

注射速度对粉末注射成形 Fe-4Ni 合金组织性能影响

屈亚龙 李明骞 周 涛 胡 励 时来鑫 高莱野 陈元芳 杨明波
(重庆理工大学材料科学与工程学院)

摘 要 利用光学显微镜、扫描电镜和拉伸试验机等研究了注射速度和热处理对 Fe-4Ni 合金显微组织及力学性能的影响。结果表明,当注射速度为 40 mm/s 时,合金力学性能和致密度较好,屈服强度为 785.8 MPa、抗拉强度为 1 029.6 MPa、致密度为 96.02%。同时,经热处理后合金硬度(HRC)和抗拉强度显著提升,分别为 42 和 1 206.4 MPa。此外,缺陷会造成合金内部形成河流状组织,导致材料发生局部区域脆性断裂。

关键词 Fe-4Ni 合金;金属粉末注射成型(MIM);热处理;注射速度

中图分类号 TF124;TG146.1⁺5 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.03.018

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Injection Rate on Microstructure and Mechanical Properties of Powder Injected Forming Fe-4Ni Alloy

Qu Yalong, Li Ming'ao, Zhou Tao, Hu Li, Shi Laixin, Gao Moye, Chen Yuanfang, Yang Mingbo
(College of Materials Science and Engineering, Chongqing University of Technology)

Abstract: The effects of injection rate and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Fe-4Ni alloy were investigated by optical microscope, scanning electron microscope and tensile testing machine. The results indicate that the mechanical properties and density are optimized at injection rate of 40 mm/s, where the yield strength, tensile strength and density reach up to 785.8 MPa, 1 029.6 MPa and 96.02%, respectively. Meanwhile, the hardness and tensile strength are substantially enhanced by heat treatment, which is 42 HRC and 1 206.4 MPa, respectively. Simultaneously, fluvial structure inside the alloy is formed due to defects, resulting in brittle fracture in the local area.

Key Words: Fe-4Ni Alloys, Metal Powder Injection Molding, Heat Treatment, Injection Rate

金属粉末注射成形(Metal Injection Molding, MIM)是粉末冶金领域最具发展潜力的一种近净成形技术之一^[1]。与传统的机加工和粉末冶金相比,金属粉末注射成形技术具有大批量生产成本低、品质稳定、性能可靠、合金化灵活性好等优势^[2]。

金属粉末注射成形的研究主要关注烧结工艺、后处理工艺对产品力学性能和微观组织的影响。OZGUR O 等^[3]研究烧结工艺对 718 高温合金微观结构以及力学性能的影响,发现合金的硬度随烧结温度和保温时间的延长而增大,经 1 290 ℃×3 h 烧结后可获得最高硬度值(HV_{0.1}),为 348±10,屈服强度、抗拉强度和伸长率分别为 506 MPa、667 MPa 和 5.8%。OLUBAMB I 等^[4]以 Fe 和 Ni 为原料,研究不同烧结温度对 Fe-30Ni 合金微观组织及力学性能的影响,发现提高烧结温度可

改善其力学性能。HORKE K 等^[5]研究热处理工艺对金属粉末注射成形镍基合金力学性能的影响,发现采用 MIM+热等静压+固溶退火+时效热处理工艺, Ni-monic 90 材料可达到与传统锻造和固熔+时效处理的抗拉强度和相对密度。

近年来,有关学者主要研究注射速度等参数对金属粉末注射成形注射坯的成形性影响,但对最终产品性能及组织影响的相关报道较少。王家惠^[6]利用数值模拟技术分析 Ti-6Al-4V 的注射温度、注射压力、保压压力及注射速度等参数对注射坯密度的影响,发现当注射温度为 150 ℃,注射压力为 10 MPa,保压压力为 9 MPa,注射速度为注射机最大速度的 62%时,注射坯成形性良好,密度为 3.07 g/cm³。陈志鹏^[7]研究注射压力、注射速度、注射温度以及保压对注射坯成形性的影响,发

收稿日期:2022-05-05;修改稿收到日期:2022-06-24
第一作者简介:屈亚龙,男,1996 年出生,硕士研究生,重庆(400054),E-mail: 1536342494@qq.com
通信作者:李明骞,男,1990 年出生,副教授,重庆(400054),E-mail: limingao@cqut.edu.cn
引用格式:屈亚龙,李明骞,周涛,等. 注射速度对粉末注射成形 Fe-4Ni 合金组织性能影响[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(3):379-384.
QU Y L, LI M A, ZHOU T, et al. Effects of injection rate on microstructure and mechanical properties of powder injected forming Fe-4Ni alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(3):379-384.

现当注射温度为 162 ℃,注射压力为 1.12 MPa,注射速度为 63 cm/s,不保压时,注射坯保型良好。赵彩艺^[8]采用数值模拟技术研究注射速度对注射坯品质的影响,结果发现,注射速度为 0.82 m/s 时注射坯的两相分离程度较小,产品品质最优。

注射速度对金属粉末注射产品的性能十分重要。此外,Fe-4Ni 合金具有极好的抗高温腐蚀性能以及高温力学性能,广泛应用于机械制造、交通运输及军工制造等行业。因此,本研究以 Fe-4Ni 合金为研究对象,分别在 20、40、80 和 120 mm/s 注射速度下经脱脂、烧结和热处理后分析最终产品的力学性能以及微观组织,针对 Fe-4Ni 合金粉末注射成形技术的注射工艺提供一种优化的注射速度。旨在为其应用提供参考。

1 试验材料及方案

以聚甲醛基 Fe-4Ni 喂料为原料,采用 HCS801S 红外碳硫分析仪、722N 可见分光光度计测得 Fe-4Ni 合金化学成分,见表 1。

表 1 Fe-4Ni 合金化学成分

Tab.1 Main chemical composition of Fe-4Ni alloy %					
成分	C	Ni	Mo	S	P
标准	0.50~0.70	3.90~4.20	0.4~0.6	<0.025	<0.025
实测	0.65	4.04	0.62	0.003	0.009

聚甲醛基 Fe-4Ni 喂料主要粘结剂组元为聚甲醛(POM)、高密度聚乙烯(HDPE)和硬脂酸(SA)等,酸性气氛催化脱脂利用 POM 在一定温度下对酸的敏感性分解成甲醛小分子;HDPE 不与酸发生反应,且熔点较高,起支撑注射坯形状的作用,防止塌陷;SA 作为活性剂,提供流动性。粘结剂部分组元及特性见表 2。

表 2 粘结剂组元及特性

Tab.2 Components and characteristics of binders			
组元	密度/(g·cm ⁻³)	熔化温度/℃	分解温度/℃
POM	1.42	165~200	235~240
HDPE	0.96	120~160	300
SA	0.94	74~83	160~475

图 1 为 MIM 拉伸试样及金相试样取样位置。金属粉末注射成形主要分为 4 个工艺流程,分别是喂料制备、注射成形、脱脂及烧结。注射温度为 200 ℃,注射速度分别为 20、40、80 及 120 mm/s。脱脂工艺是在 120 ℃下以草酸为酸性催化剂进行脱脂,烧结最高温度为 1 280 ℃。同一注射参数分别注射了两个拉伸试样以及一个照门座产品,见图 1。密度采用 FA5003J 电子密度分析天平测得。金相腐蚀剂采用体积分数为 1% 的硝酸酒精溶液。硬度采用 HR-150A 型洛氏硬度计测得。采用 CMT5105 型万能试验机进行试验,拉伸速率

为 2 mm/s,结果取 2 组试样的平均值。金相试验采用徕卡 DMI8 A 工业倒置显微镜对试样进行显微组织观察。采用 JCM-7000 钨灯丝扫描电镜观察微观组织形貌。

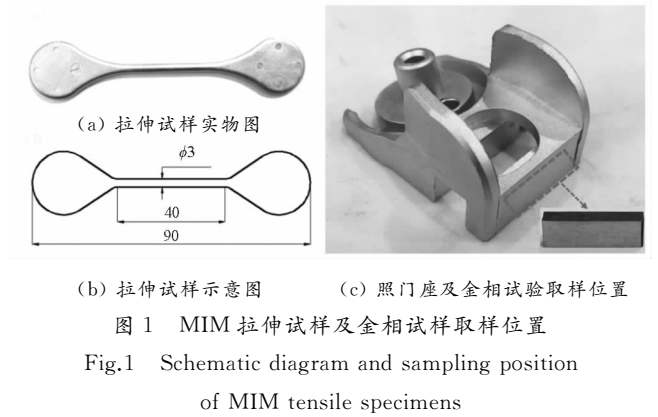


图 1 MIM 拉伸试样及金相试样取样位置
Fig.1 Schematic diagram and sampling position of MIM tensile specimens

热处理工艺见图 2,淬火以 7 ℃/min 温升至 840 ℃,然后水冷;回火以 5 ℃/min 温升至 440 ℃,空冷。

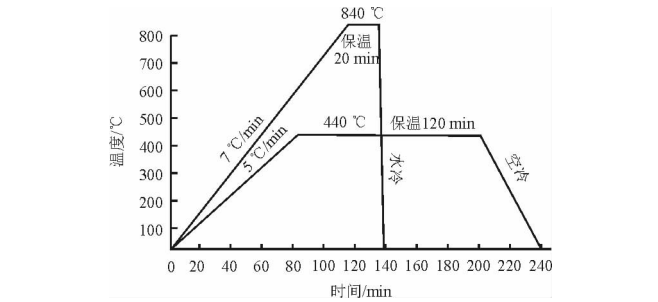


图 2 热处理工艺图
Fig.2 Process diagram of heat treatment

2 试验分析与讨论

2.1 显微金相分析

图 3 为不同注射速度下试样热处理前后的金相组织。由图 3a~图 3d 可知,热处理前脱脂后的试样经 1 280 ℃温度烧结,金属粉末颗粒伴随着高温烧结,晶粒长大^[9],最终形成尺寸粗大的晶粒。4 种注射速度下试样微观组织基本一致,均主要由奥氏体、铁素体及魏氏组织构成,在 1 280 ℃的烧结温度下且 C 含量为 0.65%,此时处于奥氏体相区,组织熔合后形成奥氏体,从奥氏体中析出截面呈针状的组织为魏氏组织^[10],因此拉伸试样的强度低,韧性低,塑性稍差,硬度较低。由图 3e~图 3h 可知,热处理后试样组织呈条状且均匀分布于基体中。4 种注射速度下试样组织均以板条马氏体为主,热处理后晶粒明显细化。注射速度的改变对材料组织影响不大。但经热处理后,材料晶粒明显细化,同时材料中的残余应力得到减小甚至是消除,试样的综合力学性能显著改善^[11-12]。

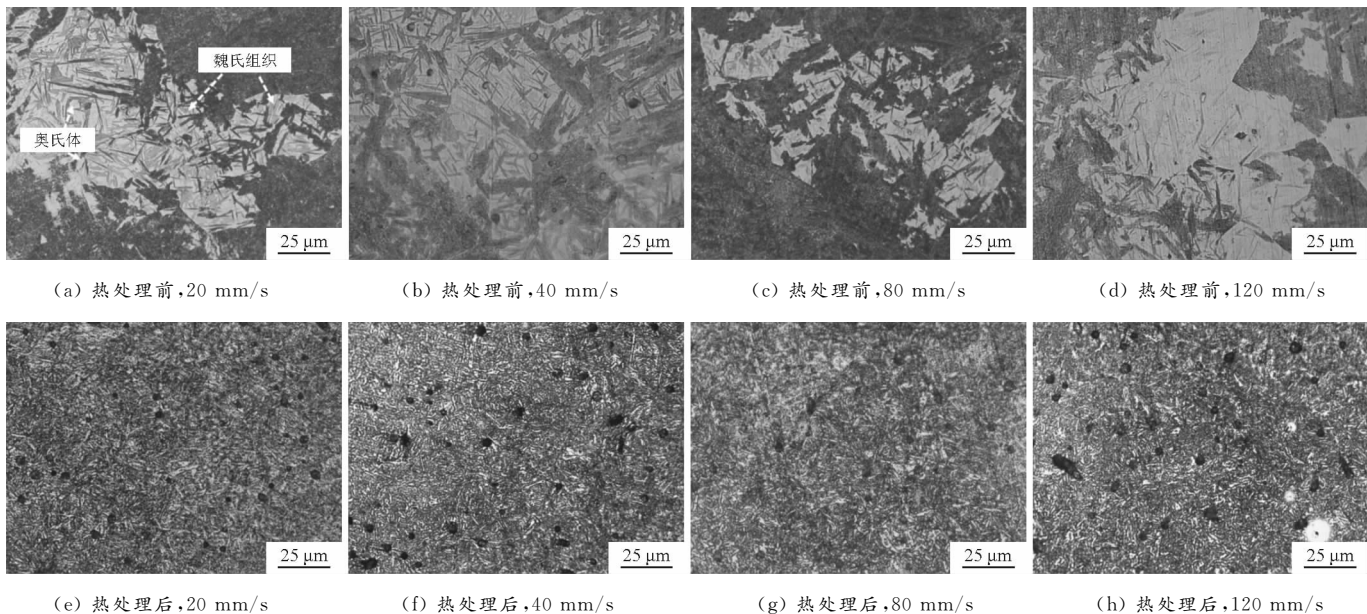


图 3 热处理前后各注射速度下试样的金相组织

Fig.3 Metallographic structures of specimens at various injection rates before and after heat treatment

2.2 硬度分析

图 4 为热处理前后不同注射速度下试样的硬度。可以看出,热处理前,当注射速度为 20 mm/s 时试样的硬度最大(HRC)为 37.5;当注射速度为 80 mm/s 时试样的硬度(HRC)最小为 26.4,热处理前在 20、40、80 和 120 mm/s 注射速度下试样的平均硬度(HRC)分别为 32.8、33.6、30.7 和 31.5。热处理后,试样硬度明显增大,其中注射速度为 40 mm/s 时试样的硬度(HRC)最大为 42;当注射速度为 20 mm/s 时试样的硬度(HRC)最小为 35.5。热处理后注射速度为 20、40、80 和 120 mm/s 时试样的平均硬度(HRC)分别为 36.9、39.8、37.8和 38.1。热处理前后不同注射速度下试样的硬度分布均匀,40mm/s时的平均硬度稍高。VERVOORT P 等^[13]研究 Fe-2Ni-0.5C 合金经烧结后其硬度(HV)达到 100~150,经热处理后,硬度(HRC)只有 30,与热处理前注射速度为 20、80 和 120 mm/s 的 Fe-4Ni 制品硬度接近,而 Fe-2 Ni 合金烧结后,经热处理其硬度

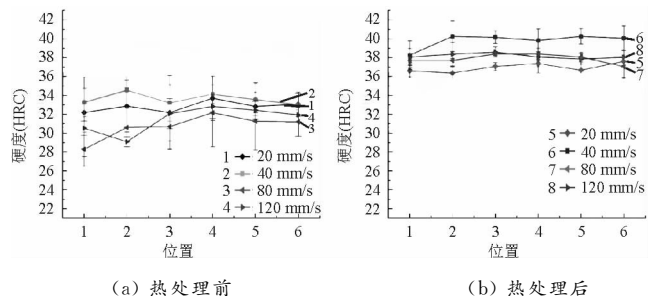


图 4 不同注射速度下热处理前后合金的硬度(HRC)比较

Fig.4 Comparison of hardness(HRC) of the alloy before and after heat treatment at different injection rates

(HRC)达到 55。也有研究者向 316L 金属粉中添加 3%的 FeCrBSi 铁基预合金粉作为烧结助剂,结果表明,最终烧结后试样最大硬度(HRB)可达 75^[14]。

在注射过程中,由于金属粉末的流动速度比粘结剂快,一般在流动波前沿处粉末浓度比较高^[15]。因此较高的注射速度会导致 MIM 注射坯内存在气体残留以及粘结剂与金属粉末发生两相分离现象,而较低的注射速度会造成粘结剂包裹的金属颗粒未均匀且充分注射到型腔内,造成产品密度分布不均,致密度较小。因此,热处理前后注射速度为 40 mm/s 试样的硬度大于 20、80 和 120 mm/s 的。

2.3 应力-应变曲线及断口形貌分析

图 5 是注射速度为 80 mm/s 拉伸试样热处理前后的断口形貌图。由图 5a 和图 5b 可知,B 处为均匀分布的韧窝和明显的撕裂棱,属于第 1 阶段的韧性断裂;A 处出现大面积河流状组织,属于因缺陷造成的第 2 阶段局部脆性断裂^[16]。热处理后的拉伸,断口存在均匀的典型韧窝分布,有明显的撕裂棱,属于韧性断裂^[17]。烧结后,存在较多孔洞,其致密度为 95.78%。

图 6 是注射速度为 120 mm/s 时拉伸试样热处理前后的断口形貌。可以看出,热处理前,断口存在明显的撕裂棱,且有少量河流状组织,属于韧性断裂,见图 6a 和图 6b;图 6c 中存在较多孔洞,烧结后试样致密度为 95.80%。热处理后,除 A 区域外,均为正常且分布均匀的韧窝,有明显的撕裂棱,属于第 1 阶段的韧性断裂,见图 6f;图 6d 中 A 处存在大面积河流状组织,属于因缺陷造成的第 2 阶段局部脆性断裂,见图 6e。

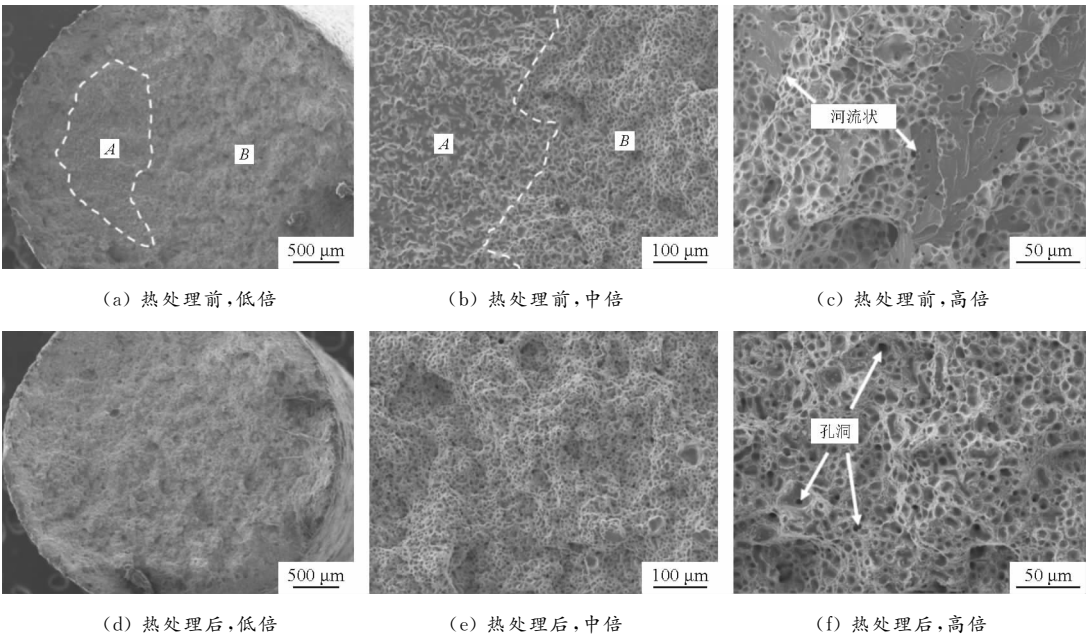


图 5 注射速度为 80 mm/s 时 Fe-4Ni 合金的拉伸断口 SEM 形貌

Fig.5 SEM morphologies of fracture of Fe-4Ni alloy at injection rate of 80 mm / s

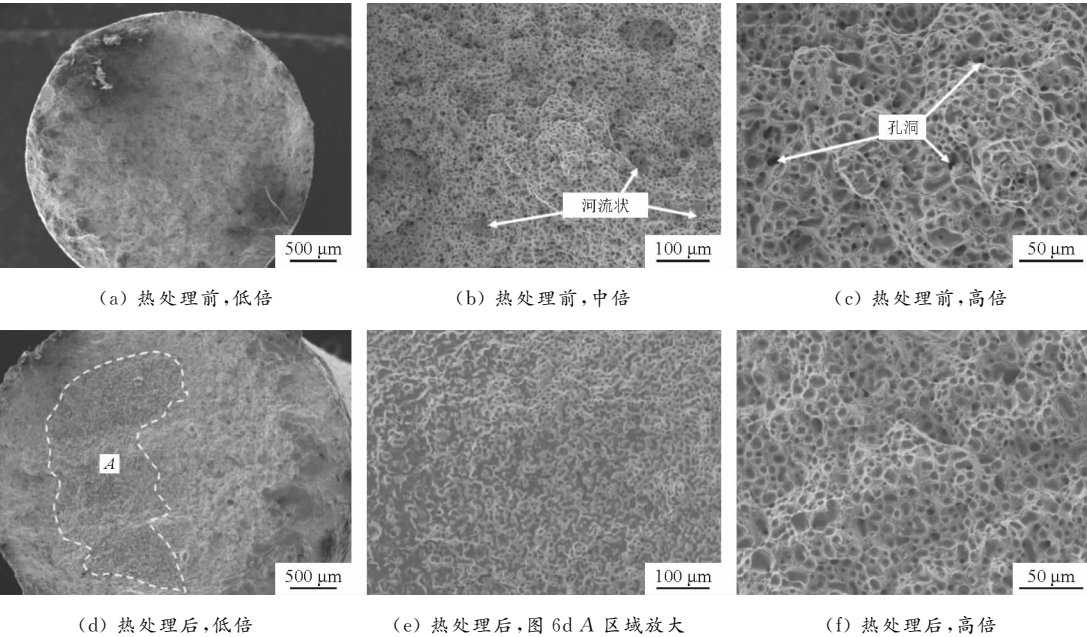


图 6 注射速度为 120 mm/s 时 Fe-4Ni 合金的拉伸断口 SEM 形貌

Fig.6 SEM morphologies of fracture of the Fe-4Ni alloy at injection rate of 120 mm/s

图 7 是注射速度为 20 mm/s 时拉伸试样热处理前后的断口形貌。可以看出，断口呈明显的韧性断裂特征，表面有一定数量且大小不等的圆形或椭圆形韧窝，在大韧窝周围存在密集的小韧窝，表明材料在断裂前发生了明显塑性变形^[18]。组织中存在较多的河流状组织和孔洞，致密度为 95.85%；经热处理后，河流状组织消失，试样力学性能大幅提高，见图 7e 和图 7f。

图 8 是注射速度为 40 mm/s 时热处理前后拉伸试样的断口形貌。可见断口中出现大量的塑性脊和较深的韧窝，相比热处理前，发生了更大的变形，其塑性最

优^[19]。热处理前，断口存在大量的河流状组织，以及少量的孔洞，试样致密度为 96.02%；经热处理后河流状组织消失，其力学性能大幅提升。

图 9 为不同注射速度下热处理前后拉伸试样的应力-应变曲线图。经热处理后，试样的屈服强度以及抗拉强度整体上较处理前均大幅提升，其中注射速度为 120 mm/s 时，因试样存在缺陷导致强度降低。由图 9c 和图 9d 可知，试样热处理后的抗拉强度远大于热处理前。热处理前，当注射速度为 80 mm/s 时，拉伸试样的抗拉强度为 881.9MPa，与其他注射速度拉伸试样的抗

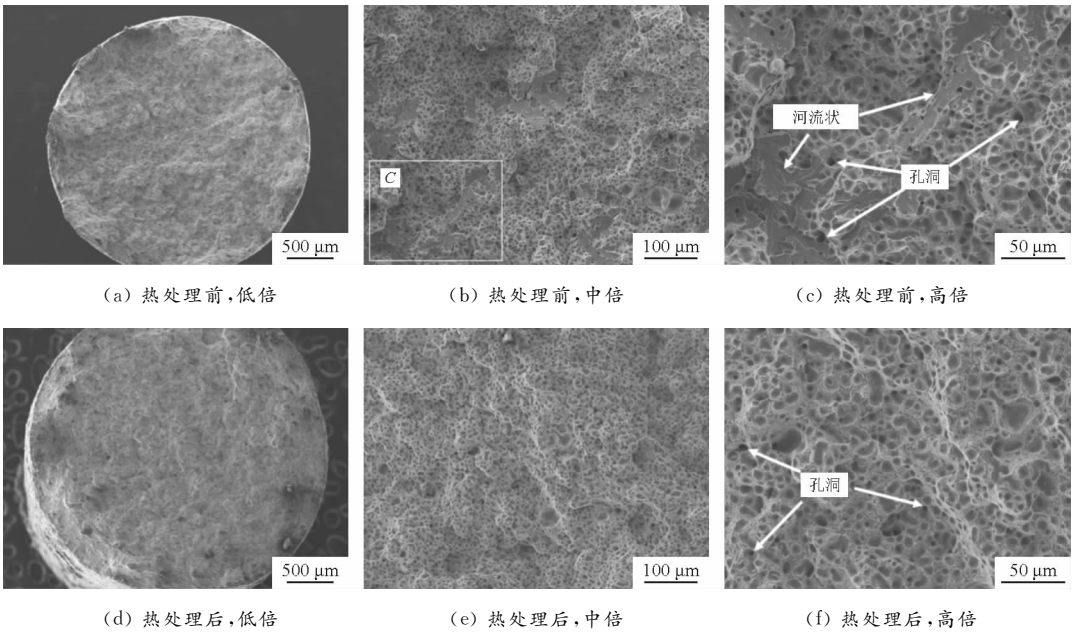


图 7 注射速度为 20 mm/s 时 Fe-4Ni 合金的拉伸断口形貌

Fig.7 SEM morphologies of fracture of Fe-4Ni alloy at injection rate of 20 mm/s

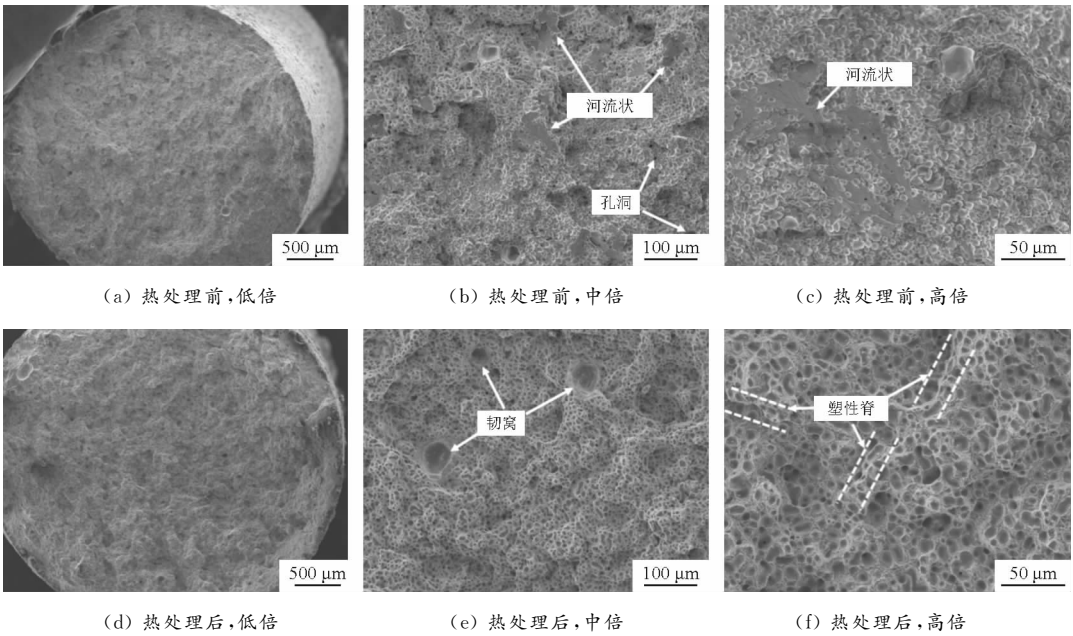


图 8 注射速度为 40 mm/s 时 Fe-4Ni 合金的拉伸断口形貌

Fig.8 SEM morphologies of fracture of Fe-4Ni alloy at injection rate of 40 mm/s

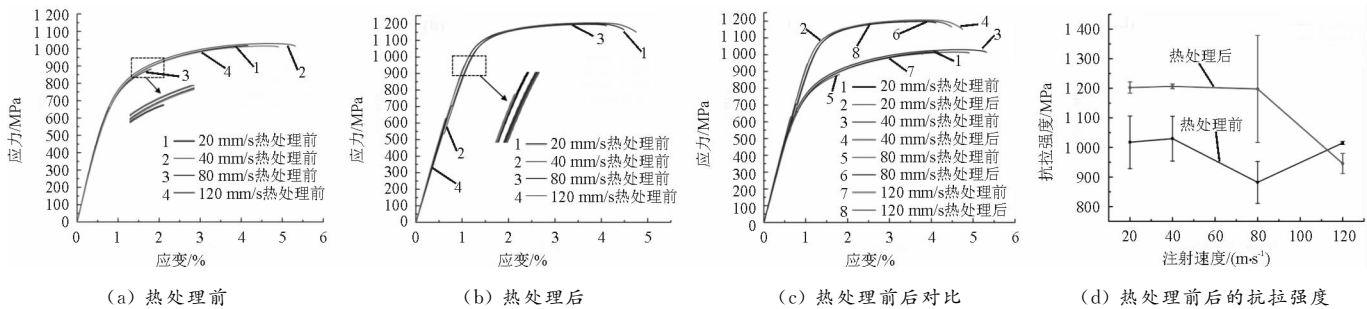


图 9 不同注射速度下,热处理前后试样的应力-应变曲线及抗拉强度

Fig.9 Stress-strain curves and tensile strength of the Fe-4Ni alloy at different injection rates before and after heat treatment

拉强度相比有较大差异,见图 9a;热处理后,当注射速度为 120 mm/s 时,拉伸试样的抗拉强度为 945.4 MPa,与其他注射速度拉伸试样的抗拉强度相比也有较大差异,见图 9b。造成这种现象的主要原因是试样致密性不足,存在孔洞及裂纹等缺陷引起脆性断裂的河流状组织增多。

表 3 为不同注射速度下热处理前后试样的屈服强度和抗拉强度。热处理前,当注射速度为 40 mm/s 时,屈服强度最大为 785.8 MPa,抗拉强度最大为 1 029.6 MPa;周海霞^[20]研究不同注射温度、注射压力和注射速度对 Cu-Fe-C 摩擦材料注射坯品质的影响,发现当注射温度为 155 ℃,注射压力为 115 MPa,注射速度为 45 mm/s 时,可以获得成形良好、无缺陷的注射坯件,烧结温度为 1 050 ℃,在未热处理时抗拉强度达到 148 MPa。热处理后可有效提高力学性能^[21],热处理后,当注射速度为 20 mm/s 时,屈服强度最大为 1 106.3 MPa;当注射速度为 40 mm/s 时,抗拉强度最大为 1 206.4 MPa。

表 3 不同注射速度下试样的抗拉强度和屈服强度
Tab.3 Tensile strength and yield strength of specimens at different injection rates

注射速度/ (mm·s ⁻¹)	屈服强度/MPa		抗拉强度/MPa	
	热处理前	热处理后	热处理前	热处理后
20	770.9±4	1 106.3±23	1 017.4±89	1 202.4±19
40	785.8±1	1 096.5±4	1 029.6±76	1 206.4±8
80	750.1±11	1 090.4±6	8 81.9±71	1 197.6±181
120	782.9±11	—	1 015.1±5	945.4±34

3 结 论

(1)经过热处理,粉末注射成形 Fe-4Ni 合金试样晶粒明显细化,其硬度(HRC)显著增大,其中当注射速度为 40 mm/s 时,其硬度(HRC)高达 42。其屈服强度和抗拉强度均显著提高,其中当注射速度为 40 mm/s 时,试样的力学性能最优。

(2)注射速度对注射成形 Fe-4Ni 合金试样的微观组织基本没有影响,但注射速度的大小会引起金属粉末与粘结剂的两相分离,造成成形件密度分布不均,致密度较小。因此,注射速度的大小对产品表面硬度,抗拉强度以及屈服强度影响较大。

(3)热处理前后,各个注射速度下粉末注射成形 Fe-4Ni 合金试样断口形貌均有明显的撕裂棱和分布均匀的韧窝,属于韧性断裂。同时,部分粉末注射成形拉伸试样致密度不足,存在孔洞及裂纹等缺陷,试样断口呈河流状组织形貌,并造成其抗拉强度明显偏低。

参 考 文 献

[1] GERMAN R M. Powder Injection Molding[M]. Princeton: Metal

Powder industries Federation, 1990.
[2] ATRE S V,WEAVERT J,GERMAN R M. Injection molding of metals and ceramics[J].Metal Powder Industries Federation, 1998, 3: 331-336.
[3] OZGUR O,OZKAN G,RAMAZAN Y. Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders[J].Journal of Alloys and Compounds, 2013, 576: 140-153.
[4] OLUBAMBI,PETER,PATA,et al.Effect of sintering temperature on the microstructure and mechanical properties of Fe-30Ni alloys produced by spark plasma sintering[J].Journal of Alloys and Compounds, 2015, 649: 824-832.
[5] HORKE K,ERER A, SINGER R F. Metal injection molding (MIM) of nickel-base superalloys-Science direct[J].Handbook of Metal Injection Molding, 2019(8): 575-608.
[6] 王家惠. 机械合金化制备纳米晶 Ti-6Al-4V 及其注射成形工艺研究[D].昆明:昆明理工大学, 2014.
[7] 陈志鹏. MIM 技术制备的新型 Stellite 合金性能及应用研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2018.
[8] 赵彩艺. 316L 不锈钢割嘴设计及其成型过程模拟[D].山东青岛:青岛科技大学, 2019.
[9] 张弛,徐春.金属粉末注射成形技术[M].北京:化学工业出版社, 2007.
[10] 李清.工程材料及机械制造基础[M].武汉:华中科技大学出版社, 2016.
[11] 熊亮.C、O 杂质、晶粒尺寸和热处理冷却方式对金属注射成形 Fe-50Ni 合金磁性能的影响[D].长沙:中南大学, 2011.
[12] 马跃杰,康杰,张福成,等.热处理工艺对高碳贝氏体钢的组织与性能影响[J].中国冶金, 2021(2): 67-76.
[13] VERVOORT P, MARTENS M. Secondaries for metal injection molding(MIM)[J].Handbook of Metal Injection Molding(Second Edition), 2019(5): 173-194.
[14] 周晚珠,朱杰,李志,等.FeCrBSi 预合金粉末对金属注射成形 316L 不锈钢烧结性能的影响[J].粉末冶金技术, 2018(4): 243-248.
[15] 潘超梅. 316L 不锈钢粉末注射成形模拟及实验研究[D]. 昆明:昆明理工大学, 2016.
[16] 舒剑.Fe-2Ni 基合金钢粉末注射成形工艺与性能研究[D].武汉:华中科技大学, 2007.
[17] SHONGWE M B, RAMAKOKOVHU M M, DIOUF S, et al. Effect of starting powder particle size and heating rate on spark plasma sintering of Fe-Ni alloys[J].Journal of Alloys and Compounds, 2016, 678: 241-248.
[18] 孙倩,陈菁,崔晓玉,等.钛/钢复合板显微组织及拉伸和疲劳断口分析[J].兵器材料科学与工程, 2021, 44(3): 128-132.
[19] 许婷,何浩,娄嘉,等.碳含量及烧结温度对 MIM 4340 合金钢组织及力学性能的影响[J].粉末冶金材料科学与工程, 2019, 24(6): 563-570.
[20] 周海霞.Cu-Fe-C 摩擦材料粉末注射成形工艺研究及性能分析[D].江苏镇江:江苏科技大学, 2012.
[21] 李志,翁廷,罗浩,等.热处理对 MIM 17-4PH 不锈钢组织和性能的影响[J].材料研究与应用, 2017, 11(1): 19-22.

(编辑:刘晨辉)