

高比重合金的固相烧结^①

范景莲 曲选辉 李益民 黄伯云
(中南工业大学粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要 研究了高能球磨制得的 W-Ni-Fe 预合金粉末的特性及粉末压坯在固相烧结时的物理力学性能。结果表明, 高能球磨可以制得均匀的预合金粉, 在 1400~ 1440 ℃固相烧结可以近全致密和得到非常细 (2~ 5 μm) 的多角形 W 晶粒, 合金的抗拉强度可达 900 MPa 以上, 延伸率为 3% 左右。

关键词 高比重合金 固相烧结 高能球磨

中图法分类号 TF125. 2 TG146. 4

高比重合金一般采用液相烧结达到全致密。W-Ni-Fe 合金形成液相的起始温度为 1465 ℃^[1], 液相烧结温度一般为 1500~ 1550 ℃, 晶粒大小为 40~ 60 μm^[2]。但是, 液相烧结时, 固/液密度差较大, 在重力作用下产生粘性流动, 发生 W 晶粒“偏析”和长大, 变形严重^[3~ 7]。固相烧结可以避免液相烧结过程中液相流动和 W 颗粒“下沉”所引起的坍塌与变形。机械混合粉末不可能在固相烧结时全致密, 只有采用预合金粉才可能在固相烧结或瞬时液相烧结时达到全致密^[8~ 11]。机械合金化是制备合金粉用得最广泛的一种方法^[12, 13]。

本文研究采用机械合金化制备的高比重合金预合金粉特性, 以及粉末压坯经过固相烧结后的物理力学性能。

1 实验方法

实验采用还原 W 粉和羰基 Ni 基粉与羰基 Fe 粉, 粉末的物理性能如表 1 所示。

W 粉、Ni 粉、Fe 粉按 90: 7: 3 的质量百分比称量, 将称好的粉末和不锈钢球放入不锈钢球磨罐中 (球料比 5: 1), 密封, 在纯度为 99. 995% 的 Ar 气氛下球磨 0~ 30 h。

表 1 各金属粉末的物理性能

Table 1 Characteristics of W, Ni, Fe elemental powders

	Mean size / μm	Purity / %	Main impurity content / %
W	3. 0	99. 5	C: 0. 0023, O: 0. 098
Ni	2. 66	99. 5	C: 0. 15, O: 0. 25, S: 0. 005
Fe	3. 97	96	C: 1. 02, O: 1. 36, N: 0. 3

2 实验结果与分析

球磨过程中, 依靠球的高速冲击将粉末击碎, 使粉末的团聚度降低, 粉末粒度和晶块尺寸变细; 同时, 产生很大的晶格畸变, 粉末颗粒内出现许多新的空位和位错, 大大促进烧结致密化。另一方面, 在高能球磨过程中, 由于球的冲击和粉末之间的碰撞, 局部产生很高的热量, 粉末颗粒之间反复发生撕裂与冷焊, 形成复合层显微结构, 失去原始金属元素粉末的形貌, 发生原子间的互扩散, 形成以 W 为基和 γ (Ni, Fe) 为基的颗粒, 如图 1 所示。球磨 5h 后, 图 1 中 A, B, C 三处颗粒成分分别为 93. 4W-6. 96 Ni, 94. 17 W-5. 83 Ni, 45. 82W-6. 78

① 国家“863”高科技资助项目 收稿日期: 1998- 06- 15; 修回日期: 1998- 09- 07
范景莲, 女, 30 岁, 博士研究生

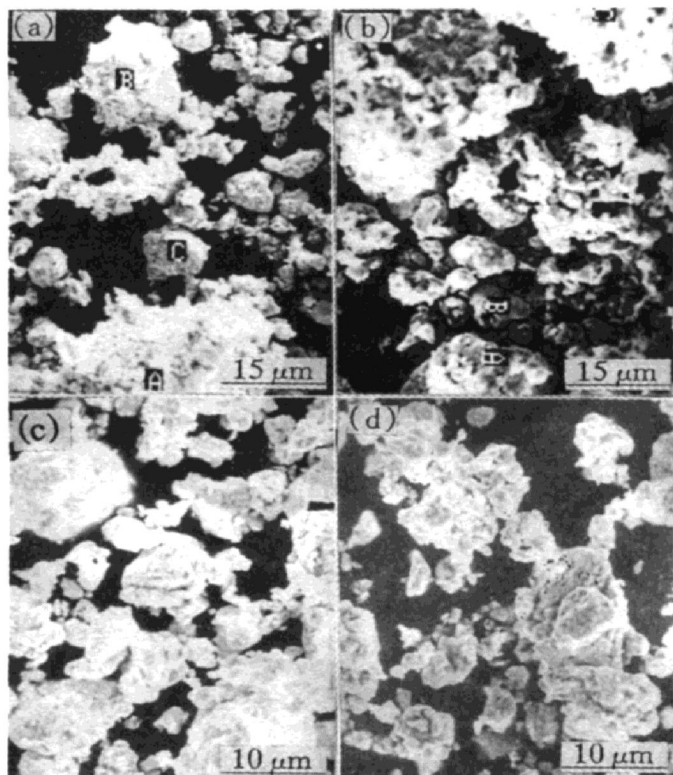


图1 球磨不同时间后粉末的形貌

Fig. 1 SEM photographs of 90W-7Ni-3Fe milled with increasing time

(a) —5 h; (b) —10 h; (c) —20 h; (d) —30 h

Fe-54. 43Ni。随球磨时间延长, 扩散更加均匀, 颗粒成分更均匀, 形成 W (Ni、Fe) 预合金粉。如球磨 10 h 后, 图中 A, B, C 3 处粉末颗粒成分分别变为 89. 16W-0. 91Fe-9. 92Ni, 90. 16W-1. 73Fe-8. 11Ni, 85. 70W-3. 34Fe-10. 96Ni。向球磨 5 h, 10 h, 15 h, 20 h, 25 h 的粉末加入 1% 的硬脂酸后, 以 100 MPa 的压力压制成拉伸样, 在 700 ~ 900 °C 预烧 2 h, H₂ 为保护气氛。然后在 1350~ 1440 °C 于 H₂ 中烧结, 其烧结密度变化如图 2 所示。随球磨时间增加, 致密化增加。但当球磨时间太长时, 由于预合金粉颗粒长大, 致密化速度减慢, 烧结密度反而下降。球磨 10~ 15 h 时, 烧结密度最高, 在 1400 °C, 相对密度可达 98. 2% ~ 99%, 在 1440 °C 烧结 2 h 接近全致密。拉伸强度随球磨时间的变化如图 3 所示, 可见, 球磨后合金固相烧结的强度很高; 球磨 10~ 15 h 达到最高值。在 1400 °C 烧结时, 拉伸强度达 800 MPa 以上; 在 1440 °C 时, 可达 900 MPa, 比传统机械粉

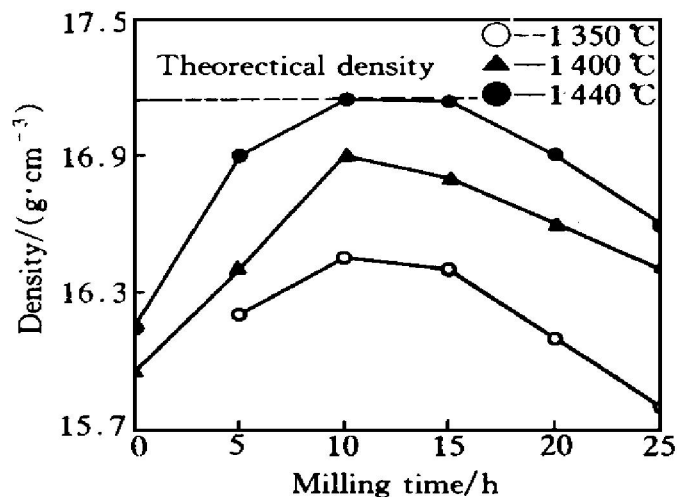


图2 烧结密度随球磨时间变化

Fig. 2 Variation of sintered density with milling time

末液相烧结的强度还高。延伸率可达 3% 左右。显微组织观察表明, W 晶粒呈多角形, γ 固溶体均匀分布在 W 晶粒周围, 将 W 晶粒隔开, 使 W 颗粒连接度降低, 而且 W 晶粒组织细小, 只有 2~ 5 μm, 如图 4 所示。拉伸断口多呈 W-W 界面和 W-γ 相界面断裂, 少数 W 颗粒被拔出来。γ 固溶体均匀分布和 W 晶粒细小可能是使固相烧结强度提高的真正原因。消除 C, O, N 等杂质偏析, 净化 W-W 晶界和 W-γ 相界面会使性能进一步提高。

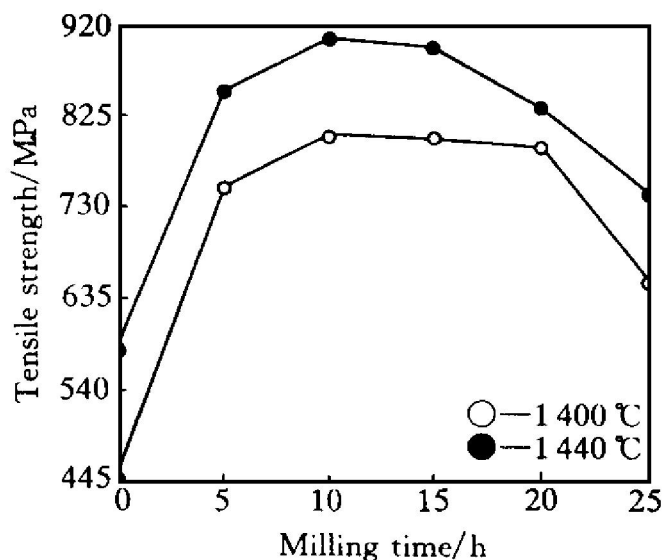


图3 拉伸强度随球磨时间变化

Fig. 3 Variation of tensile strength with milling time

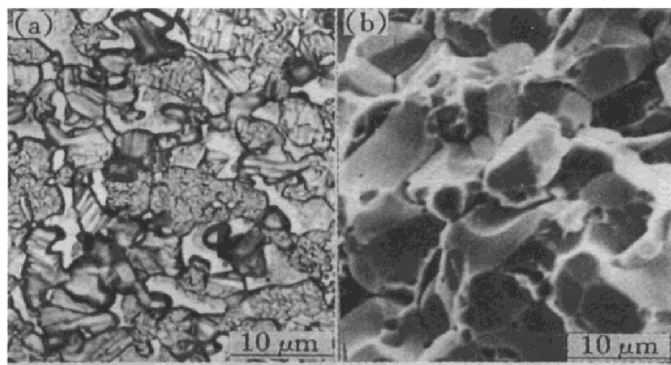


图4 在1440 °C烧结2h的显微组织

Fig. 4 Microstructures of tungsten heavy alloy sintered at 1440 °C for 2 h (milling for 15 h)

(a) —OM; (b) —SEM

3 结论

高能球磨可以制得成分均匀的 W-Ni-Fe 预合金粉, 其致密化快, 烧结温度降低, 在 1400~1440 °C 固相烧结时, 可以达到近全致密, 并具有很高的强度和一定的延性, 而且晶粒组织细小, 只有 2~5 μm。为扩大高比重合金的应用、生产无变形的高性能高比重合金提供了一种新的发展方向。

REFERENCES

- 1 German R M. *Advances in Powder Metallurgy*, 1991, 4, 183–194.
- 2 Chaiat D. In: *Tungsten Refract Met*, *Proc Int Conf*, 2nd. 1994: 57–64.
- 3 Heaney D F, German R M and Ahn I S. *Advances in Powder Metallurgy*, 1993, 2: 169–179.
- 4 German R M. *Advances in Powder Metallurgy*, 1996, 3 (11): 81–97.
- 5 Sung C Y, Mani S S and German R M. *Advances in Powder Metallurgy*, 1990, 1: 469–482.
- 6 Mani S S and German R M. *Advances in Powder Metallurgy*, 1990, 1: 453–467.
- 7 German R M. *Advances in Powder Metallurgy*, 1991, 4: 183–193.
- 8 Edelman D G *et al.* In: *Tungsten Refract Met*, *Proc Int Conf*, 2nd. 1994: 227–233.
- 9 Haerdtle and Sylvia T. In: *Tungsten Refract Met*, *Proc Int Conf*, 2nd. 1994: 169–76.
- 10 Mukira C G. In: *Tungsten Refract Met*, *Proc Int Conf*, 2nd. 1994: 157–167.
- 11 Gurwell W E. In: *Tungsten Refract Met*, *Proc Int Conf*, 2nd. 1994: 65–75.
- 12 Bokhonor B. *Journal of Alloys and Compounds*, 1993, 199: 125–128.
- 13 Lee Pe-Yew, Chen Tzeng-Rong *et al.* *Materials Science and Engineering*, 1995, A192/193: 556–562.

SOLID-STATE SINTERING OF TUNGSTEN HEAVY ALLOY

Fan Jinglian, Qu Xuanhui, Li Yiming and Huang Baiyun

State Key Laboratory for Powder Metallurgy,

Central South University of Technology, Changsha 410083, P. R. China

ABSTRACT The characteristics of milled W-Ni-Fe powders and the physical and mechanical properties of solid state sintered compact were studied. The results showed that, milling can produce homogenous pre-alloyed powders, after solid state sintering at 1400~1440 °C, full density and very fine polygonal tungsten grains (2~5 μm) are achieved, and tensile strength can be 900 MPa over, elongation can reach 3%.

Key words tungsten heavy alloy solid-state sintering high energy ball milling

(编辑 朱忠国)