

热循环对 $Ti(C, N)_p/Ni$ 材料组织和力学性能的影响

黄劲松^{1,2}, 章四琪², 黄伯云¹, 余志明²

(1. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083;

2. 中南大学 材料科学与工程系, 湖南 长沙 410083)

摘要: 为探索铜合金热挤压用耐热模具材料的生产工艺, 将粉末用机械球磨法混合, 在石墨模中于 1300~1350 °C 时热压制备了 $Ti(C, N)_p/Ni$ 复合材料试样, 并对试样进行了热循环处理, 在 900 °C 加热 1 h, 再在室温下冷却 1 h 为 1 个热循环周期, 测定了试样的抗弯强度、硬度和内应力, 并结合复合材料试样的显微组织变化情况分析了热循环处理对复合材料的抗弯强度、硬度和内应力的影响。结果表明, 热循环次数从 0 次增加到 200 次, 复合材料的抗弯强度从 2.38 GPa 降低到 1.78 GPa; 内应力由循环 50 次时的 20 MPa 减小到热循环 100 次时的 5 MPa; HRA 硬度平均值为 80.85, 硬度基本保持不变。这表明, 用石墨模具热压法制备耐热金属陶瓷颗粒复合材料是可行的, 为耐热模具材料的工业生产提供了参考。

关键词: 热循环; 抗弯强度; 硬度; 内应力

中图分类号: TG146.1+5; TG148

文献标识码: A

文章编号: 1005-979X(2002)03-0278-03

在铜合金热挤压工业生产中, 模具材料主要为模具钢, 由于铜合金的热挤压工作温度较高, 造成模具过早失效, 从而使铜合金挤压材生产成本较高。开发新的耐热模具材料, 有效提高铜合金热挤压模具寿命和铜材的成品率、表面质量, 降低铜材生产成本具有重要意义。陶瓷颗粒增强的耐热金属基复合材料, 在高温下组织稳定, 抗微蠕变性能好, 具有优良的韧性, 强度和硬度高, 比强度高, 抗疲劳性好, 耐磨耐热, 是复合材料发展的方向之一^[1~3]。但是, 由于金属基体与陶瓷的热膨胀系数相差较大, 因此, 这种复合材料在热循环工作条件下使用时, 其内部往往会产生交变热应力, 从而影响使用寿命。热循环对材料的性能有很大的影响, 如使材料发生相变^[4], 使材料的显微组织发生细化^[5]等。作者探讨了 $Ti(C, N)_p/Ni$ 复合材料的制备方法, 并研究了不加载荷情况下热循环对 $Ti(C, Ni)_p/Ni$ 复合材料力学性能的影响。

1 实验

1.1 实验设备

工业用热压机, WD-10A 型电子万能试验机, 69-

1 型布洛维光学硬度试验机, 日本理学 3014 型 X 射线衍射仪。

1.2 实验材料

TiC 粉, 含氧量小于 0.5% (质量分数), 粒径 2.70 μm ; TiN 粉, 含氧量小于 0.5%, 粒径 12.4 μm , 西北有色金属研究院提供; 电解 Ni 粉, 含氧量小于 0.5%, 粒径小于 47 μm , 中南大学粉末冶金厂提供; Mo 粉, 含氧量小于 0.5%, 粒径小于 47 μm , 中南大学粉末冶金厂提供。热压用石墨模具为外协加工。

1.3 实验方法

复合材料基体为 Ni-10% Mo (质量分数), 增强颗粒为 TiC, TiN, 将 4 种粉末球磨混合均匀, 冷压成型, 在石墨模中在 1300~1350 °C 下热压。抗弯强度试样尺寸(长×宽×高)为 35 mm×5 mm×5 mm。将试样在 900 °C 加热 1 h 后, 出炉后在室温下冷却 1 h, 如此为 1 个热循环周期。将抗弯强度试样分成 4 组, 分别进行 0, 50, 100, 200 次热循环, 热循环完成之后测量试样的抗弯强度、硬度。用 X 射线衍射仪分别测定热循环 50 次及 100 次后试样晶面的 2θ 角位移 $\Delta 2\theta$ 。

1.4 试样制备

试样制备工艺流程为: 配料→混料→装料→加热加压→卸模→去毛刺→表面清洗。混料方式为机

械混合,混合时间为 24 h,热压速度控制在 0.5~3 mm/min. 根据经验,在热压开始时速度可较快,而在热压快结束时,应减慢速度,否则会造成石墨模具破裂,加热速度根据石墨电极的导电有效截面积调整.

抗弯强度试样的制备参照 GB385/-83^[7]进行.

将抗弯强度实验后的试样表面洗清后,可直接用作硬度试样.

内应力试样可用抗弯强度试样制备方法制得.

2 实验结果与讨论

不同热循环次数试样的抗弯强度、硬度 HRA 测定结果如表 1、图 1、2 所示. 结果表明,复合材料的硬度经热循环处理后变化不大,而抗弯强度则随着热循环次数的增加而逐渐降低. 复合材料中由于基体与增强剂之间膨胀系数的不同,加热过程中膨胀系数大、弹性模量低的基体受压应力,膨胀系数小、弹性模量高的增强剂受拉应力;反之,冷却过程中基体受拉应力,增强剂受压应力. 因此,在热循环过程中,复合材料承受一种交变热应力的作用. 随着热循环次数的增加,当这种热应力足够大时,产生应力集中,使增强颗粒/基体界面上萌生微裂纹,增强颗粒与基体产生脱粒,复合材料强度降低. 如微裂纹扩展就可能进一步降低复合材料的强度. 如裂纹发生失稳扩展,就有可能造成复合材料的失效. 通过对试样的微观组织观察发现(图 3),未经热循环

表 1 试样的抗弯强度、硬度测量结果

循环次数	抗弯强度/GPa	硬度 HRA	内应力/MPa
0	2.38	81.3	-
50	2.11	80.8	20
100	1.96	81.1	5
200	1.78	80.2	-

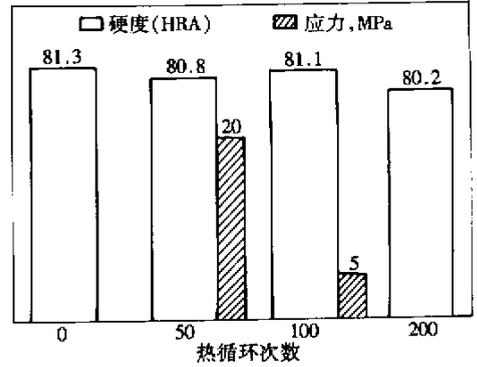
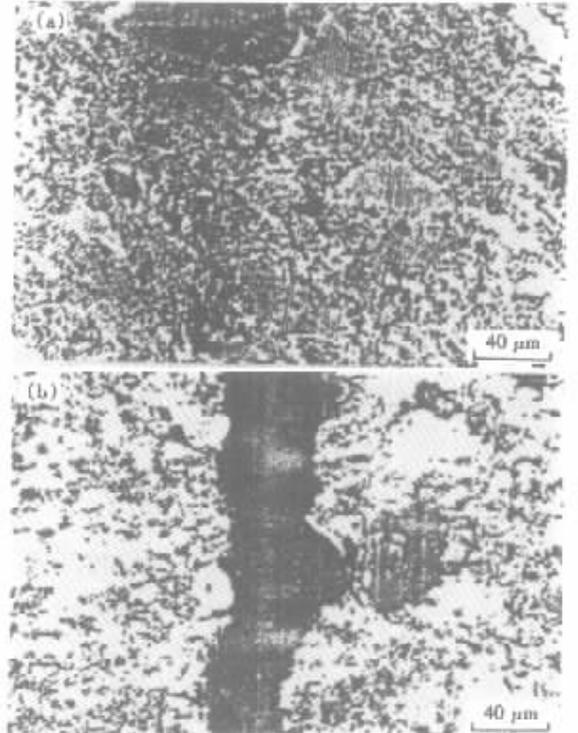


图 2 不同热循环次数后试样的硬度和内应力



循环次数:(a)—0;(b)—100

图 3 热循环处理后试样的微观组织

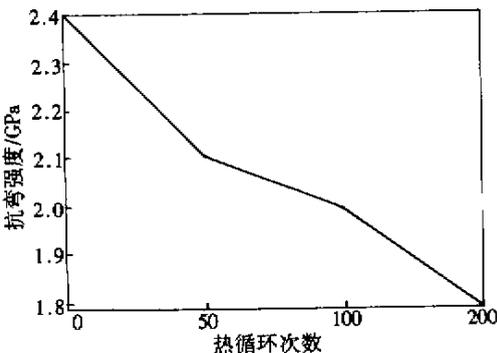


图 1 不同热循环次数后试样的抗弯强度

万方数据

试样组织中的陶瓷颗粒与粘结金属结合良好,存在着包覆组织(SS相),热循环 50 次时,Ti(C,Ni)/Ni 界面可发现微裂纹,热循环 100 次后,微裂纹明显长大. 通过对试样进行光学金相显微观察发现,热循环 50 次时,显微组织变化不大,热循环 100 次后,发现局部有微裂纹产生,并发生扩展长大. 显然,复合材料的抗弯强度随着热循环次数的增加而降低的原因是微裂纹产生并扩展.

X 射线衍射分析结果表明,热循环处理 100 次的试样中有新相 TiO₂ 生成^[6]. 从热力学角度考虑,TiO₂ 比 TiC 和 TiN 更稳定,在氧化性气氛中进行长期的热循环处理时,氧与 Ti(C,N)作用形成 TiO₂ 是完全可

能的,而 TiO_2 在复合材料中起不到增强效果,随着热循环次数的增加,复合材料的增强颗粒 $\text{T}(\text{C}, \text{N})$ 因发生氧化数量反而减少,这也是造成抗弯强度降低的原因之一。

内应力法分析中采用 $0^\circ \sim 45^\circ$ 法^[8],如果 $2\theta_\varphi$ 与 $\sin^2\varphi$ 呈较好的线性关系,可以只取 $2\theta_\varphi - \sin^2\varphi$ 关系直线的首尾 2 点,即 $\varphi = 0^\circ$ 和 $\varphi = 45^\circ$,利用文献 [8] 中的公式计算出内应力 θ_φ ,即试样的内应力。X 射线衍射仪测定试样的内应力结果为:50 次热循环试样的内应力为 20 MPa,100 次热循环的内应力为 5 MPa。

热循环处理后试样的内应力并不大,显示热循环对内应力影响不大。HRA 是以金刚石圆锥为压头,载荷为 598 N 时测出的一种洛氏硬度以试样表面的压痕深度作为计量硬度值的指标。热循环后试样的组织变化不大,使得硬度变化也不大。

3 结 论

- a. 用石墨模热压法制备耐热金属陶瓷颗粒复合材料是可行的。
- b. 热循环处理后复合材料的硬度 HRA 最大值为

为 81.3,最小值为 80.2,平均值为 80.85,表明热循环处理对复合材料的硬度影响很小。

- c. 复合材料的抗弯强度随着热循环次数的增加而降低,内应力则由 20 MPa 减少至 5 MPa。

参考文献:

- [1] 王零森. 特种陶瓷 [M]. 长沙:中南工业大学出版社,1991.
- [2] 滕立东,王福明,李文超. Ti-ZrO_2 系金属陶瓷性能与显微结构 [J]. 中国有色金属学报,2000,10(4):506-510.
- [3] 董倩,蒋明学,蔡雁兵,等. $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ 金属陶瓷热爆合成的动力学 [J]. 中国有色金属学报,2000,10(增1):110-114.
- [4] 邱平善,李丹,郭立伟,等. 热处理和热循环对 Ni-49.12% 溅射膜相变点和组织结构的影响 [J]. 中国有色金属学报,2001,11(4):553-557.
- [5] 彭超群,黄伯云,贺跃辉,等. 双温循环热处理对铸态 TiAl 基金显微组织的影响 [J]. 中国有色金属学报,1999,9(1):15-18.
- [6] 黄劲松. 耐热金属/陶瓷颗粒复合材料的研究 [D]. 长沙:中南工业大学材料科学与工程系,1996.
- [7] 黄胜涛. 固体 X 射线学 [M]. 北京:高等教育出版社,1985.
- [8] 黄明志,石德珂,金志浩. 金属力学性能 [M]. 西安:西安交通大学出版社,1986.
- [9] GB385/-83 硬质合金横向断裂强度测定方法 [S]. 北京:中国标准出版社,1983.

Effects of thermal cycles on microstructure and mechanical properties of $\text{T}(\text{C}, \text{N})_p/\text{Ni}$ composites

HUANG Jin-song^{1,2}, ZHANG Si-qi¹, HUANG Bai-yun¹, YU Zhi-ming²

- (1. State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China;
2. Department of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: To find out a way to produce heat-resistance materials for hot extrusion die of Cu alloy, the $\text{T}(\text{C}, \text{N})_p/\text{Ni}$ composites samples were prepared by hot pressure at 1300 ~ 1350 °C after being mixed by ball-milling and were thermal-cycled at room temperature to 900 °C. The bending strength, hardness and inner stress of the samples were measured. The effects of thermal-cycle on mechanical properties of composites were analyzed. The results show that the bending strength of sample decreases from 2.38 GPa to 1.78 GPa with the increase of the numbers of thermal cycles from 0 to 200, and the inner stress decreases from 20 MPa to 5 MPa when the number of thermal-cycles increase from 50 times to 100 times. The number of thermal cycles has little effects on its hardness, which indicates that it is possible to prepare $\text{T}(\text{C}, \text{N})_p/\text{Ni}$ composites with the carbon die through hot extrusion.

Key words: thermal cycle; bending strength; hardness; inner stress

热循环对Ti (C, N)p/Ni材料组织和力学性能的影响

作者: 黄劲松, 章四琪, 黄伯云, 余志明

作者单位: 黄劲松(中南大学, 粉末冶金国家重点实验室, 湖南, 长沙, 410083; 中南大学, 材料科学与工程系, 湖南, 长沙, 410083), 章四琪, 余志明(中南大学, 材料科学与工程系, 湖南, 长沙, 410083), 黄伯云(中南大学, 粉末冶金国家重点实验室, 湖南, 长沙, 410083)

刊名: 中南工业大学学报(自然科学版) 

英文刊名: JOURNAL OF CENTRAL SOUTH UNIVERSITY OF TECHNOLOGY (NATURAL SCIENCE)

年, 卷(期): 2002, 33 (3)

参考文献(9条)

1. 董倩; 蒋明学; 蔡雁兵 Ti-Al2O3金属陶瓷热爆合成的动力学 2000(10)
2. 滕立东; 王福明; 李文超 Ti-ZrO2系金属陶瓷性能与显微结构[期刊论文]-中国有色金属学报 2000(04)
3. 王零森 特种陶瓷 1991
4. GB 385-1983. 硬质合金横向断裂强度测定方法 1983
5. 黄明志; 石德珂; 金志浩 金属力学性能 1986
6. 黄胜涛 固体X射线学 1985
7. 黄劲松 耐热金属/陶瓷颗粒复合材料的研究[学位论文] 1996
8. 彭超群; 黄伯云; 贺跃辉 双温循环热处理对铸态TiAl基金属组织的影响[期刊论文]-中国有色金属学报 1999(01)
9. 邱平善; 李丹; 郭立伟 热处理和热循环对Ni-49.12%Ti溅射膜相变点和组织结构的影响[期刊论文]-中国有色金属学报 2001(04)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zngydxsb200203015.aspx