

微波烧结 Fe-2Cu-0.6C 合金的保温时间对组织与性能的影响

Effects of Soaking Time on Microstructure and Properties of Microwave Sintering Fe-2Cu-0.6C Alloy

彭元东, 易健宏, 郭颖利, 李丽娅, 罗述东

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

PENG Yuan-dong, YI Jian-hong, GUO Ying-li, LI Li-ya, LUO Shu-dong

(State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

摘要: 对微波烧结 Fe-2Cu-0.6C 粉末冶金材料进行了 1150℃ 不同保温时间下的性能和显微组织研究, 并与常规烧结试样进行了对比。结果表明: 微波烧结保温时间由 5min 增加至 15min, 试样的各项性能达到最佳: 密度为 7.22 g/cm³, 硬度 HRB 为 78, 抗拉强度为 416.8 MPa, 延伸率为 5.5%; 保温时间延长至 20min 对试样性能影响不大。微波烧结的性能较常规烧结高。通过金相显微分析表明: 微波烧结有着良好的微观结构, 即小的、近圆形且均匀分布的孔隙结构, 从而也有利于获得细小的晶粒和高的致密度; 微波烧结较常规烧结有着更多片状和粒状珠光体, 能显著改善其性能。由断口分析可知, 常规烧结样品属于脆性穿晶断裂, 而微波烧结样品为脆性穿晶断裂和韧窝型的穿晶韧性断裂的混合型断裂。

关键词: 微波烧结; Fe-Cu-C 合金; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TF125.2; TG146.4 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2008)04-0051-05

Abstract: The properties and microstructure of microwave sintering Fe-2Cu-0.6C alloy at 1150℃ for different soaking time were studied, and compared with that of the conventional sintered samples under the same sintering temperature properties. The results showed the microwave sintered properties were higher than conventional sintered. The properties reached optimal, when the microwave sintering soaking time changed from 5min to 15min. The density was 7.22 g/cm³, HRB was 78, tensile strength was 416.8 MPa and elongation was 5.5%. But prolonged soaking time to 20min, the properties were not changed. Optical microscopy revealed that microwave sintered sample had finer microstructures, as small, rounded, and uniformly distributed pores, which was advantageous to obtain the tiny crystal grain and high density. There were much flaky and granular pearlite compared with the conventional sintered, so microwave sintering can significantly improve the sample's performance. Through fracture analysis, the conventional sintered was brittle intergranular fracture and microwave sintered was mixed fracture made up of brittle intergranular and ductility intergranular fracture.

Key words: microwave sintering; Fe-Cu-C alloy; microstructure; mechanical property

微波烧结(microwave sintering)是一种利用微波具有的特殊波段与材料的基本细微结构耦合而产生热量, 材料的介质损耗使其材料整体加热至烧结温度而实现致密化的方法, 是快速制备高质量的新材料和制备具有新的性能的传统材料的重要手段, 因而成为近年来广泛开展的一种烧结新技术^[1-3]。与常规烧结相比, 微波烧结具有烧结温度低、时间短、加热均匀等特点, 可以有效抑制晶粒的长大, 细化合金的显微组织, 有利于改善烧结体的性能。目前, 微波烧结在陶瓷烧结方面已广泛应用^[4,5], 在其他方面也已经涉及到

硬质合金、磁性材料、316L 不锈钢、CuTi-金刚石复合体以及 Mg/Cu 纳米复合体等材料的烧结^[6-9]。特别是金属及其合金的微波烧结与合成, 成为了人们研究的热点^[10-15]。

粉末冶金 Fe-Cu-C 材料具有广泛的用途, 是铁基粉末冶金结构零件的主要材质。用传统电阻加热方式烧结该合金工艺已相当成熟, 而采用微波烧结工艺也有了初探, 但其综合性能均有待于进一步深入研究^[15-17]。本工作以还原铁粉、电解铜粉和石墨为原料, 研究了 Fe-Cu-C 合金 1150℃ 下不同保温时间

的微波烧结组织与性能,并与同一温度下常规烧结合金的力学性能和显微组织进行了对比,为进一步研究 Fe-Cu-C 合金的微波烧结特性提供实验依据。

1 实验

以还原铁粉(粒度 $\leq 147\mu\text{m}$)、电解铜粉(粒度 $\leq 38\mu\text{m}$)和石墨粉(粒度 $\leq 45\mu\text{m}$)按质量分数 97.4:2:0.6 配料,以无水乙醇为混料介质,球料比为 5:1,采用变频行星式球磨机混合,球磨转速为 120r/min,混合 5h;混后粉末在电热恒温干燥箱中干燥。

实验成形压力为 600MPa。烧结分为微波烧结和常规氢气烧结两种方式,烧结温度为 1150℃,微波烧结保温时间分别为 5, 10, 15, 20min, 常规烧结保温 60min。

采用排水法测定试样密度。实验用 LJ3000A 型机械式拉力试验机进行烧结坯的抗拉强度分析;采用 HDH-1875 型的布洛维硬度计测试样品的硬度。在 MeF3A 光学显微镜上观察样品的孔隙分布及组织形貌。采用 JSM-6360LV 扫描电子显微镜对试样的拉伸断口进行形貌观察。

2 结果与分析

2.1 保温时间对 Fe-Cu-C 合金性能的影响

2.1.1 密度

密度是影响铁基材料及其零件性能的主要因素,是评价材料性能的主要指标。表 1 列出了 1150℃微波烧结不同保温时间与密度的关系,可以看出,微波烧结保温时间由 5min 增加至 15min,密度即由 7.11g/cm³ 增至 7.22g/cm³,但随着保温时间延长至 20min,其对试样密度的影响减小。而常规烧结 1150℃保温 60min 时的密度仅为 6.94 g/cm³,远低于微波烧结试样密度。

在微波烧结过程中,由于材料内部吸收微波产生热量,不同于常规加热通过对流、传导、热辐射的加热模式,且温度梯度比常规加热小得多。同时在微波场中,可使原子扩散速度加快,从而降低烧结温度和加速反应进行,在很短的时间即可完成。且短时间烧结晶粒不易长大,易得到均匀的细晶粒显微结构,有利于提高材料的性能。

2.1.2 洛氏硬度

由表1看出,微波烧结试样的洛氏硬度与密度变

表 1 1150℃烧结的保温时间与试样性能的关系

Table 1 Relation between soaking time and sample properties at 1150℃ sintering

Sintering mode	Soaking time/ min	Density/(g • cm ⁻³)	Hardness(HRB)	Tensile strength / MPa	Elongation/ %
Microwave sintered	5	7.11	67	364.3	4.2
	10	7.20	75	413.9	6.0
	15	7.22	78	416.8	5.5
	20	7.21	77	408.4	5.3
Conventional sintered	60	6.94	72	266.4	2.2

化规律相同。由于密度是材料综合性能的体现,微波烧结样品的硬度体现于密度相同的规律,在保温 15min 时 HRB 达到最大值 78。

2.1.3 拉伸性能

由表 1 可以看出,微波烧结样品在抗拉强度、延伸率都远高于常规烧结样品。实验所研究的 Fe-Cu-C 材料属脆性材料。这也与其微观结构有关,微波烧结和常规烧结的组织中都有大量铁素体,铁素体为体心立方结构。而脆性断裂通常在体心立方和密排六方金属材料中出现^[18]。

随着烧结保温时间的延长,抗拉强度增加,在保温 15min 时达到最大值 416.8MPa,时间进一步延长,抗

拉强度降低,这与样品的密度和显微结构都有一定关系。而延伸率在保温 10min 时性能为 6.0%,在 15min 时下降为 5.5%。

2.2 金相显微结构分析

2.2.1 孔隙分析

图 1 为 1150℃烧结样品的孔隙结构照片。由图 1 可见,在相同的烧结温度下,微波烧结比常规烧结有着更少的孔隙,也即微波烧结试样有着致密的微观结构。而常规烧结样品有着较多的孔隙,主要有大的、有尖角的和非均匀分布的孔隙。与常规烧结相比,微波烧结样品有着良好的微观结构和孔隙分布,从而得到较高的密度和抗拉性能。

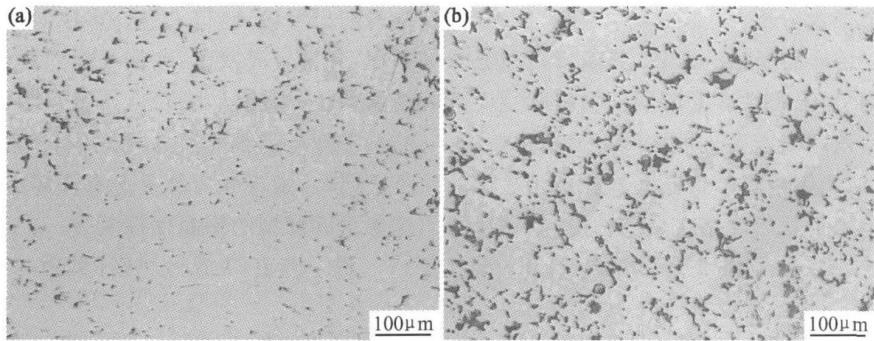


图 1 1150℃烧结试样的孔隙照片 (a)微波烧结样品; (b)常规烧结样品
Fig. 1 Pores photograph of sintered at 1150℃
(a) microwave sintered; (b) conventional sintered

2. 2. 2 显微组织分析

图 2 为 1150℃不同保温时间下各试样的金相显微组织。图 2a—c 为微波烧结样品的金相显微照片, 与图 2d 常规烧结试样相比, 晶粒更细小, 而且晶粒边界趋于规则化, 晶间组织分布更为均匀, 这是由于微波电磁场与材料相互作用, 较常规烧结, 烧结时间短, 晶粒来不及长大^[15]。微波烧结样品的组织是由铁素体、片状和粒状的珠光体, 以及极少的孔隙组成的。可以看出珠光体大多是在晶界上形成的。由于烧结过程在氮气和氢气的混合气体气氛中进行, 可有效减少样品

的脱碳, 并且样品在短时间烧结之后, 马上关闭系统, 停止工作, 样品在炉腔内自然冷却, 其冷速介于淬火冷却和常规电阻炉随炉慢冷之间(这是由于所用的微波烧结炉体散热快), 几分钟之内即可由 1000℃以上的高温冷却至室温, 因而使得样品烧结硬化, 出现许多粒状的珠光体。在成分相同的条件下, 粒状珠光体比片状珠光体的硬度稍低, 但塑性好。而在硬度相同的条件下, 粒状珠光体比片状珠光体具有良好的拉伸性能。同时, 粒状珠光体还具有较好的切削加工性能、冷成型性能及淬火工艺性能^[15]。

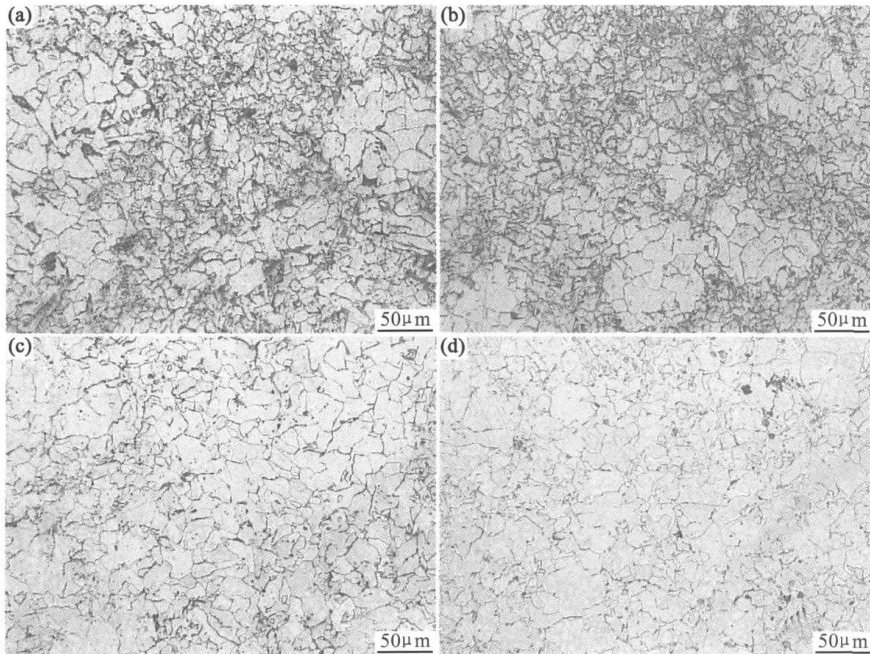


图 2 1150℃不同保温时间下的各试样金相照片
(a)微波烧结 5min; (b)微波烧结 15min; (c)微波烧结 20min; (d)常规烧结 60min
Fig. 2 Microstructure of sintered at 1150℃ for different soaking times
(a) microwave sintered for 5min; (b) microwave sintered for 10min;
(c) microwave sintered for 15min; (d) conventional sintered for 60min

2.2.3 断口形貌观察及分析

图 3a 为常规烧结样品断口的形貌, 其断口系疏松区域, 断口几乎无韧窝, 属脆性穿晶断裂。材料断裂面呈解理和分离状态, 该断口准解理面之间多为撕裂岭, 为蔡状断口。合金结构钢蔡状断口是在材料烧结之后缓冷时出现的, 这是因为氢气烧结之后随炉冷却, 使得晶粒长大造成的^[16]。图 3b 为微波烧结保温 15min 试

样的断口形貌, 断口上有许多取向不同、比较光滑的小平面, 齐平呈亮灰色, 它们有强烈的金属光泽和明显的结晶颗粒, 为结晶状断口, 属脆性断裂。这些取向不同的小平面与晶粒的尺寸相对应, 反映了样品晶粒的大小。同时, 发现断口晶界上有许多小的韧窝连接而成, 这属于韧窝型的穿晶韧性断裂。

进一步在高倍下观察(见图4), 断口中可观察到

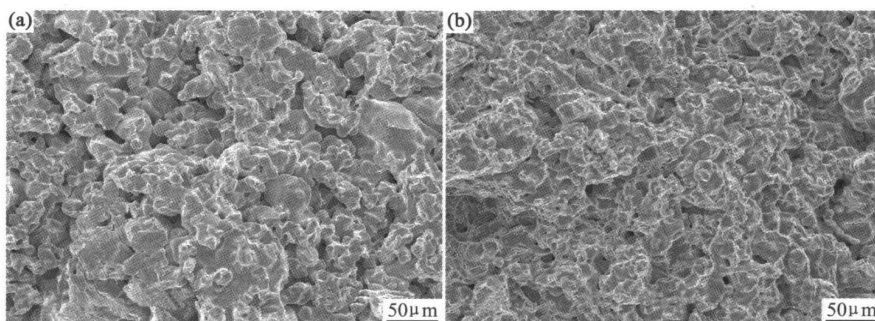


图3 常规烧结(a)与微波烧结(b)样品的抗拉断口形貌

Fig. 3 Fracture surface photographs of conventional sintered (a) and microwave sintered (b)

等轴韧窝^[19]。有韧窝说明微波烧结可以强化晶界, 可能与微波烧结是通过偶极子转向极化损耗而发热烧结有关。由此可见, 微波烧结样品的断裂属于脆性穿晶断裂和韧窝型的穿晶韧性断裂的混合型断裂。

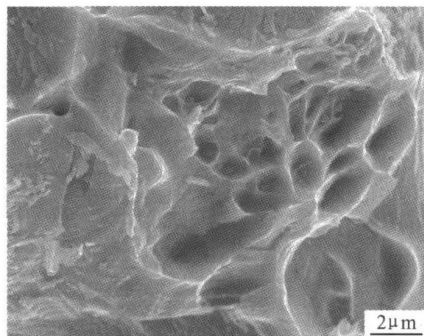


图4 微波烧结样品抗拉断口形貌

Fig. 4 Fracture surface photograph of microwave sintered

3 结论

(1) 1150℃微波烧结保温时间由 5min 增加至 15min, 试样的各项性能达到最佳: 密度为 $7.22\text{g}/\text{cm}^3$, 硬度 HRB 为 78, 抗拉强度为 416.8MPa, 延伸率为 5.5%。保温时间延长至 20min 对试样性能影响不大。微波烧结的性能较常规烧结高。

(2) 微波烧结对材料力学性能的改善不仅仅取决于样品高的烧结密度, 还在于其良好的微观结构: 短时

间烧结晶粒不易长大, 易得到均匀的细晶粒显微结构, 内部孔隙很少, 孔隙形状也比传统烧结的要圆。

(3) 常规烧结样品的组织主要是由大量铁素体、极少量珠光体以及大小不一的各种孔洞组成; 而微波烧结样品的组织主要是由铁素体、片状和粒状珠光体以及极少量的孔隙组成。大量珠光体的存在能显著改善其力学性能。

(4) 由断口分析可知, 常规烧结样品属于脆性穿晶断裂, 而微波烧结样品为脆性穿晶断裂和韧窝型的穿晶韧性断裂的混合型断裂, 说明微波烧结提高了材料的韧性和塑性。

参考文献

- [1] AGRAWAL D. Metal parts from microwaves [J]. Materials World, 1999, 7(11): 672- 673.
- [2] 马金龙, 童学锋, 彭虎. 烧结技术的革命[J]. 新材料产业, 2001, 11(6): 30- 32.
- [3] 易健宏, 唐新文, 罗述东, 等. 微波烧结技术的发展及展望[J]. 粉末冶金技术, 2003, 21(6): 351- 354.
- [4] LIN F-NAN, WAN-CHU LEE, KUO-SHUNG LIU. On the microwave sintering technology for improving the properties of semi-conducting electronic ceramics[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2001, (21): 2085- 2088.
- [5] 林枞, 许业文, 徐政. 陶瓷微波烧结技术研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2006, 25(3): 132- 135.
- [6] 周健, 程吉平, 袁润章, 等. 微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金的工艺与性能[J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(3): 465- 468.
- [7] PANDA S S, SINGH V, UPADHYAYA A, et al. Effect of con-

- ventional and microwave sintering on the properties of yttria alumina garnet dispersed austenitic stainless steel[J]. Metallurgical and materials transactions A, 2006, 37: 2253– 2264.
- [8] CHIEN-YIH TSAYA, KUO-SHUNG LIUA, LINB-FAN. Microwave sintering of $(\text{Bi}_{0.75}\text{Ca}_{1.2}\text{Y}_{1.05})(\text{V}_{0.6}\text{Fe}_{4.4})\text{O}_{12}$ microwave magnetic materials[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2004, 24: 1057– 1061.
- [9] WONG W L E, GUPTA M. Development of Mg/Cu nanocomposites using microwave assisted rapid sintering[J]. Composites Science and Technology, 2007, 67: 1541– 1552.
- [10] GEDEVANISHVILI S, AGRAWAL D, ROY R. Microwave combustion synthesis and sintering of intermetallics and alloy[J]. J Mat Sci Lett, 1999, 18: 665– 667.
- [11] ROY R, AGRAWAL D, CHENG J P, et al. Full sintering of powdered metal bodies in a microwave field[J]. Nature, 1999, 399(17): 665– 670.
- [12] ANKLEKAR R M, AGRAWAL D K, ROY R. Microwave sintering and mechanical properties of PM copper steel[J]. Powder Metallurgy, 2001, 44(5): 355– 362.
- [13] 易健宏, 罗述东, 唐新文, 等. 金属基粉末冶金零部件的微波烧结机理初探[J]. 粉末冶金工业, 2003, 13(2): 22– 25.
- [14] JOKISAARI J R, BHADURI S, BHADURI S B. Microwave activated combustion synthesis of titanium aluminides[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 394: 385– 392.
- [15] 黄加伍, 彭虎. 粉末冶金 Fe-Cu-C 合金的微波烧结研究[J]. 矿冶工程, 2005, 25(5): 77– 79.
- [16] 罗春峰, 李溪滨, 刘如铁, 等. 微波烧结对粉末冶金铁基材料性能的影响[J]. 湖南冶金, 2006, 34(2): 7– 10.
- [17] SAITOU K. Microwave sintering of iron, cobalt, nickel, copper and stainless steel powders[J]. Scripta Materialia, 2006 (54): 875– 879.
- [18] 姜锡山. 特殊钢金相图谱[M]. 北京: 机械工业出版社, 2003.
- [19] 张九渊. 表面工程与失效分析[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006.

收稿日期: 2007-08-14; 修订日期: 2007-11-08

作者简介: 彭元东(1974—), 男, 在职博士, 助理研究员, 从事铁基粉末冶金材料及磁性材料研究, 联系地址: 湖南省长沙市岳麓区中南大学粉末冶金研究院(410083)。E-mail: pengyuandong pm@163.com

“只要能动, 就能发电” 华人科学家研制出纤维纳米发电机

让比头发丝还细的纤维丝“生长”出纳米材料, 再通过马达带动长满纳米线的纤维丝相互错动, 机械能就这样巧妙地转化为电能。借助这种纳米发电机, 走路、心跳这样司空见惯的机械运动将来都能用来发电。“只要你能动, 就能发电”, 纤维纳米发电机研制小组领衔科学家王中林在接受记者采访时这样描述纤维纳米发电的远景。

王中林是佐治亚理工学院华人科学家, 他领导的科研小组在纳米发电领域取得的这一突破性进展刊登在英国《自然》杂志上。

王中林用通俗易懂的语言介绍说, 与他们此前研发出的直流纳米发电机相比, 纤维纳米发电机的突破在于: 生长纳米线的基片从硬质、昂贵的硅材料换成了柔软、便宜的纤维丝; 带动纳米线摩擦错动的机械运动由之前频率较高的超声波改为更容易获取的低频机械运动。

实验过程中, 他们把纤维丝放入化学溶液中, 在纤维丝上镀上氧化锌。镀在纤维丝上的氧化锌会径向生长, “长”出纳米线。长满纳米线的纤维丝就像“女士卷发用的发卷”。王中林说, 将两个“发卷”平行放置, 给其中一个镀金或其他金属, 金属可以和氧化锌形成类似二极管的导电效应。然后在马达带动下, 两个“发卷”相互错动摩擦, 一拉一松。由于氧化锌的“压电效应”, 纳米线的形变便可产生电能。他们成功地制成了数百个这种纤维纳米发电机。为什么要让纳米发电机朝这个方向改进? 王中林说, 基片材料的改进大大降低了成本, “我们的纤维丝是用的杜邦公司的凯芙拉, 几美元就可以买一大捆”。而且利用纤维成功进行纳米发电, 意味着“发电衣”等柔性、可弯曲的发电体在不远的将来都会成为现实, 甚至微风吹动的帐篷也能发电。他根据目前的原型估算, 将来用这样的纤维制成的织物, 每平方米的输出功率可达 80 毫瓦, 有可能给一个随身的 ipod 供电。

低频机械运动的成功利用更具有突破性意义。跑步、走路、心跳等产生的机械能从理论上讲都可以转化为电能, 这些白白浪费掉的能量都可以被利用起来。另外, 纤维纳米发电机的材料都是生物安全材料, 整个过程无排放、无污染, 堪称最具潜力的绿色发电。

纳米尺度的发电机的重要性怎么强调都不为过。王中林打了个比喻说, 以前, 不论多小、多灵敏的器件, 都需要附加一个较大尺度的传统电源, 好比“蚂蚁拉个大骆驼”。传统电源比如电池, 都存在需要定期更换、材料有毒性等种种问题, 而纤巧的纳米发电机无疑将使电源领域向前迈进革命性的一步。