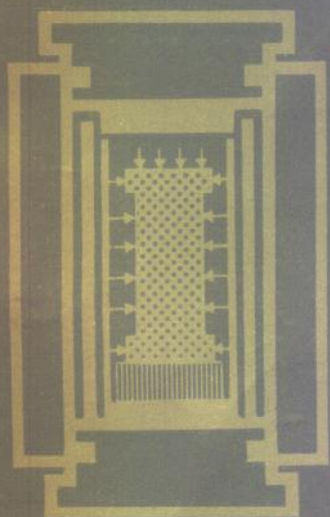


粉末冶金新技术

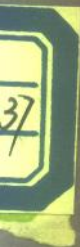
FENMO
YEJIN
XINJISHU



热等静压

RE
DENG
JING
YA

冶金工业出版社



粉末冶金新技术

热 等 静 压

杨 勋 烈 等 编

冶金工业出版社

内 容 简 介

热等静压是粉末冶金热成形新技术之一。本书简要地介绍了这一技术的国内外发展概况、热等静压机的构造、热等静压材料(粉末高速钢、硬质合金、钛合金、钨制品、陶瓷材料)的制造工艺以及材料性能和应用。此外,书中还介绍了热等静压技术用于等离子喷涂后处理、铸件内缺陷的消除等方面的新成就。本书可供冶金、机械、矿山、陶瓷工业等方面的工程技术人员、工人和有关的大专院校师生参考。

粉末冶金新技术 热 等 静 压

杨 勋 烈 等 编

*

冶金工业出版社出版

(北京灯市口74号)

新华书店北京发行所发行

冶金工业出版社印刷厂印刷

*

787×1092 1/32 印张 5 3/8 字数115千字

1983年5月第一版 1983年5月第一次印刷

印数 00,001~3,000 册

统一书号: 15062·3913 定价0.60元

前 言

热等静压 (HIP) 是粉末冶金热成形新技术之一。它能够使粉末冶金制品致密化到理论密度 100%，它也可用于消除精密铸件的內孔和疏松等缺陷，用于异种材料的高温粘结。近年来，热等静压技术以飞快的速度发展，热等静压的产品，如高速工具钢、高温合金、硬质合金、铍和钛合金、低合金钢以及陶瓷材料等都已得到实际应用。

热等静压具有许多优点，例如，可以使形状复杂的合金部件直接成形，提高材料的物理和机械性能，节省原材料，减少或省去机加工等。因此，热等静压技术的应用就使一些粉末冶金材料或制品能够取代熔铸冶金产品，并使一些常规冶金工艺不可能制造的材料变为可能。目前，热等静压部件与制品已广泛应用于航空、石油化工、原子能、人造金刚石、矿山机械和交通运输等方面，并取得了满意的效果。

适应我国粉末冶金工业发展的需要，普及热等静压方面的技术知识是我们编写本书的主要目的。书中大部分章节由杨勋烈执笔，王洪海等参加了部分章节的编写工作，全书经周仲甫高级工程师审阅定稿。在本书编写过程中还得到王君华、王颖、苏达增等的协助，借此机会一并表示感谢。

由于编者水平所限，书中可能存在缺点和错误，请批评指正。

编 者

一九八二年二月

目 录

前言

第一章 概论	1
第一节 热等静压成形的原理与特点	1
第二节 热等静压装置的分类	3
第三节 热等静压成形用包套	9
第四节 热等静压的压力介质	16
第五节 热等静压技术的发展概况及其应用	19
第二章 热等静压机	24
第一节 高压缸体与框架	25
第二节 高温炉体的构造	28
第三节 辅助系统与机构	38
第三章 热等静压粉末高速钢	49
第一节 概述	49
第二节 热等静压法生产粉末高速钢	52
第三节 粉末高速钢的性能	60
第四节 粉末高速钢的应用效果	72
第四章 热等静压硬质合金制品	77
第一节 概述	77
第二节 热等静压硬质合金部件	83
第三节 热等静压硬质合金的特性	88
第五章 热等静压粉末高温合金	101
第一节 概述	101
第二节 高温合金粉末的制取	108
第三节 粉末高温合金成形	113
第四节 粉末高温合金的性能	116
第六章 热等静压粉末有色金属	127

第一节	粉末钛合金	127
第二节	铍的热等静压成形	135
第三节	热等静压难熔合金	137
第七章	热等静压特殊陶瓷	140
第一节	概述	140
第二节	热等静压氮化硅	143
第三节	热等静压复合材料	148
第八章	铸件的热等静压致密化	151
第一节	概述	151
第二节	铸件的致密化	153
第三节	热等静压处理后铸件的性能	157
附录	国内外热等静压机情况	160

第一章 概 论

热等静压技术是近20多年来发展起来的，它是将粉末或被压材料（简称“工件”）放置于热等静压机中，升温到烧结温度（通常为材料主成分熔点的 $2/3$ ）的同时，对粉末或被压材料施以各向均等的高压压力，使其热致密化到理论密度。它和雾化法制取合金粉末等先进技术相结合，给粉末冶金工业开辟了新的广阔前景。

第一节 热等静压成形的原理与特点

热等静压技术出现以前，粉末冶金制品有两种传统生产方法：一种是将粉末经冷压成形、烧结，得到最终制品；另一种是将粉末装入石墨模内，在加热的同时，对粉末施以轴向压力，即所谓（机械）热压成形。前者存在的缺点是：制品尺寸和形状受到限制，高度与直径比小（一般小于3），压坯密度低且分布不均，需要昂贵的金属模具。尽管近年来冷压成形工艺有了许多改进，如采用了各向均等加压的冷等静压成形技术，但仍不能制得无孔隙全致密的产品，因而所得材料性能总比熔炼致密金属低。用机械热压法生产时，可以一次完成压形与烧结两个过程，产品质量较高，不过其制品密度仍达不到理论值，而且制品尺寸也受限制。

热等静压成形技术，是在冷等静压和热压技术的基础上发展起来的综合工艺，其操作原理示于图1。

将粉末装入包套（即成为“工件”），放入带有加热炉的密闭高压缸体内，并抽出缸内空气，压入约300~600

巴*的惰性气体（如氩气），通电加热，使工件达到烧结温度（此时，气体热膨胀升压到1000巴左右），借助于高温和各向均等的高压使粉末体固结成全致密的材料。

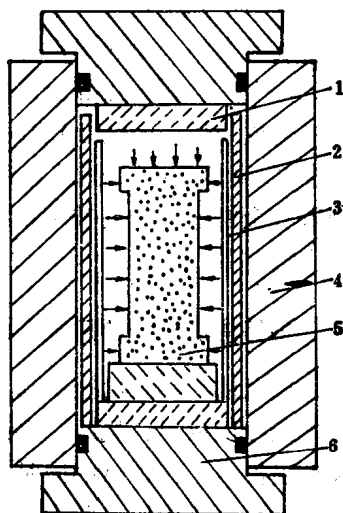


图1 热等静压操作原理图

1—隔热盒；2—隔热屏；3—加热体；4—高压密封缸体，
5—工件；6—活塞

热等静压技术的基本特点是：

（1）几乎能使粉末材料致密化到理论密度，使金属材料致密化到理论密度的99.99%。

（2）由于等静压力作用于高温粉末上，故烧结温度比常规冷压—烧结工艺低，得到的制品晶粒细小而均匀，性能良好。

* 1巴 = 1工程大气压 = 10^5 帕。

(3) 用热等静压技术制取的制品，可避免传统冶金工艺中存在的化学成分偏析，并可以制得更高合金含量的优质冶金产品。

(4) 可以直接得到形状复杂的大型冶金部件（如飞机涡轮盘、蜂窝构件等），与传统冶金工艺比较，节约原材料，减少冶金或机加工过程，节约能源，从而降低产品成本。

(5) 使用热等静压技术生产有毒粉末或放射性材料时，由于包套是密闭的，可以大大地减少对操作人员的危害，改善劳动条件。

(6) 热等静压技术不仅可以用来生产各种金属、陶瓷、硬质合金与复合材料等粉末冶金制品，而且可用来消除铸件、锻件的内部疏松、孔洞和裂纹等缺陷，也可将使用中产生内缺陷的旧的铸、锻件进行热等静压修复。

(7) 热等静压工艺比较复杂，设备投资大，只对具有特殊性能要求的高合金产品才能显示其优越性。

第二节 热等静压装置的分类

一 对热等静压装置的要求

对热等静压装置的具体要求如下：

(1) 高压缸体与框架等高压装置必须绝对安全可靠；

(2) 要有能满足各种粉末冶金材料致密化时所需的、温度均匀分布的加热炉；

(3) 要求有高效隔热结构，使炉内 1000°C 以上的工作高温，经过隔热结构层后，炉的外壳温度降到约 150°C ，以保证高压缸体处于低温条件下工作；

(4) 要有可靠的密封装置，以保证稳定的高温和高压。

二 装置的类别

1. 热等静压机 它是所有热等静压装置中较为完善的一种,通常采用氩气作为加压介质,在水冷外壁高压缸体内装有加热炉。早期的热等静压机是以高温合金作高压缸体,外部加热的所谓热壁式热等静压机。由于这种装置安全性很差而未得到推广应用。后来,把高温炉装入带有水冷壁的高压缸体内,炉体有良好的多层隔热降温,使高压缸体处于常温或低温状态下工作,这就是现在的热等静压机。

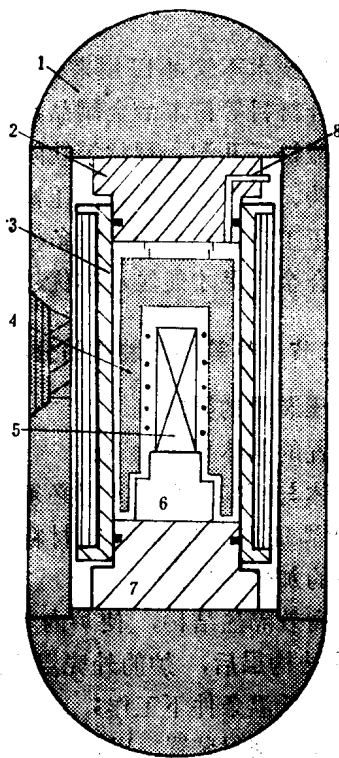


图2 框架式热等静压机剖面图

常用的热等静压机有螺旋塞式与框架式两种，它们分别以螺旋塞或由缸体两端活塞借框架来承受轴向力。前者的全部轴向力作用到螺纹上，其致命的缺点是工作压力不能平均分配到各个螺纹上，因此，某些螺纹端部牙根上存在巨大的应力集中，容易导致螺纹断裂，有可能引起高压缸体爆炸。而框架式热等静压机的轴向力是通过上下活塞传递到框架上，应力分布均匀，其安全度有根本的改进。

常用的框架有用预应力钢丝缠绕和厚钢板叠成的两种。图2是我国制造的预应力钢丝缠绕框架式热等静压机剖面图。工件5放置于耐火垫6上；4为高温加热炉，靠钼丝发热，有多层充填耐火纤维的隔热罩，通过连接环将炉体吊装固定到上活塞2上（通常上活塞不开启）；1为可移动框架，用钢

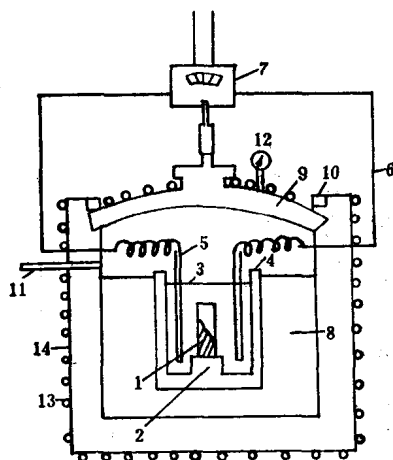


图3 高温高压釜

- 1—工件，2—耐火垫，3—盐浴，4—耐火坩埚，5—电极，
6—导线，7—测温装置，8—隔热材料，9—螺旋上盖，
10—密封圈，11—气体导入与卸压管，12—压力表，
13—外壁水冷管，14—釜体

丝缠绕制成；3为高压缸体，亦用钢丝绕成；7是下活塞，用于装、出料（称为下开塞式）；8是高压气体进出口，经高压钢管与高压压缩机系统连接。

2. 高温高压釜 将一般高温高压釜充填无机盐作为加压介质，便可作为热等静压成形装置。图3是一种可达 1000°C 以上和1000巴压力的高温高压釜剖面图。这种装置较为陈旧，它的等静压力是通过盐浴上空间的高压气体，由熔融盐浴均匀地传递到工件上。温度可借变化盐浴温度来调节。这种装置不必使用昂贵的稀有气体，成本较低。美国曾经利用这种装置对Udimet700粉末高温合金进行了热等静压研究，得到了令人满意的结果。在 $\phi 30 \times 152.4$ 毫米的玻璃包套内，充填Udimet700高温合金粉末，经抽成真空并密封后，放入高压釜，升温到 1288°C 及施以1000巴的压力进行热等静压成形，测定其密度达理论密度的100%。

3. 等静热压装置 这是在热压机上进行热等静压的一种装置。在热压模具内工件周围布满玻璃粉末，借热压机升温使玻璃粉软化，液态玻璃将轴向压力均匀地传递给整个工件，达到热等静压的目的，这一工艺称为“等静热压法”。它是一种简易的热等静压工艺，此法重要的是如何选择玻璃成分，并使之在各种所需温度上能得到适当的玻璃粘度。因为粘度过大玻璃液不易均匀传压，粘度过小玻璃液易流出模具，保持不住压力。

据报导：当工件热压温度 T 在 $1200^{\circ}\text{C} \sim 1700^{\circ}\text{C}$ 时，可用无碱硼硅酸盐玻璃作加压介质，按下式计算可得到合适粘度的玻璃成分：

$$\text{B}_2\text{O}_3 \text{重量}\% = 50.4 - 0.028T \sim 47.9 - 0.028T$$

$$\text{SiO}_2 \text{重量}\% = 100 - (50.4 - 0.028T) \sim 100$$

— (47.9—0.028T)

选取计量的 SiO_2 、 B_2O_3 和其它化学组分熔化成玻璃体，经粉碎并用浸出法除去玻璃体中的碱或碱土金属后，便可作为加压介质。

为了提高热压模具单位面积承受压力的能力可采用多层复合模具，这里不再细述。

用等静热压法压制的硬质合金有WC、TiC、TaC、NbC以及以某些复合碳化物为主成分的高硬度、高强度刀片和凿岩用钎头工具等。这些硬质合金是以烧结制品为工件（密度约99%）进入等静热压模，没有包套，熔融玻璃直接与工件接触。由于液态玻璃会通过直径 >100 微米的表面孔隙向合金内部浸渗，直至破坏合金结构，所以进行热等静压致密化的硬质合金要有良好的表面状态，不得有大于100微米的孔隙。这一工艺可以将合金的密度提高到99~99.99%的接近理论值水平，使合金性能得到很大改善。

4. 无加热装置的快速热等静压机 如前所述，热等静压机是由高压缸体和密闭在缸体内的加热炉组成。热等静压机涉及复杂的技术问题，其操作也较为麻烦。因此，出现了只有高压缸体，由外部预热工件，迅速将热工件装入等静压机，并快速密闭后通入高压气体，利用工件仍系热塑状态时施加高压等静压力，以比工件冷却速度还快的加压操作来完成工件（即装入包套的粉末）的致密化。

图4是无加热装置的快速热等静压机系统示意图。将从外部预热炉送来的热工件8快速放入高压缸体1中，迅速密闭上塞2，开动高压泵，压入2000巴的加压流体，保压几十秒后，便可卸压。表1列出了美国专利US3622313的快速热等静压数据，其工艺制度为：工件预热温度 $1120^\circ\text{C}\sim 1150^\circ\text{C}$ ；

以水作为加压介质，压力2000巴；压制时间3~10秒，样品材料为高温合金粉末。

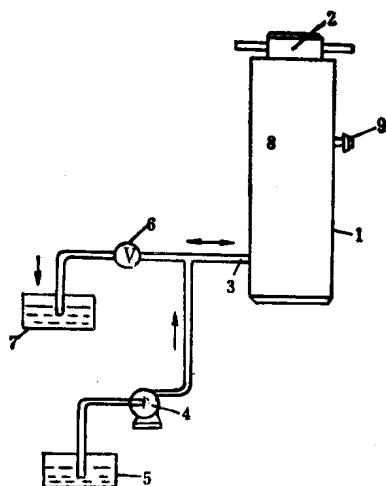


图 4 无加热装置的快速热等静压机系统图

1—高压缸体；2—上塞；3—高压管路；4—高压泵；
5—供液槽；6—高压阀门；7—卸液槽；8—工件；9—安全阀

表 1 快速热等静压压缩比

尺 寸	试 样	
	A 样 品	B 样 品
平均直径, 毫米	45.7	47.5
长 度, 毫米	171.4	177.5
压后体积, 厘米 ³	283.7	303.4
压 缩 比	1.37	1.28

近来，瑞典通用电器公司(ASEA) — 苏拉哈马尔(Su-
rahamar) 两公司利用快速热等静压技术试制了多种粉末

合金钢，这种称为STAMP法的工艺是使用昆塔斯（Quintus）液压机作为快速热等静压装置，以极高的压力将预热后的合金粉末固结成钢锭，全过程不超过5分钟。致密化后的钢锭与一般热等静压法生产的钢锭没有任何差异。钢锭经锻、轧热加工后，性能优于熔炼钢材，显微组织具有粉末合金钢的晶粒细，分布均匀且无各向异性等优点。据报导：用STAMP法已试制了AISI4150Cr-Mo钢、Mo-Co高速钢、12%铬钢、不锈钢等钢种，所有钢材的工艺与物理性能均比熔炼法的好。STAMP法投资费用少，产品成本低，易于在一般冶金工厂推广生产。

快速热等静压的前景是乐观的，值得重视。

第三节 热等静压成形用包套

包套是热等静压成形必需的容器。它的作用有三点：一是作为一个盛粉容器；二是相当于一个成形模具；三是使粉末与压力介质隔离，包套内粉末受压而致密化。通常粉末装入包套后需抽出粉末颗粒间与包套内的空气，在保持套内真空的条件下封焊抽空管端口。并且，在整个热等静压成形中，包套内不得有任何气体漏入，否则，包套将失去作用，达不到将粉末压制成全致密材料的目的。另外，当包套外部卸压后，漏入包套内的气体迅速膨胀，有发生包套炸裂的危险。

一、对包套材料的要求

（1）在选定的成形温度与压力下，包套应具有可塑性和一定强度，并能把包套外的温度与压力传递到内部，使粉末致密化，在整个操作过程中，包套不发生任何破裂，不漏入高压气体。

(2) 包套材料应有良好的加工性和焊接性。因为热等静压成形, 不仅可以制造形状简单的粉末制品, 更重要的是制取形状复杂的产品, 这些复杂形状的包套的制造需要机加工与焊接。

(3) 包套材料不应与粉末发生反应、不应沾污粉末而影响产品质量。

(4) 热等静压后, 包套应容易去除。

(5) 应选择尽可能便宜的材料来制作包套, 以降低成本。

常用的包套材料有金属、玻璃和陶瓷等。其中金属包套适用性大, 易加工和焊接成所需形状, 应用范围最广。玻璃与陶瓷包套是近期发展起来的新包套材料, 亦可选择使用。

表 2 包套材料及适用范围

包套材料	化学成分 (商品名称)	适用范围	适用温度	封焊方法
钢	中低碳钢	粉末高速钢等	$\leq 1400^{\circ}\text{C}$	TIG、MIG、气焊
镍	Ni = 99.5% C = 0.01%	钛、陶瓷、铁氧体	$\leq 1430^{\circ}\text{C}$	同 上
钛		硬质化合物	$\leq 1700^{\circ}\text{C}$	TIG
不 锈 钢	18—8	不 锈 钢	$\leq 1350^{\circ}\text{C}$	TIG、MIG
铜	商品纯铜	铜、铁	$\leq 1050^{\circ}\text{C}$	同 上
钼		钼、钨、 Si_3N_4 、 UO_2	1450~2200 $^{\circ}\text{C}$	TIG、电子束
铅		金属、陶瓷	410~630 $^{\circ}\text{C}$	热 连 接
铅—碱玻璃		同上	550~900 $^{\circ}\text{C}$	同 上
硼 硅 玻 璃	Pyrex	同上	700~900 $^{\circ}\text{C}$	同 上
硅酸钼玻璃		同上	890~1600 $^{\circ}\text{C}$	同 上
高硅氧玻璃		同上	1130~1600 $^{\circ}\text{C}$	同 上
石英玻璃	SiO_2	同上		同 上

注: TIG—钨极惰性气体保护焊;

MIG—金属惰性气体保护焊。

表2列出了包套所用的材料与其适用对象，供制取包套选材时参考。

二、金属包套

1. 金属包套的制造 金属包套种类很多，使用最广泛的是用碳钢加工、焊接而成的。像圆柱形等简单形状的试验包套，可用无缝钢管加焊盖板制成，上盖焊上抽空管便可使用。大型生产用包套（如3吨重的粉末高速钢）可通过旋焊钢板制得。在瑞典粉末高速钢生产中，用3毫米厚的钢板螺旋卷焊成 $\phi 500 \times 1600$ 毫米的圆筒作为包套。包套两端盖板需冲压成U形盖，与圆筒过盈配合后焊牢。

金属包套壁厚根据承受的负荷和热等静压成形工件的尺寸来确定。生产粉末高速钢锭所选用的包套壁厚与直径关系见图5。

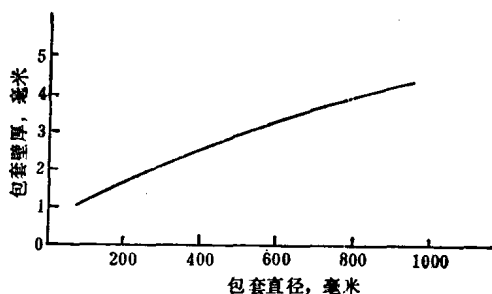


图5 包套壁厚与直径的关系

包套作为盛粉模具需满足部件的最终形状与尺寸要求时应测定其热等静压制后的收缩变化，以避免因坯料过大增加机加工量和浪费原材料，或因收缩过大造成尺寸不够而报废。曾对在 1150°C 、1000巴压力下热等静压的 $\phi 330 \times 62$ 毫米的粉末高温合金涡轮盘进行测量，其直径收缩量为10%，