的力学性能几乎没有影响。加入碳后,烧结态 Fe-2w/oNi 合金的强度可超过 700 MPa,但材料的延展性会有所下降,经过适当的热处理后,材料的强度可达 1 400 至 2 000 MPa,同时材料的伸长率下降很快,在强度为 2 000 MPa 时,合金的伸长率只有约 3%。本次试验合金的含碳量主要存在于原料铁粉中,为了研究在合金中镍-铁的互扩散对材料性能的影响,选用几种铁、镍粉末制做试样,本次试验使用 BASF 公司生产的粒度为 5.7 μm 的羰基铁粉,羰基铁粉呈球形,含碳量为 0.8%。镍粉选用 3 种:粒度为 16 μm 的 4SP 镍粉,4SP 镍粉呈球形,含碳量为 0.05%;INCO 公司生产的粒度为 15 μm 的 123 镍粉,123 镍粉呈钉形,含碳量为 0.04%;被球磨 30 min 的 123 镍粉,外表基本呈球形,含碳量为 0.04%。

为了了解镍含量对铁-镍合金性能的影响,制备了含镍质量百分比从 2%~8% 的几种铁-镍合金。试验过程大致为先将铁粉和镍粉放入滚筒混料器中混合 30 min,再将混合粉与粘接剂在 130℃ 混合 30 min,用金属注射成型法将喂料制成断裂试样,以真空脱粘接剂的方法脱除试样中约 50% 的粘接剂,其余 50% 的粘接剂在烧结过程中脱除。采用保护气氛(体积百分比为 90% 氮气和 10% 氢气)烧结断裂试样,烧结时间为 1 h,试验烧结温度为 980℃、1 050℃、1 200℃ 和 1 250℃。烧结试样的性能检测主要包括:硬度、抗拉强度、伸长率、密度和显微结构,每一个密度试验值由对 10 个试样的测量值取平均获得;每个抗拉强度试验值由对 3 个试样的测量值取平均获得;每个硬度试验值由对 9 个试样的测量值取平均获得;镍在铁中的均匀性测量由电子显微分析获得。

金属注射成形法制 Fe-Ni 合金的烧结过程中原子扩散主要发生在晶界处,位于晶界处的镍有利于原子扩散,微量镍的加入有利于加快烧结过程,但铁中镍的含量有一个饱和值,超过这个饱和值,过多的添加镍也不会加速烧结过程。膨胀计测量结果表明,温度在铁 α-γ 转变温度以下附近时,烧结钢的体积急剧收缩,当温度大于 900℃ 后烧结钢的体积收缩速度减慢。当少量镍被加入以碳基铁粉为原料的试样中,会加快材料烧结初期(温度低于 900℃)的致密化过程,但是当温度大于 900℃ 时,由于镍在奥氏体中扩散缓慢,镍会对材料中的面心立方相起稳定作用,会使材料烧结致密化速度下降。几种试验成分的试样在 1 200℃ 烧结后,检测结果表明:Fe-2w/oNi 合金的密度最高、力学性能最好;Fe-8w/oNi 合金的密度和力学性能均较低。过多的添加镍不利于材料的致密化和力学性能,随着金属镍添加量的增加,合金中易形成镍富集区,要使合金的显微组织均匀需要更高的烧结温度和更长的烧结时间,对含镍钢而言,烧结温度应高于 1 200℃,烧结时间应长于 1 h。由于材料内部显微组织不均匀不利于力学性能,如果添加粗粒度的镍粉,为了获得好的力学性能,需要更高的烧结温度和更长的保温时间。

晓松摘译自《The International Journal of Powder Metallurgy》2002,38(1):51