

粘结化铁基粉末的高速压制成形与烧结行为研究 *

章林¹⁾ 吕元之²⁾ 邵健³⁾ 张应波²⁾ 刘志伟¹⁾ 曲选辉^{1)***}

1)(北京科技大学新材料技术研究院,新金属材料国家重点实验室,北京 100083)

2)(莱芜市新艺粉末冶金制品有限公司,山东莱芜 271103)

3)(上海汽车粉末冶金有限公司,上海 200072)

摘要: 研究了采用粉末改性处理和高速压制相结合的技术制备高密度铁基粉末冶金材料的工艺。所用的粘结化铁基粉末的名义成分(质量分数)为 Fe - 1.5Ni - 0.5Cu - 0.5C; 重点研究了压制能量和粉末塑化改性对压坯密度的影响,以及高密度压坯的烧结致密化行为。结果表明:粘结化铁基粉末具有较高的流动性(25.1s/50g)和松装密度(3.2 ~ 3.4g/cm³)。未经塑化改性处理的粉末随着压制速度的增加,压坯密度提高缓慢,在 8.7m/s 高压制速度下,压坯密度为 7.37g/cm³。塑化改性处理粉末具有优异的塑性变形能力,压坯密度随着冲击能量的增加而迅速增大,在 6.2 ~ 8.7m/s 的压制速度范围内,压坯密度为 7.07 ~ 7.62g/cm³。经过 8.7m/s 高速压制和 1 150℃ 烧结后,烧结体密度达到 7.51g/cm³,相对密度为 96.5%。

关键词: 粉末冶金; 高速压制; 铁基合金; 粘结化处理; 塑化处理

Study on high velocity compaction and sintering behaviour of bonding treated ferrous powder

Zhang Lin¹⁾, Lü Yuanzhi²⁾, Shao Jian³⁾, Zhang Yingbo²⁾, Liu Zhiwei¹⁾, Qu Xuanhui¹⁾

1) (State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, Institute for Advanced Materials and Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

2) (Laiwu Xinyi Powder Metallurgy Products Limited Company, Laiwu Shandong 271103, China)

3) (Shanghai Automotive Powder Metallurgy Products Limited Company, Shanghai 200072, China)

Abstract: The novel technology used to fabricate high - density powder metallurgy materials by the combination of powder modification and high velocity compaction was investigated. The nominal composition of the bonding treated proprietary powder is Fe - 1.5Ni - 0.5Cu - 0.5C (weight percent). The main focus of this work is on the elucidation of the influence of compaction energy and power modification on the green density, and the sintering behaviour of the high - density compacts. The results indicate that the proprietary powder exhibits homogeneous composition, excellent flowability (25.1s/50g) and relatively high apparent density (3.2 - 3.4g/cm³). As for the powder without plasticizing, the green density increases slowly with increasing compaction velocity, and the green density is only 7.37g/cm³ at the high compaction velocity of 8.7m/s. The powder after plasticizing exhibits excellent plastic deformation ability, and the green density increases rapidly with increasing compaction energy. In the compaction velocity range of 6.2 - 8.7m/s, green density of 7.07 - 7.62g/cm³ are achieved. Under the compaction velocity of 8.7m/s and the sintering temperature of 1 150℃, the highest density of 7.51g/cm³ was obtained, and the relative density was 96.5%.

Key words: powder metallurgy; high velocity compaction; ferrous alloy; bonding treatment; plasticization

* 国家973计划资助项目(2011CB606306);国家高技术发展计划资助项目(2009AA033201);国家科技支撑计划资助项目(2009BAE74B04)

** 曲选辉(1960-),男,教授,博士生导师。E-mail: quxh@ustb.edu.cn

收稿日期:2011-11-29

铁基粉末冶金制品由于技术上和经济上的优越性而被广泛应用于汽车、机械、化工、电子等领域,其中汽车产业是粉末冶金零件的主要用户^[1-2]。随着我国汽车行业持续快速的增长,粉末冶金制品的需求量日益增大,性能要求也越来越高。密度在7.4g/cm³以上的汽车用高品质粉末冶金铁基零件,如高强度齿轮、连杆、同步器齿毂、行星轮支架和链轮等关键零部件仍然依赖进口或传统机械加工^[3-5]。开发高密度、高强度、高精度、大尺寸和复杂形状的粉末冶金零件的制备技术是粉末冶金工业发展的一个重要方向^[6-8]。

高速压制是一种高效率成形高密度零件的新技术,它利用重锤(5~1 200 kg)高速(2~30m/s)冲击产生的巨大冲击波能量使金属粉末在20ms内进行致密化,而且通过间隔300ms的多重冲击能达到更高的致密度^[9-13]。为了进一步提高压坯密度,高速压制技术还能和其它工艺相结合,例如模壁润滑和高速压制相结合而形成了模壁润滑高速压制技术,温压和高速压制结合就出现了温粉高速压制技术^[14-15]。此外,高速压制还能和复压和烧结硬化等工艺相结合以提高粉末冶金制品的综合性能。本文作者将粉末改性与高速压制技术相结合,首先从粉末改性的角度出发以提高粉末的填充性、流动性和塑性变形能力,然后利用高速压制技术得到高密度铁基合金。主要研究内容包括粘结化铁基粉末的表征,及其高速压制和烧结致密化行为。

1 试验

本试验所用的粘结化铁基粉末由莱芜市新艺粉末冶金制品有限公司提供,该粉末是以水雾化Fe粉作为基体粉末,通过优化粉末粒度组成、添加合金元素、润滑剂、塑化剂和粘结化处理后获得。粘结化铁基粉末的名义成分(质量分数)为Fe-1.5Ni-0.5Cu-0.5C。粘结化铁基粉末在600~1 000℃的温度范围内进行塑化改性处理后就得到具有优异塑性变形能力的高密度成形专用粉末。粘结化铁基粉末和专用粉末分别在HYP35-2型高速冲击成形压机上进行压制,最大压制行程为60mm,单次最大压制能量1 590J,压制过程中使用模壁润滑降低脱模力。压坯在GSL-1600型管式烧结炉中进行烧结,采用氢气作为保护气氛,烧结温度为900~1 150℃,保温2h。采用Archimedes法测定试样的

密度。粉末的形貌、烧结态显微组织和断口形貌通过LEO1450型扫描电镜进行分析。

2 结果与讨论

2.1 粘结化铁基粉末表征

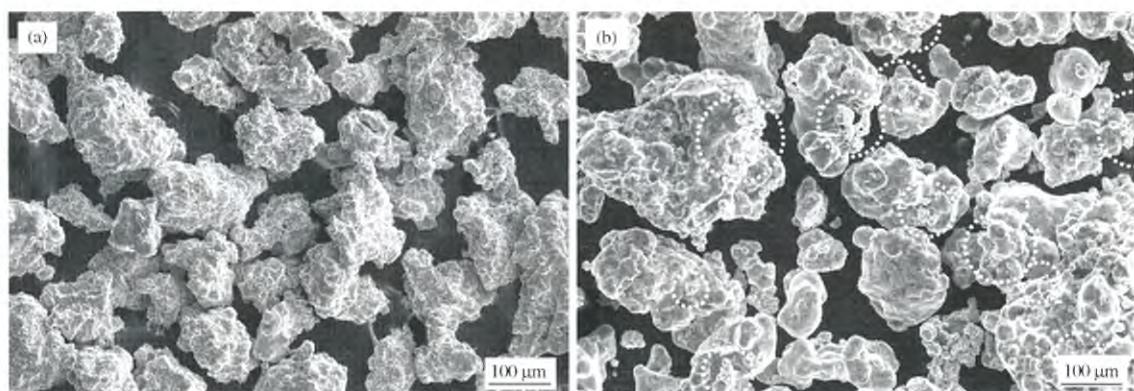
图1是水雾化Fe粉和粘结化铁基粉末的显微组织。图1(a)是粒径为90~140μm的水雾化Fe粉,Fe粉颗粒形状不规则,分散性较好,没有颗粒的团聚;水雾化粉末的松装密度为2.85~3.05g/cm³,流动性为29.5s/50g。图1(b)是经过粘结化和塑化改性处理后的高密度成形粉末,简称专用粉末。专用粉末由多种粒径的粉末颗粒组成,少量粉末颗粒的粒径为50~100μm,大部分粉末颗粒的粒径为100~200μm,还有粒径为240μm左右的大颗粒,这种大颗粒是由多个单颗粒粘结在一起形成的复合体。专用粉末的平均粒径大于原料粉末,粉末颗粒表面积的减少降低了粉末颗粒之间的内摩擦力,而且改性处理后的粉末比原始雾化粉末更加圆滑,因此流动性更好,改性处理粉末的流动性提高到25.1s/50g。多种不同粒径粉末的搭配使用使小颗粒能够填充到大颗粒的空隙中去,有效提高了粉末的堆积密度,专用粉末的松装密度提高到3.2~3.4g/cm³。图1(b)中的圆圈标记的是合金元素Ni和Cu的分布,粘结化处理使细小的(3~5μm)合金元素粉末均匀粘附在Fe粉颗粒表面,这为合金元素的均匀扩散提供了有利条件,特别是合金元素C的扩散均匀化对于获得均匀的显微组织是至关重要的。

2.2 高速压制

图2所示为经过塑化处理和未经过塑化处理的专用粉末在不同压制速度(或压制能量)下的压坯密度。对于未经塑化处理的粉末,压坯密度随压制速度的增大比较缓慢地增加;在6.2m/s的压制速度下,压坯密度为7.21g/cm³;当压制速度增加到8.7m/s时,压坯密度也只能达到7.37g/cm³,压坯密度很难随着压制速度的提高而进一步提升。经过塑化处理后,压坯密度随着压制速度的增加而大幅度提高。在6.2~7.1m/s的压制速度范围内(压制能量为0.795~1.06kJ),压坯密度随着压制速度的增大而大幅度提高,平均增加速率为0.272g·cm⁻³/(m·s⁻¹);当压制速度从7.1m/s增加到8.7m/s时(对应的压制能量为1.06~1.59kJ),压

坯密度从 $7.31\text{g}/\text{cm}^3$ 增加到 $7.62\text{g}/\text{cm}^3$,平均增加速率为 $0.186\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}/(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$ 。当压制速度 $<7.1\text{m}/\text{s}$ 时,未经塑化处理粉末的压坯密度高于经过塑化处理粉末的压坯密度,这是由于专用粉末中的润滑剂改善了粘结化铁基粉末的流动性,并且可以减少压制过程中粉末颗粒之间的摩擦阻力,使粉末颗粒得以在压制过程中能够更好地进行颗粒重排和传递冲击能量,因而有利于压坯密度的提高。然而,当压制速度 $>7.1\text{m}/\text{s}$ 时,未经塑化处理粉末的压坯密度明显低于塑化处理后的专用粉末,并且二者之间的密度差异随着压制速度的增大而呈增大的趋势。这是由于:未经过塑化处理的粉末中含有一定

量的润滑剂和增塑剂,这些有机物滞留在坯体内部将阻碍压坯的致密化;经过塑化处理后,专用粉末中的增塑剂和润滑剂被清除,不会阻碍粉末的致密化;更为重要的是,增塑改性处理降低了Fe粉颗粒的硬度,能够减小颗粒塑性变形的阻力,从而使Fe粉颗粒整体塑性变形的能力得到显著改善;此外,不同粒径粉末的科学搭配有效减小了颗粒间的孔隙体积,也能够使颗粒的堆积密度提高。可见,专用粉末经过高速压制后能够获得如此高的致密度,主要得益于粉末的改性处理,其中增塑改性处理是提高压坯密度的关键。



(a)水雾化 Fe 粉; (b) 粘结化铁基粉末
图 1 水雾化 Fe 粉和粘结化铁基粉末的显微组织

Fig. 1 Morphology of original water atomized iron powder and bonding treated ferrous powder

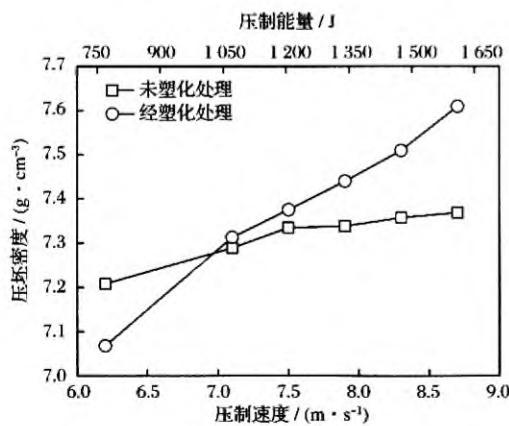


图 2 塑化处理和未塑化处理专用粉末在不同压制速度下的压坯密度变化

Fig. 2 Influence of compaction velocity on the green densities of the compacts made from the proprietary powder with and without plasticizing

图3所示为经过塑化处理和未经过塑化处理的专用粉末在 $8.7\text{m}/\text{s}$ 的压制速度下所得压坯的显微组织。对于未经过塑化处理的粉末,压坯密度为 $7.21\text{g}/\text{cm}^3$ (相对密度为92.4%),显微组织中残留了较多的孔隙,大部分的粉末颗粒边界清晰,表明颗粒和颗粒之间的接触不是非常紧密。在 $8.7\text{m}/\text{s}$ 的压制速度下,压制能量高达 1.59kJ ;由粉末颗粒变形形成的机械咬合现象明显,如图3(a)中的箭头A所示。由于粉末颗粒表面粗糙不平,所以粉末颗粒之间的接触是不连续的,只有少数几个微凸体产生接触,故在高速压制条件下,局部压力很高,该压力可超过材料的屈服极限,使接触点区域产生塑性变形,于是在局部颗粒边界处形成了冷焊,如图3(a)中的箭头B所示。这种具有机械咬合和冷焊特征的显微组织也表明,粉末颗粒的整体塑性变形能力不是很强。由图3(b)可见,专用粉末经过塑化处理

后,显微组织中的孔隙数量大幅度减少,压坯密度达到 7.62 g/cm^3 (相对密度为97.6%)。塑化处理大幅度提高了粉末颗粒的整体塑性变形能力,使粉末颗粒在高速成形过程中的移动速度增大,颗粒之间

由于剧烈摩擦而产生剪切力,使颗粒表面形成新的洁净面,颗粒与颗粒之间的连接变得更加紧密,颗粒之间由点接触变为面接触,从而形成明显的冷焊,如图3(b)中的箭头C和D所示。

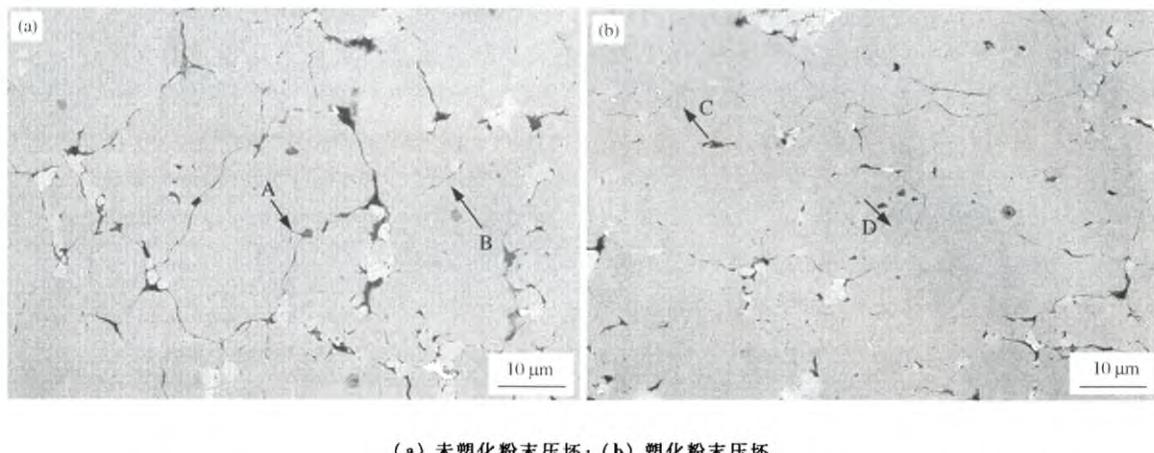


图3 未塑化处理和塑化处理专用粉末经过 8.7 m/s 的速度压制后的压坯显微组织
Fig. 3 Microstructures of the compacts made from the powder with and without plasticizing under the compaction velocity of 8.7 m/s

2.3 烧结致密化

图4所示为不同压制速度(或压制能量)下的压坯密度和在 1150°C 烧结后的密度变化。在 $6.2\sim8.7\text{ m/s}$ 的压制速度范围内,压坯密度为 $7.07\sim7.62\text{ g/cm}^3$,相应的烧结体的密度为 $7.10\sim7.51\text{ g/cm}^3$ 。当压制速度 $<7.1\text{ m/s}$ 时,压坯的密度和烧结体的密度差异不大。当压制速度 $>7.1\text{ m/s}$ 时,烧结体的密度低于压坯密度,并且压坯和烧结体之间的密度差异随着压制速度的增加而增大。在 8.7 m/s 的压制速度下,烧结体密度比压坯密度低 0.11 g/cm^3 ;这主要是由于高的压制能量使压坯内部残留较大的弹性应变,并在升温过程产生较大应变松弛。优化烧结工艺和合金成分以控制高密度坯体在烧结过程中的膨胀是高密度铁基合金制备的关键问题之一。

图5所示为未塑化和塑化粉末经过 8.7 m/s 高速压制和不同温度烧结后的显微组织。图5(a)~(c)为未塑化粉末坯体在 $900\sim1150^\circ\text{C}$ 烧结后的显微组织。烧结温度是 900°C 时,坯体中残留了较多的孔隙,显微组织中的灰色相是添加的Ni、Cu和Mo等合金元素。随着烧结温度的升高,合金元素的富集区域明显扩大,表明合金元素发生了部分扩散,但是扩散还不充分,如图5(b)所示。当烧结温度提高到 1150°C 时,合金元素的分布较均匀。由图5(d)

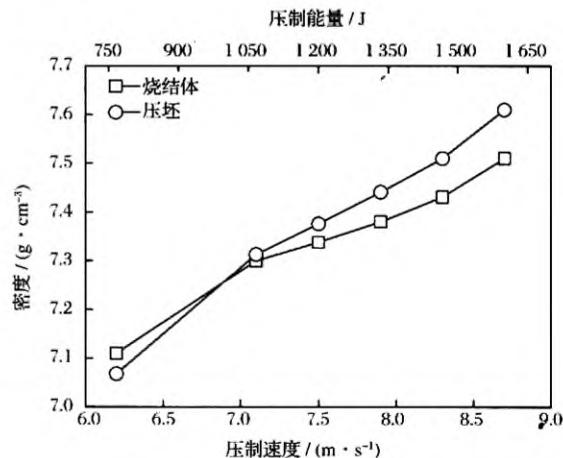


图4 不同压制速度下的压坯密度和烧结体密度
Fig. 4 Green density and sintered density of the compacts under varied compaction velocity

可见,塑化处理粉末制备的铁基合金的显微组织中仅残留了很少的孔隙,孔隙细小且分布较均匀。与图5(c)相比,图5(d)中合金元素富集区域明显减少,表明合金元素已经发生了更均匀的扩散。高密度坯体中粉末颗粒之间形成的冷焊是一种冶金结合,在微结构上可认为颗粒之间是以晶界或相界面结合,能够通过该区域直接进行合金元素扩散,因此促进了烧结过程中合金元素的扩散均匀化。

图6所示为未塑化和塑化处理粉末经过 8.7m/s 高速压制和 1150°C 烧结后的铁基合金的断口形貌,两种铁基合金的密度分别为 7.29g/cm^3 和 7.51g/cm^3 。由图6(a)可以看出,未塑化粉末制备的铁基合金的断裂形式为韧性和脆性混合型断裂方式,只有局部区域有较明显的塑性变形的特征;这是因为铁基合金中残留了较多的孔隙,不规则形状孔隙的尖

角处达到断裂极限时则发生断裂,不能通过塑性变形来缓和这种应力,于是在局部区域呈脆性断裂的特征。塑化粉末制备的铁基合金的断口出现了均匀分布的韧窝,这是典型的韧性断裂的特征,说明合金成分和显微组织都较均匀,如图6(b)所示;由于显微组织中残留的孔隙大小较均匀,因此在整个断面上应力分布较均匀,能够发生较大程度的塑性变形。

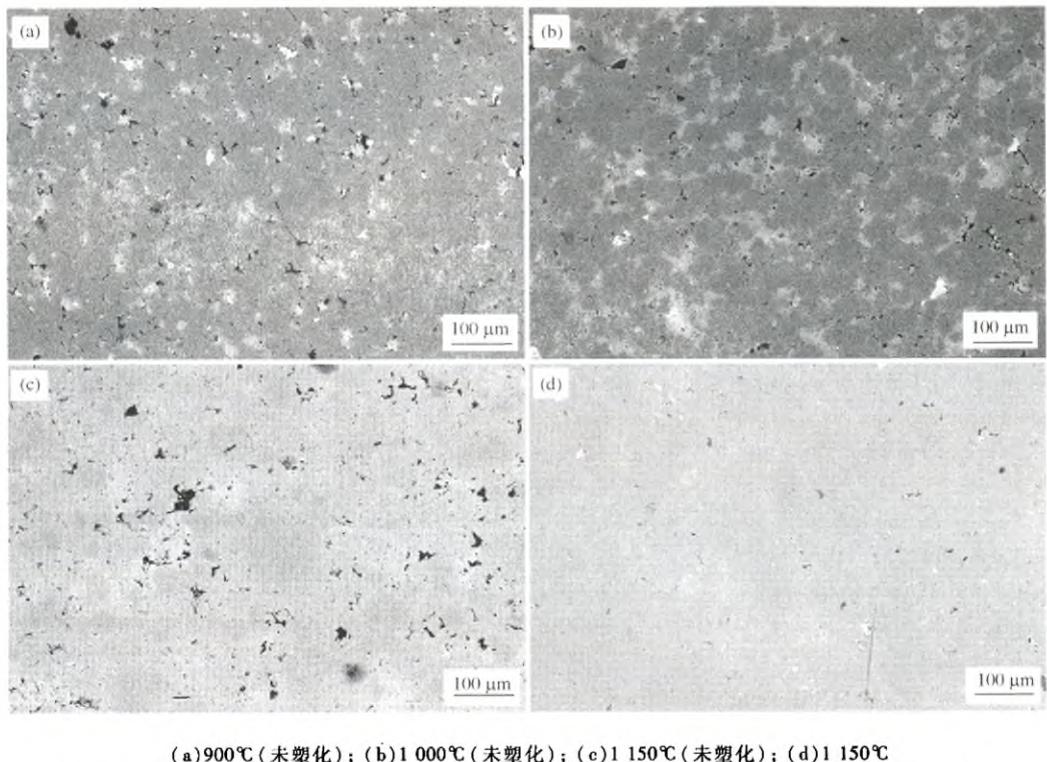


图5 未塑化和塑化处理粉末经过 8.7m/s 高速压制和不同温度烧结后的合金显微组织
Fig. 5 Microstructures of the sintered compacts made from the powder with and without plasticizing under the compaction velocity of 8.7m/s and varied sintering temperature

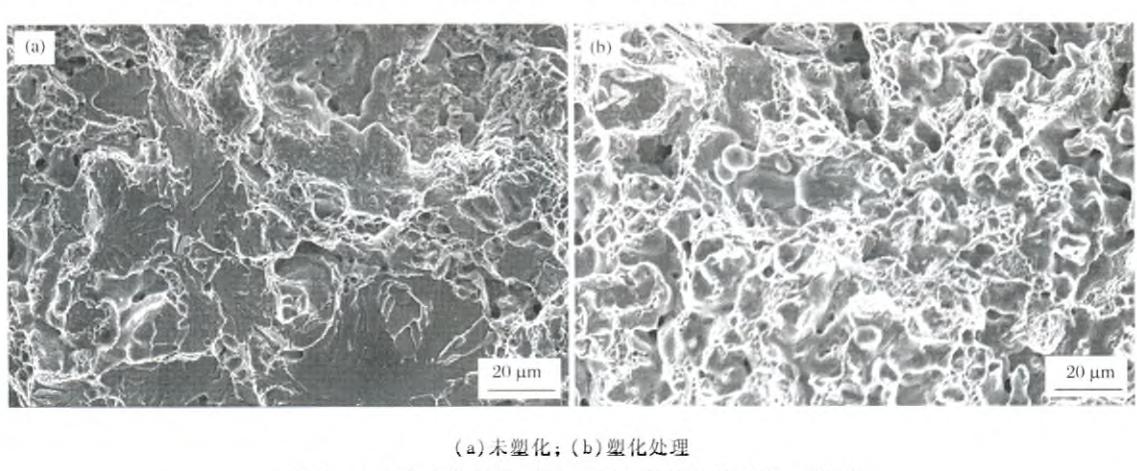


图6 未塑化和塑化处理粉末制备的烧结体的断口形貌
Fig. 6 Fractural surface of sintered ferrous alloys made from the powder with and without plasticizing

3 结论

1) 粉末粒径搭配、粘结化处理和增塑改性处理技术可提高 Fe - 1.5Ni - 0.5Cu - 0.5C 粉末的流动性和松装密度; 所得高密度成形粉末的流动性为 25.1s/50g, 松装密度为 3.2 ~ 3.4g/cm³。

2) 粘结化和塑化改性处理改善了粉末的高速压制性能, 改性处理粉末的压坯密度随着冲击能量的增加而逐渐增大, 最高压坯密度可以达到 7.62g/cm³。

3) 高速压制压坯的高密度和大量冷焊区域的形成促进了合金元素的扩散均匀化, 并提高烧结体的延性断裂特征。烧结态铁基合金的密度达到 7.51g/cm³, 相对密度为 96.5%。

参考文献

- [1] Abolfazl B, Ali H B, Mohammad G. On the combined effect of lubrication and compaction temperature on properties of iron - based P/M parts. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 437(2): 360 - 365
- [2] Francis H. Single press/single sinter solutions to high density. *Powder Metallurgy*, 2010, 53(2): 100 - 102
- [3] Poszmk G, Luk S H. Binder treated products for higher densities and better precision//Proceeding of the 2003 PM2TEC Conference, MPIF, Princeton, part 3, 2003: 33 - 44
- [4] St - Laurent S, Thomas Y, Azzi L. High performance lubricants for demanding PM applications//Proceeding of the 2006 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials Conference, MPIF, Princeton, 2006: 3 - 13
- [5] Donaldson I W. Utilizing an advance binder system for achieving high densities in hybrid and diffusion - alloyed materials//Proceeding of the 2005 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials Conference, MPIF, Princeton, part 3, 2005: 208 - 219
- [6] Barendvanden B, Christer F, Tomas L. Industrial implementation of high velocity compaction for improved properties. *Powder Metallurgy*, 2006, 49(2): 107 - 109
- [7] Nagarathnam K, Trostle D, Massey D. High pressure consolidation to develop higher density PM transmission gear steels with improved rolling contact fatigue behaviour//Proceeding of the 2009 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials Conference, MPIF, Princeton, part 10, 2009: 1 - 15
- [8] St - Laurent S, Azzi L, Thomas Y. High performance iron powder mixes for high density PM applications//Proceedings of the 2006 World Congress, Korean Powder Metallurgy Institute, Busan, 2006: 740 - 741
- [9] 曲选辉, 尹海清. 粉末高速压制技术的发展现状. *中国材料进展*, 2010, 29(12): 45 - 49
- [10] Wang J Z, Qu X H, Yin H Q, et al. High velocity compaction of ferrous powder. *Powder Technology*, 2009, 192(1): 131 - 136
- [11] Wang J Z, Yin H Q, Qu X H, et al. Effect of multiple impacts on high velocity pressed iron powder. *Powder Technology*, 2009, 195(3): 184 - 189
- [12] Wang J Z, Yin H Q, Qu X H. Effect of powder particle size on green properties and stress wave. *Frontiers of Materials Science in China*, 2009, 3(3): 319 - 324
- [13] Yi M J, Yin H Q, Wang J Z, et al. Comparative research on high - velocity compaction and conventional rigid die compaction. *Frontiers of Materials Science in China*, 2009, 3(4): 392 - 396
- [14] 陈进, 肖志瑜, 唐翠勇, 等. 温粉高速压制装置及其成形试验研究. *粉末冶金材料科学与工程*, 2011, 16(4): 604 - 609
- [15] 邓三才, 肖志瑜, 陈进, 等. 模壁润滑高速压制形 Fe - 2Cu - 1C 粉末的研究. *粉末冶金工业*, 2009, 19(6): 28 - 33

热诚欢迎各界朋友投稿, 刊登广告