

温压工艺在粉末冶金中的研究与应用

Research and Application of Warm Compaction in Powder Metallurgy

何 峰, 汪武祥 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

HE Feng, WANG Wu-xiang

(Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 介绍了温压工艺的特点及其致密化机理, 并对粉末冶金研究中温压工艺参数的选择、温压材料的性能及聚合物的加入方式和选取原则进行了讨论。在此基础上, 提出了今后温压工艺的研究发展方向和应用前景。

关键词: 温压工艺; 粉末冶金

中图分类号: TF124.3; TF124.5 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2001) 06-0041-03

Abstract: The characteristics of warm compaction process and its densification mechanism is introduced. The choice of warm compaction process parameters and the properties of warm compaction materials is described. Also the addition method and the selection principles of polymers is discussed. Future research trends and the potential application of warm compaction is presented.

Key words: warm compaction process; powder metallurgy

对许多粉末冶金零件来说, 获得高的力学强度和韧性需要高的烧结密度, 一般为大于 $7.3\text{g}/\text{cm}^3$ 。如此高的密度在传统的压制与烧结条件下很难达到, 通常需采用特殊的生产工艺, 如复压复烧、浸铜、热等静压、粉末锻造和液相烧结等, 但采用这些工艺制备的零件成本偏高, 模具寿命较短。

采用温压工艺, 可以经济地增高生坯密度和烧结密度^[1,2]。在不超过 690MPa 的压制压力和 1120°C 的烧结温度下, 采用特殊的温压混合粉, 通过一次压制/一次烧结工艺, 最终烧结密度一般可达到 $7.2 \sim 7.5\text{g}/\text{cm}^3$ ^[2,3]。如采用温压/高温烧结还可达到更高的密度。因此, 温压工艺自问世之日起就以其经济上可行、产品性能优异而受到广泛的关注。国内外许多单

位先后开展了这方面的研究, 取得了一定的进展。

1 温压工艺的特点

温压工艺是将加有特殊有机聚合物的混合粉末加热到 150°C 左右 (或加热到 250°C) 进行压制, 再用传统的烧结工艺进行烧结^[4]。其工艺流程见图 1。

温压工艺是粉末冶金领域中颇具创造性的技术。与其它制备技术相比, 用该工艺制备的零件具有如下特点^[5]: 高密度。压制密度达 $7.4\text{g}/\text{cm}^3$, 二次压制/二次烧结密度达 $7.6\text{g}/\text{cm}^3$; 高生坯强度。生坯强度为 $15 \sim 30\text{N}/\text{mm}^2$, 并可进行切削加工, 减少了压坯废料; 生产成本低; 材料性能高; 可制造高密度复杂形状零件; 脱模力小, 密度均匀。

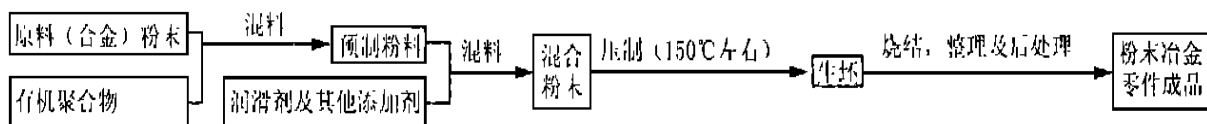


图 1 温压工艺流程图

Fig. 1 The schematic of warm compaction

2 温压工艺的致密化机理

温压工艺与常规粉末压制的最大不同点在于温压是在 $130 \sim 150^\circ\text{C}$ 温度下对混合了聚合物的粉末进行压制。随着压制温度的提高, 合金粉末的加工硬化速

率降低, 塑性变形能力增强, 有利于压制过程中合金粉末的塑性变形^[6]。然而对铁粉而言, 能大幅度降低其加工硬化速率的温度为 400°C 以上, 因而在 $130 \sim 150^\circ\text{C}$ 时其加工硬化速率的降低并不明显, 因此所引起的密度提高也不显著。聚合物加入后改变了合金粉

末的表面性能,从而降低了压制过程中粉末与粉末之间以及粉末与模具壁之间的摩擦力,改变了两者的摩擦机理。前者一方面改善粉末与粉末之间的润滑性能,加速粉末的重排,并促进小粉末填充到大粉末间隙中。另一方面,聚合物薄膜的产生使温压初期粉末与粉末之间有一层润滑膜,这层润滑膜具有一定的承载能力,阻碍了粉末之间过早的机械结合和冶金结合(微观冷焊),避免了粉末之间的搭桥效应,缩小孔隙尺寸,并提高孔隙的均匀度。在压制末期,润滑膜在压力下受到破坏,粉末与粉末直接接触,产生机械结合和冶金结合作用。由于粉末与模具壁的摩擦,压制力随着装粉高度的增大而下降,从而降低了模具壁周围粉末坯的密度。而后者改善了粉末与模具壁的润滑效果,提高有效压力,从而提高生坯密度的均匀性和密度。值得注意的是,温压后生坯密度可达到无孔隙密度的98%以上,此时粉末间的孔隙几乎完全被聚合物占住。这样,聚合物在粉末间又起着均匀传递载荷的作用,这实质上提高了有效载荷,造成粉末的二次重排和二次塑性变形,促进密度的提高和均匀化。这一特性对于生产斜齿轮等形状复杂、受密度不均匀困扰的零件具有重要的现实意义。总之,聚合物的加入增大了有效压力,导致在同等压力的情况下合金粉末的塑变增大,孔隙率下降,提高了生坯的致密度。

3 温压工艺参数的选择及粉末冶金零件性能

3.1 温压温度和压力的选择

对温压工艺而言,在一定的温度范围内可获得最大生坯密度,而影响这一温度范围的因素是压制力和装粉高度。压制力越大和装粉高度越高,则最佳温压温度越低(见图2,3)。随着高度由1.0cm升高到3.8cm,最佳温压温度则由140℃左右降低到80~100℃^[7]。

对某一粉末冶金零件来说,装粉高度越高,有效压力就越小。而装粉高度又取决于松装密度。温压温度不同,聚合物性能不同,表现出来的粉末流动性也不同。因此,对于混合了某种聚合物的合金粉末,对应着存在一个具有最大松装密度的温度范围。超过这一温度范围,粉末充填行为将会恶化。

当温压温度超过最佳温压温度范围后,压制力过高,生坯密度下降。这与粉末冶金零件出模后回弹的增加有关。最佳温压温度取决于粉末的最大可压缩性和最小回弹。然而,在烧结过程中密度的增大是粉末回弹的直接作用结果。在一定的范围内,回弹越高,烧结密度越高。将预混合粉(Distalloy4800A, 4wt% Ni, 1.5wt% Cu, 0.5wt% Mo)与0.6wt%石墨和

0.75wt%聚合物混合,在压制力为690MPa和温度为150℃时,生坯密度达到98%无孔隙密度。进一步提高压力或温度并不能获得更高的密度^[7]。

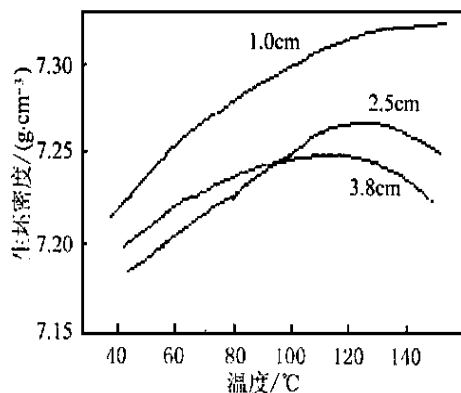


图2 温度和装粉高度对生坯密度的影响
(压力为690MPa)

Fig. 2 The effect of temperature and height on green density (Pressure is 690MPa)

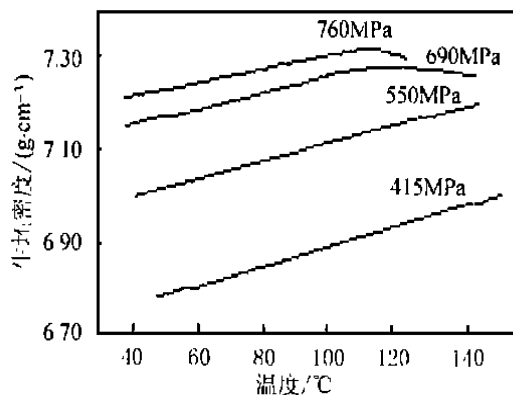


图3 温度和压力对生坯密度的影响
(装粉高度为2.5cm)

Fig. 3 The effect of temperature and pressure on green density (Height is 2.5cm)

目前对温压工艺中聚合物的作用还存在许多争论,因此对温压温度的选择也存在不同意见,即温压温度是使聚合物处于高弹态还是粘流态。从润滑角度来看,聚合物粘度越大,其薄膜的承载能力就越强,其润滑效果越好。当然,粘度太大会导致有效压力下降。而聚合物在玻璃化温度上下时,其粘度相差几个数量级。因此温压温度应选择在玻璃化温度附近,并严格控制温度的波动。

3.2 温压生坯的机加工性能

聚合物在玻璃化温度以下既具有一定的韧性,又具有一定的强度。同时,温压时粉末塑性变形更大,产生更多干净界面,允许更多粉末接触,这促进了合金

粉末的机械结合和冶金结合。这些因素使得生坯密度提高和强度增大，并使其机加工有了可能，也降低了生坯在搬运过程中的破损。将 Distaloy 4800A + 0.5wt% 石墨和 0.6wt% 聚合物润滑剂制备成混合粉，在 690MPa 和 145 °C 下温压，其生坯强度达到 27.6MPa。将生坯钻孔攻丝，在 1120 °C、75vol% H₂+25vol% N₂ 气氛中烧结后，螺栓即可直接旋进烧结坯孔中。对生坯的车削和铣槽试验表明，加工部分表面光洁度好^[7]，但在出刀端和方形与圆形过渡区存在脆裂，且切下的是粉末，而不是切屑。

3.3 温压零件的力学性能

用温压工艺，将由 Ancorsteel45P + 0.6wt% 润滑剂制备的预混合粉压制成试样，然后在 1260 °C 下，于 100vol% H₂ 中烧结 30 分钟。其物理性能和力学性能的测试结果见表 1^[8]。从表 1 可以看出，采用温压工艺于 690MPa 下压制时，经一次压制/一次烧结，烧结密度即可达到 7.57g/cm³，极限拉伸强度为 425MPa，伸长率高达 25%。用温压工艺获得的材料韧性如此之高，值得我们注意。

表 1 用温压工艺制备的材料性能

Tabl 1 The materials properties prepared by warm compaction

压制压力 /MPa	生坯密度 (g·cm ³)	烧结密度 (g·cm ³)	极限拉伸强度 /MPa	屈服强度 0.2/MPa	延伸率 /%	硬度 (HRB)
414	7.06	7.25	360	230	16.5	53
552	7.28	7.46	345	250	20.5	61
690	7.39	7.59	425	270	25.0	67

4 聚合物的选择及其加入方式

选择适当的聚合物是温压工艺的技术关键之一。所选聚合物即要对合金粉末颗粒表面有足够的附着能力，又要有较好的粘结性，同时润滑性要好。然而聚合物常因研究者对其在温压工艺中作用所持观点的不同而被称为粘结剂或润滑剂。实际上，处于粘流态的聚合物既有一定的粘结性，也有一定的润滑性。因此可将两者合二为一，从而达到即能实施温压工艺，又可简化工艺过程的目的。

由于聚合物在粘流态时的粘结性和润滑性不仅与其单体种类有关，而且还随其聚合度以及构型与构像的不同而变化，另外，关于聚合物在温压工艺中的作用目前尚存争议，因此，温压工艺中聚合物的确定有待研究。一般所选聚合物应具有以下特点： 较低的玻璃化温度或熔点； 易溶于挥发性溶剂，便于混

料； 易于在合金粉末表面形成润滑膜或在压制过程中形成转移膜，具有较好的粘结性和润滑性； 裂解时比较缓和、平稳，避免瞬间产生大量气体，导致粉末冶金零件中产生新的空洞； 能阻止或减缓合金粉末氧化； 对人体无害，对环境无污染。

聚合物的加入方式有三种， 将聚合物粉末与合金粉末干混； 在聚合物玻璃化温度或熔点之上将两者进行混合； 将聚合物溶于易挥发的溶剂后与合金粉末湿混。方法 工艺简单，但需用粉末状聚合物，而聚合物一般很难破碎，且粉末太粗时其作用难以完全发挥。后两种混料方法实质上是为了在合金粉末表层涂敷一层均匀的聚合物薄膜，这一方面可使聚合物分散均匀，更好地发挥聚合物的润滑作用，另一方面聚合物薄膜能阻止合金粉末在高温下氧化。

5 存在的问题及发展方向

虽然国外已利用温压工艺成功地制备出一些形状复杂的粉末冶金零件，但其应用领域还很狭窄，其中的许多机理也没有得到深入的研究。而我国温压工艺才刚刚起步，为了缩短产品的实验室试制时间，拓展粉末冶金的应用领域，建议优先解决下列关键问题：

(1) 解决预烧过程中聚合物的挥发问题。由于温压粉末冶金零件的高密度，封闭孔中的聚合物裂解后难以挥发出来，可能导致在预烧过程中产生缺陷，影响产品质量。

(2) 研究聚合物在温压工艺中的润滑机理和其加入方式对粉末冶金零件密度、性能的影响，开发出合适的聚合物润滑剂系列，满足不同温压粉末冶金零件的需要。

(3) 研究温度、压力、聚合物对生坯及烧结件变形的影响。

(4) 开发适用于温压工艺的温压系统，以适应批量生产的需要。

6 结语

作为 20 世纪 90 年代粉末冶金技术方面最为重要的一项技术进步，低成本的温压工艺能提供以往需经浸铜、复压复烧、粉末锻造等复杂工艺才能获得的高密度，特别适合于生产如链轮、传动齿轮、螺旋齿轮等高密度、高强度和形状复杂的粉末冶金零件。相信随着研究的不断深入，温压工艺的应用领域必将得到进一步拓展。

影响非常小。

3.3 -Cr 对 IN718 合金力学性能的影响

IN 718 (GH169) 合金作为盘材来讲, 在高温 (650 左右) 长期时效或者服役过程中, 析出 -Cr 相是避免不了的。-Cr 相的析出对高温蠕变、疲劳以及疲劳/蠕变交互作用下裂纹扩展速率的影响应是一个重要的课题, 我们已在这方面开展了工作。值得指出的是, -Cr 相对一些力学性能的影响亦是与其析出量的多少密切相关。

4 结论

(1) 对 -Cr 相析出规律的研究表明, -Cr 的析出数量与时效条件有关, 在一定范围内, 较高的时效温度和较长的时效时间都会使 -Cr 数量增多。

(2) 合金元素对 -Cr 相析出有重要的影响, 其中 Cr 是影响 -Cr 析出的最主要元素。

参考文献

- [1] G E Korth & C L Trybus. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M], Edited by Edward A Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, 1991: 437.
- [2] J W Brooks & P J Bridges et al. Superalloys 1988 [M], Edited by S Antolovich and C Lund. The Metallurgical Society, 1988: 33.
- [3] 邓群, 庄景云等. 钢铁研究学报, 1998, 10 (2): 33.
- [4] Jianxin Dong, Xishan Xie et al. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M], Edited by Edward A Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1994: 649.
- [5] J F Barker, E W Ross and J F Radavich. J of Metals, 1970, 1: 31.
- [6] J F Radavich. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M], Edited by Edward A Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1997: 17.
- [7] J F Radavich. J Of Metals, 1988, 7: 42.
- [8] J F Radavich. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M], Edited by Edward A Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, 1997: 409.
- [9] J F Radavich. Superalloys 718—Metallurgy and Application [M], Edited by Edward A Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1989: 257.
- [10] S T Wlodek and R D Field. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M]. Edited by Edward A Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1994: 659.
- [11] Armida Oradei-Basile and J F Radavich. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives [M], Edited by Edward A Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1991: 325.
- [12] J F Radavich and G E Korth. Superalloys 1992 [M], Edited by S D Antolovich, R W Stusrud, R A MacKay et al. The Minerals, Metals & Materials Society, 1992: 497.
- [13] 吴翠微. IN CONEL 718 合金中 -Cr 相析出行为及对力学性能的影响 [D]. 北京科技大学硕士学位论文, 2001, 3.

- [14] 王改莲, 吴翠微, 谢锡善等. 1999 Experimental Report on IN-CONEL718 Structure Stability Study, 2000, 2.
- [15] Xishan Xie. The 9th SINO-AMERICAN SYMPOSIUM ON SUPERALLOYS-APPLICATION AND GLOBALIZATION [C], Beijing, China, 2000, 3 (5), Edited by Xishan Xie and John F Radavich. The Chinese Society for Metals.

收稿日期: 2000-02-01; 修订日期: 2001-02-16

作者简介: 王改莲 (1964-), 女, 博士, 高级工程师, 联系地址: 北京科技大学材料学院高温合金研究室 (100083)。

本文编辑: 孙常青

* * * * *

(上接第 43 页)

参考文献

- [1] Chagnon F, Gelinas C and Trudel Y. Development of high density materials for P/M applications [J]. Advances in powder metallurgy and particulate materials, 1994, 3, Compiled by Lall C and Neupaver A J, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1994: 199.
- [2] Chagnon F and Trudel Y. Effect of compaction temperature on sintered properties of high density P/M materials [J]. Advances in powder metallurgy and particulate materials, 1995, 2, Compiled by Philips M. and Porter J. Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1995: 53.
- [3] Rutz H G and Hanejko F G. High density processing of high performance ferrous materials [J]. Advances in powder metallurgy and particulate materials, 1994, 5, Compiled by Lall C And Neupaver A J, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1994: 117.
- [4] Musella V and Angelo M D. Process for preheating metal in preparation for compacting operations [P]. U S Patent No. 4, 955, 798.
- [5] Rutz H G, Hanejko F G and Luk S H. Warm compaction offers high density at low cost [J]. Metal Powder Report, 1994, 49 (9), : 40.
- [6] Degoix C N, Griffo A and German R M. Effect of lubrication mode and compaction temperature on the properties of Fe-Ni-Cu-Mo-C [J]. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998, 34 (2): 29.
- [7] Anonymous [J]. Warm compaction moves into production [J], Metal Powder Report, 1996, 51, (10): 12.
- [8] Rutz H G and Hanejko F G. High density processing of high performance ferrous materials [J], The International Journal of Powder Metallurgy, 1995, 31 (1): 9.

收稿日期: 2000-10-25

作者简介: 何峰 (1970-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事高温合金, 粉末冶金及超细粉末研究工作。联系地址: 北京市 81 信箱 15 分箱 (100095)。

本文编辑: 孙常青