

难熔金属文集

(第二分册)

难熔金属文集编辑组编

上海科学技术情报研究所

难熔金属文集

(第二分册)

难熔金属文集编辑组编

*

上海科学技术情报研究所出版

新华书店上海发行所发行

上海商务印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 1/16 印张: 12.25 字数: 315,000

1976年9月第1版 1976年9月第1次印刷

印数: 1—4,700

代号: 151634·297 定价: 1.50 元

(限国内发行)

目 录

一、加工工艺	1
钨板的研制和性能	1
钨管的旋压	9
六氯化钨氢还原气相沉积钨管	17
钨带和钨箔的加工工艺研究	21
粉末冶金钨板、箔材的工艺研究	28
专用 Mo-0.5 Ti 钼合金薄板研制报告	47
钼合金板材的研究	59
Mo-0.5 Ti 合金板材生产工艺	69
TZM 合金薄板试制工艺	77
钼和钼合金管材的工艺研究	83
钼管的强力旋压工艺研究	100
D43 钼合金板材试制工艺	104
Nb752 合金板试制总结	111
Nb752 合金板材工艺研究	119
SCb291 钼合金管材的试制	131
Nb752 钼合金异型件旋压工艺研究	135
Nb752 钼合金管材加工工艺	138
钼带生产工艺对性能之影响	141
Ta-10 W 合金板材制取工艺	152
二、应用	157
TZM 合金在轴承生产中的应用	157
黑色金属压铸用钼合金模具材料	164
化纤工业用钼喷丝头的研制	177
三、其他	186
扫描电子显微镜在难熔金属材料研究方面的应用	186

钨板的研制和性能

冶金部钢铁研究院

[摘要] 本文介绍采用熔炼钨锭加工的方法研制供强力旋压使用的8毫米厚钨板,论述了钨板材的研制工艺和部分性能。

一、研 制 工 艺

1. 钨锭的制备

钨对间隙元素杂质,特别是对氧的有害影响非常敏感。它直接影响钨板的质量,因此对原料的纯度有较高的要求。

本试验使用的自耗电极是选用国产的高纯钨条,一般含氧量为0.0021%,在氢气下用电阻对焊机焊成1800毫米长条,而后用直径2毫米钼丝捆扎成约相当于直径75毫米截面积的自耗电极。

铸锭熔炼在一吨真空电弧炉内进行。

采用的主要熔炼参数见表1。得到的钨锭尺寸达 $\phi 160 \times 180$ 毫米。高温电弧熔炼操作在动态真空中进行,在钨熔化的电弧温度下,诸如Mg、Na、K和Ca等元素均有较高的蒸汽压,几乎可全部除去,蒸汽压较低的Fe、Ni、Cr和Co等元素也较容易去除到很低的含量。值得提出的是,在熔炼过程中,从热力学考虑蒸发脱氧和碳脱氧的作用是不可忽视的,这里不作讨论。

钨锭有代表性的化学成分列于表2。

间隙杂质含量氧用真空融熔法测定,碳含量用燃烧测量比电导法测定,金属杂质用发射光谱分析法测定,取试样的部位,接近于

表1 主要冶炼参数

电极尺寸: 12毫米 $\times$ 24根	结晶器尺寸: $\phi 160$ 毫米
熔炼电流: 6000~6500安培 7500~9000安培	熔炼电压: 51~55伏 51~55伏
熔化速度: 2.19~2.92公斤/分 4.26~4.72公斤/分	冷却时间: 2小时
工作真空度: $1 \sim 5 \times 10^{-3}$ 毫米汞柱	漏气度 ≤ 50 微升/秒
稳弧磁场: $1 \sim 3 \times 1000$ 安匝	坩埚冷却水压: 4~5大气压

表2 钨锭的化学成分

间隙杂质含量	化 学 成 分	金属杂质含量(光谱分析)%		
[O] 0.0018%	C 0.0030% Mo 1.5~2.0%	Si 0.0050, 0.0021 0.030, 0.0016, 1977<4.72	Fe 0.012, Pb <0.0002, Ti 0.0031, As <0.0025, Co <0.002	Mg 0.0013, Mn <0.0005, Al 0.0009, Sb <0.0005

* 钼以钼丝形式加入。

锭的顶部。

用电弧熔炼法获得大直径、高质量的钨锭,被认为是难度较大的技术问题,除晶粒的尺寸、取向以及锭表面质量影响外,往往铸锭由于受热冲击作用会引起内部的开裂,熔炼钨时钨锭存在较大的温度梯度,以及室温下钨的塑-脆性行为,均助长了上述内部缺陷的发生。此外,在操作上有时还有烧坏坩埚的现象。最大的危险是造成电极与坩埚之间产生边弧,这种边弧在几秒钟之内即可击穿坩埚内壁,使熔炼过程中断,该现象通过改善水冷效果,可以得到解决。钨锭的金相组织见图1和2。

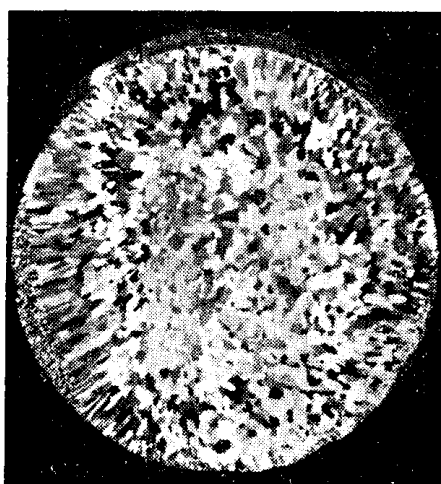


图1 钨锭横断面组织



图2 钨锭纵断面

2. 挤压开坯

钨属于体心立方晶格类型,其特点是具有低温脆性,这给加工带来了困难。具有大晶粒的钨锭,若直接采用锻造或轧制开坯,在加工过程中,容易开裂。影响钨压力加工性能有害因素之一是间隙杂质含量的影响,据报导,氧在钨中的含量达到 30 ppm^[1]就很

容易观察到第二相的存在。析出的杂质多在晶界面上凝聚。易导致晶间开裂。(二)具有较大柱状晶的钨锭,造成单位体积的晶粒面积就小,相对沿晶界的杂质非常集中,因而使晶界结合能力减弱。二者给钨锭的加工带来困难。欲得到均匀细化的加工组织挤压开坯是有效的方法。

在正常情况下,挤压,能改善金属组织,提高材料性能。为此,对不同的材料应分别选择合理的挤压温度和挤压比。根据国内现有熔炼和加工设备条件,本文对 2.4, 3.1 和 3.7 不同挤压比进行了比较。结果表明,挤压比愈高,挤压棒截面的晶粒愈能得到均匀细化。从金相观察得出,挤压比提高到 3.5~4.0 是十分必要的。在选择挤压温度时,应保证挤压棒有均匀的晶粒组织,并具有良好的加工性能。选择温度的上限时,要保证在变形后的组织没有部分再结晶现象发生。

钨在室温下是稳定的,在 400~500°C 时开始氧化,故表面精整后的钨锭,须在通氢气保护的钨棒炉内加热,用钨-铍热电偶测温,在额定 3500 吨四柱张力卧式挤压机上进行

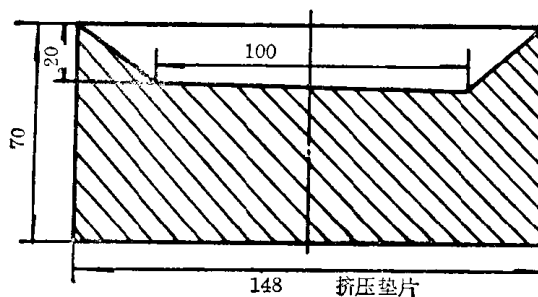


图3 凹型挤压垫片

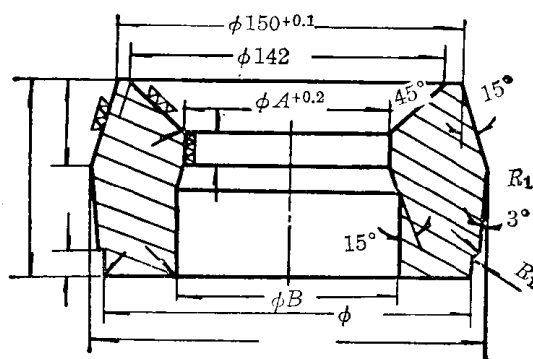


图4 挤压模

表 3 采用的开坯条件及试验结果

编号	钨锭尺寸 $\phi \times L$ 毫米	出炉温度 °C	保温时间 分	热料传递时间 秒	挤 压 力 公斤/厘米 ²	挤压时间 秒	流动速度 毫米/秒	挤压比 面积比	挤压棒尺寸 $\phi \times L$ 毫米
06	142×155	1550~1600	60	20	160~180	14	39.3	3.1	80×480
09	146×175	1550~1600	60	20	140	14	40.7	3.3	80×570
12	148×200	1510~1600	60	17	180~200	15	44.7	3.4	80×670
13	144×175	1550~1600	60	15	150	13	46.1	3.2	80×560

表 4 锻造条件及试验结果

炉号	挤 压 棒 $\phi \times L$ 毫米	出炉温度 °C	保温时间 分	火 次	料传递时间 秒	锻打次数	锻 后 尺 寸 毫米	变 形 量 (线变形)
06	76×266	1535	60	1	5	6	18×180×350	76.30
09	79×330	1550	60	1	5	6	21×170×430	73.40
12	80×290	1520	60	1	5	8	20×180×380	75.00
13	78×252	1540	60	1	5	8	20×180×330	74.30

开坯,采用凹型热垫(图 3),以消除尾缩孔和料坯压余损失。挤压筒和模具(图 4)一般预热到 300~350°C,加热的钨锭包好玻璃布,用送料小车运到挤压筒进口端,在锭的后部,分别放热、冷垫,随即进行挤压,得到的挤压棒迅速埋入干燥的热砂中,缓冷至室温,采用的开坯条件及试验结果列于表 3。

钨锭经挤压后,在挤压棒表面上未观察到有横向裂纹(图 5)。个别头部有劈裂现象,

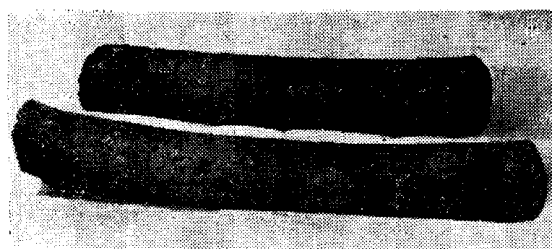


图 5 挤压棒的外貌

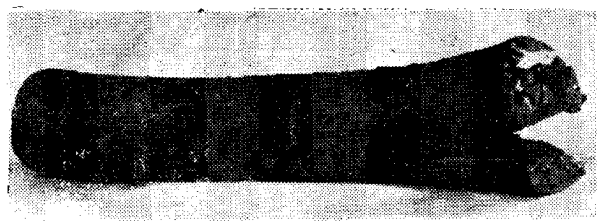


图 6 挤压棒头部严重劈裂的外貌

其原因初步认为金属钨从模孔流出时,受中心的挤压力与表面摩擦力的共同作用,产生张应力,此应力能引起变形程度较小的挤压棒头部中心开裂,此外挤压筒内径与钨锭直径之间存在着间隙值,在填充挤压阶段,钨料未被挤出模孔之前,金属先侧向流动而充满挤压筒,以至引起复杂的应力。在钨锭内部较敏感的地方,此应力往往超过钨锭的极限强度,使内部产生裂纹,在流动变形中,形成内部纵向裂纹。无疑该间隙应控制的愈小愈好,若钨锭表面缺陷切除的不净或锭内存在缺陷,头部劈裂就更为严重,如图 6 所示。

3. 钨棒的锻造

直径 80 毫米钨棒经锻造加工,可得到厚度约 20 毫米的板坯,并使晶粒得到进一步细化。

挤压棒经 1500°C 1 小时消除应力退火后,在锻造前,其表面用粒度 24 号砂轮研磨,至观察到无缺陷为止。一般研磨量为 2~5 毫米(以半径计)。用机械加工的方法,切除头部开裂及尾部缩孔(包括两端的裂纹)。挤压棒在通氢气保护的钼棒炉内加热,用钨-铈热

电偶测温。用5吨蒸汽锤自由锻造。要求钻子平整,锻前预热。把棒料钳到钻上,采用高速、重锤、快速变形。得到的锻坯应立即在1300~1350℃消除应力退火1小时,并缓冷到室温。试验条件及得到的试验结果列于表4。

4. 钨板的轧制

(1) 初轧温度的选择 轧制温度不仅对板表面质量有某种程度的影响,更重要的是还影响到板材的最终性能。实践证明,初轧温度的上限以不超过锻坯再结晶温度为宜,若超过其上限温度,会引起晶粒长大,使板材的塑-脆性转变温度提高。参照钨板的退火温度和组织的变化关系(图16),合适的初轧温度应确定在1250~1300℃之间,随着加工率的提高,轧制温度也应相应地逐渐降低。

(2) 初轧变形量的选择 将厚度20毫米试样,在1300℃下进行了10~30%(线变形)不同加工率的小型试验。结果表明,随着初轧压下量增加,曳入端分层开裂程度逐渐减轻。可以预期,初轧加工率不足是端部分层开裂的关键,见图7a和图7b。

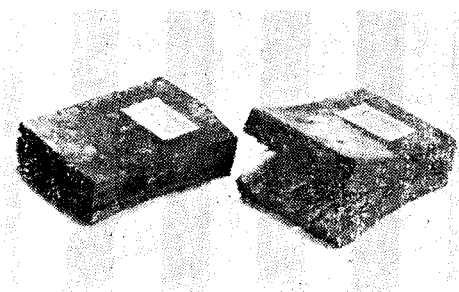


图7a 初轧加工率不同曳入端劈裂的变化



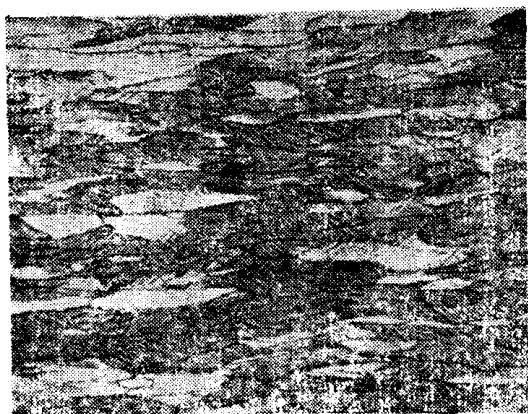
图7b 试样侧面裂纹沿晶界扩展的外貌(60×)

根据小型试验、金相观察和理论分析表明,轧辊传给板坯不同深度的有效轧制压力是递减的,即表面最大,往中心逐渐减小。如果压下量过小(相应轧制压力不足),则可能发生只有表面塑性变形而中层还未发生塑性变形的情况,结果变形层对中层将产生张应力。如果此张应力大于板坯的破断强度,就会造成分层开裂。在选取大的加工率时,应当不超出板坯本身的塑性,否则将会在板坯内产生微裂纹,在轧制试验中,我们认为采用大轧辊、大的相对加工率以及减小板坯的厚度都可以控制或克服分层开裂的形成。工业性试验中比较成功的初轧条件是在轧辊直径为1200毫米的轧机上,通常采用板坯厚度为20毫米,相对加工率在25~30%之间。有代表性的试验数据见表5。

(3) 轧制操作 消除应力退火的锻坯,切去边缘裂纹,用砂轮研磨的方法去除表面缺陷,放入通氢气的铝棒炉内加热(第二火

表5 轧制条件及结果

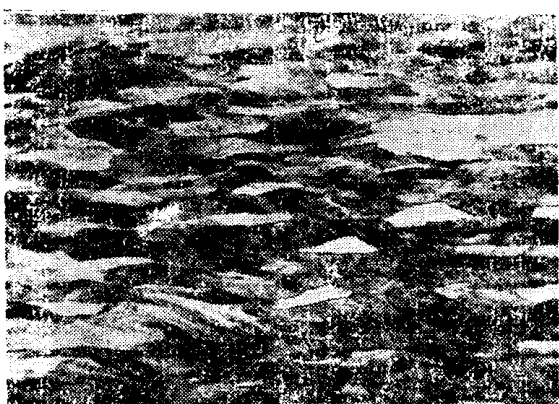
炉号	火次	出炉温度 ℃	加热时间 分	原始厚度 毫米	轧后厚度 毫米	加工率(线变形)		最终成品
						部分 %	总 %	
12	1	1300	60	19.55~19.90	14.05	28.10	87.50	370×280
	2	1200	20		12.26			
	3	1000	10		10.00			



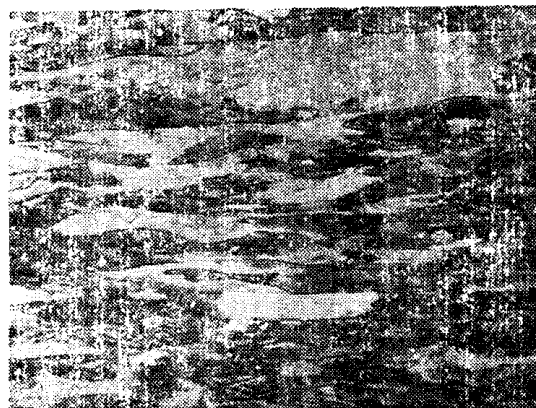
(a) 室温



(b) 1100°C



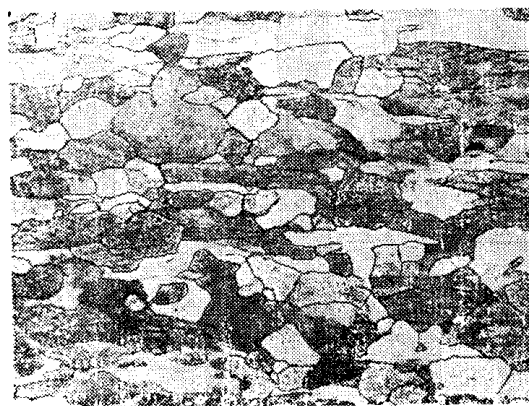
(c) 1200°C



(d) 1255°C



(e) 1300°C



(f) 1350°C

图8 钨板经1100~1350°C不同温度下,退火1小时后的金相组织(100×)
(腐蚀剂1克NaOH+35克 $\text{Fe}(\text{CN})_6$ +600毫升水)

1200°C,也可在煤气炉内加热),锻坯在1200毫米二辊薄板轧机上轧制,采用垂直铸锭的结晶方向,单向轧制,一火轧制一道次,为了解决曳入困难,锻坯放入具有凹形的钢板模内一起带入,得到的成品钨板应立即在1100°C

下,进行消除应力退火,矫平而后缓冷至室温。

(4) 钨板的金相组织 成品钨板经1100~1350°C不同温度下退火处理1小时后,所得到的金相组织见图8。

二、钨板的性能

- (1) 密度: 19.3 克/厘米³
 (2) 熔点: 3410°C^[1, 2]
 (3) 弹性模量

1) 试样的制备和试验条件: 试样尺寸 4×4×180 毫米, 在供旋压用 8 毫米厚的钨板上切取, 表面经电解磨床加工, 重量 53.299 克, 试样在高温钼片真空炉 (真空度 1~3×10⁻⁴ 毫米汞柱) 中, 利用声频横振法测量弹性模量。

2) 试验结果见表 6。

表 6

试验温度 °C	弹性模量 公斤/毫米 ²	试验温度 °C	弹性模量 公斤/毫米 ²
常 温	40000	1120	35400
25	40300	1210	35000
165	40100	1315	34300
335	39900	1405	33380
635	37800	1475	32410
795	36950	1545	31750
960	36400	1600	31100

4. 抗张强度

拉伸强度是在我院自制的 500 公斤的高温拉伸机上进行, 试样尺寸如图 9。钨在室温具有脆性, 其强度数值波动较大, 一般约为 90~110 公斤/毫米²。

(1) 钨板强度和温度的关系见表 7, 断口外貌见图 10。

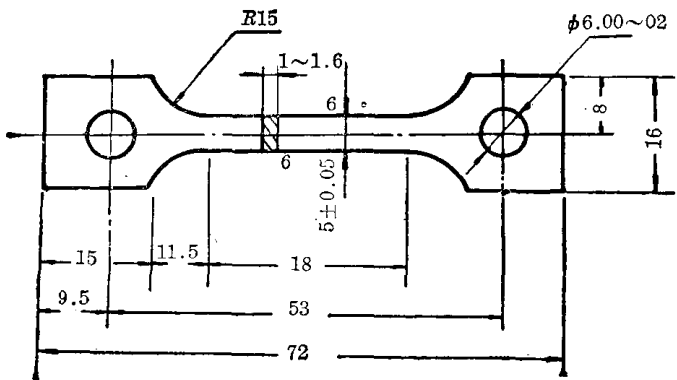


图 9 拉伸试样尺寸

表 7

试 样	试 验 温 度 °C	抗张强度 σ_b 公斤/毫米 ²
钨 板	1000	46.7
	1100	41.5
	1200	37.3

试验条件:

- a. 拉伸速度 1.5 毫米/分;
 b. 通氢气保护试验;
 c. 加热时间 5~10 分钟。

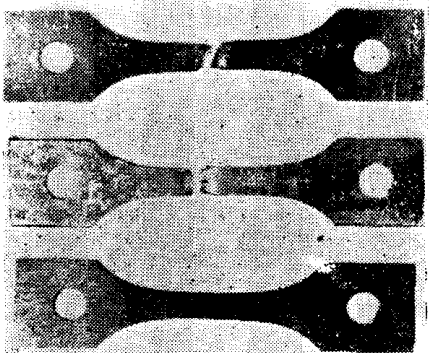


图 10 钨板拉断后断口外貌

(2) 旋压钨强度和温度的关系见表 8, 断口外貌见图 11。

表 8

试 样	试验温度 °C	抗张强度 σ_b 公斤/毫米 ²	伸长率 δ %
旋 压 板	500	68.8	4.7
	900	59.5	9.2
	1000	56.3	8.7
	1100	49.2	10.4
	1200	42.2	12.4
	1300	18.7	36.7
	1400	14.0	49.2
	1500	12.7	53.2
	1600	11.1	95.4

注: 试验条件同表 7

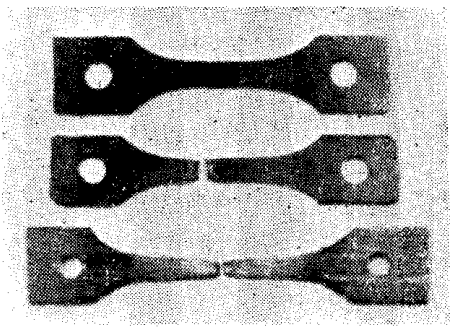


图 11 施压钨断口外貌

5. 热膨胀系数

钨的热膨胀系数测定是在一台充氮气的石墨电阻炉内进行,在 150~800°C 以石英做试样夹持器和传感杆进行测定。试样尺寸 6×6×70 毫米。两端面要求平行,光滑。热膨胀系数与温度的变化关系见图 12。

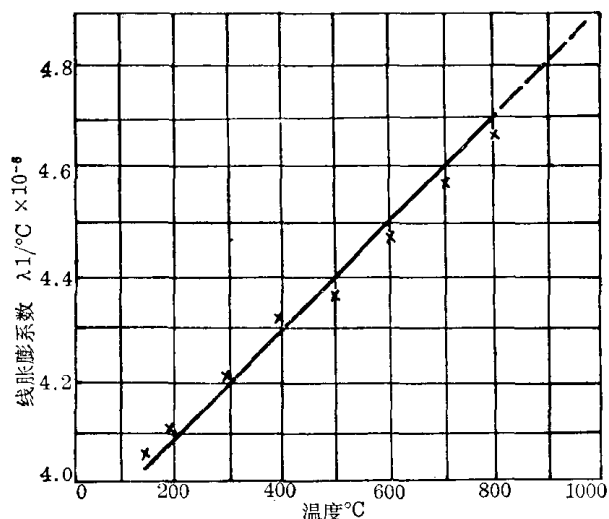


图 12 热膨胀系数与温度的关系

6. 脆-塑性转变温度

本方法是对试样施加静态弯曲力以测量弯曲角度的方法,确定脆-塑性转变温度,试样在一台 10 吨万能试验机上进行,使用的压头和模具在电阻炉内加热,如图 13。

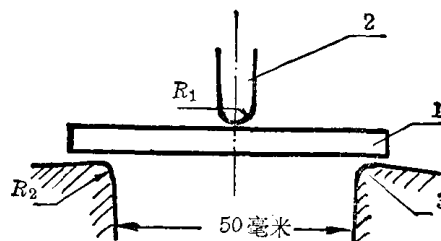


图 13 模具

1—测定的试样; 2—负荷压头($r_1=2$ 毫米);
3—模具上支撑试样的支点($r_2=2$ 毫米)

(1) 试验条件 ① 试样尺寸为 110×11×2.3 毫米,表面电解抛光处理;② 选用 Le/5Ts 测力计;③ 压速 5 毫米/分,压下量直接从控制盘读数;④ 温度手控 $\pm 5^\circ\text{C}$;⑤ 最小弯曲角 90° 。

(2) 试验结果 试验结果表明,钨板的脆-塑性转变温度为 240~250°C 之间,见图 14, 15。

7. 钨板的再结晶温度

试样在不同退火温度下,恒温处理 1 小时,经研磨后用测量硬度的方法,测定再结晶温度,试验结果见图 16,再结晶温度为 1300°C。

8. 可旋压性能

轧制的钨板经电解加工后(电解液组成:

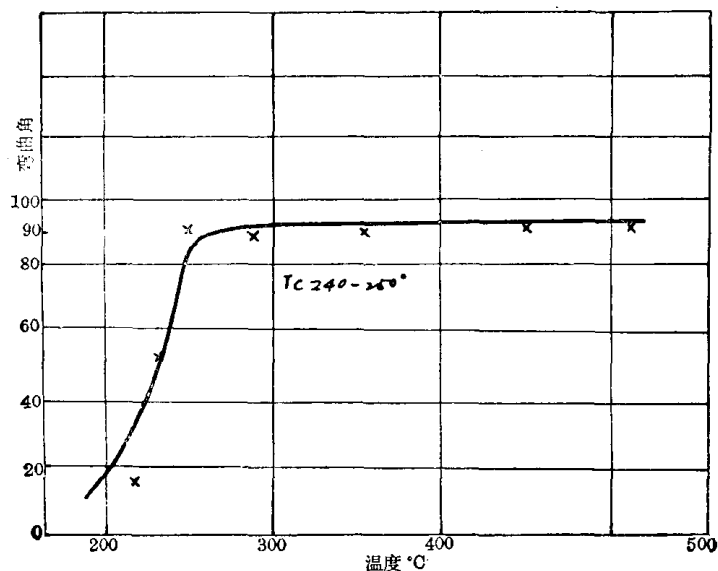


图 14 温度对弯曲角的影响

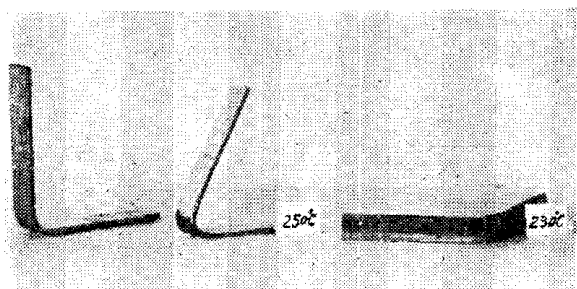


图 15 试验后试样外貌

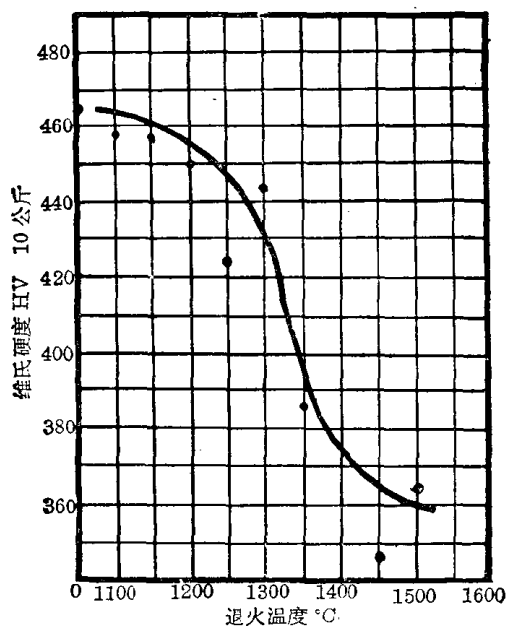


图 16 退火温度和硬度的关系

NaOH 12~15% + $K_2Cr_2O_7$ 0.2~0.5% + 其余为水), 切成要求尺寸, 进行强力旋压。板坯在 1200~1300°C 下, 可很好地成型。

三、结 论

以国产的高纯钨条为原料, 在功率 600 瓩真空电弧炉内(选用 58~60 伏工作电压, 8000~10000 安培工作电流), 可以成功地熔铸出直径 160 毫米、长 170~180 毫米的钨锭, 而后在 1550~1600°C 下挤压开坯, 1520~1540°C 锻造。1300~1000°C 温度范围内轧制, 可以试制出旋压性能良好的合格钨板(规格 8×300×300 毫米)。

参 考 资 料

- [1] 《TN-D-2237》, 1964, 6.
- [2] 《SAMPE 6th National Symposium on materials for space Vehicle use》, 1963, Vol. 1.
- [3] AD 258137, AD 266200, AD 272781, AD 275399, AD 289065, AD 297022, AD 404738, 1960~1963 年。

钨管的旋压

宝鸡有色金属研究所

【摘要】 本文叙述了采用粉末冶金法制备管坯，再用热旋压的方法制取直径 22 毫米，壁厚为 0.80 毫米以及直径为 20.9 毫米，壁厚为 0.35 毫米，长度均为 200 毫米左右和直径为 35.2 毫米，壁厚为 0.6 毫米，长度为 800 毫米等变形钨管的试制工艺。摸索了烧结温度与密度的关系以及对加工性能的影响。对钨管旋压中间热处理制度与加工性能及最终产品性能的关系也做了分析。并对旋压管坯、最终产品的性能和旋压模具做了初步鉴定。

一、工艺方案

采用如图所示的工艺流程：

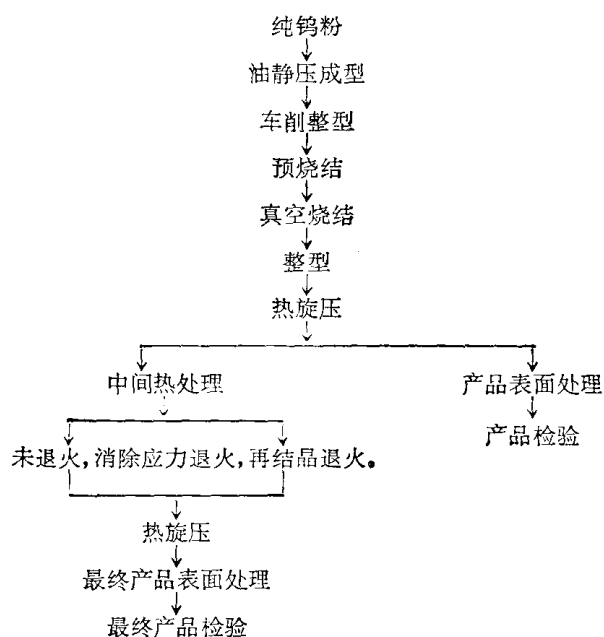


图 1 工艺流程图

1. 管坯制备

采用FW-01级纯钨粉,平均粒度为 3.2μ (费氏法),化学成分列入表 1。

管坯压制是在直径 100 毫米油静压机上进行的。将钨粉装入内有芯棒和一端有耐油橡皮塞的乳胶套中,缴实后把芯棒另一端用橡皮塞封住,并用铁丝将两端固紧,再放到平台上滚圆(如图 3)后进行油静压成型。

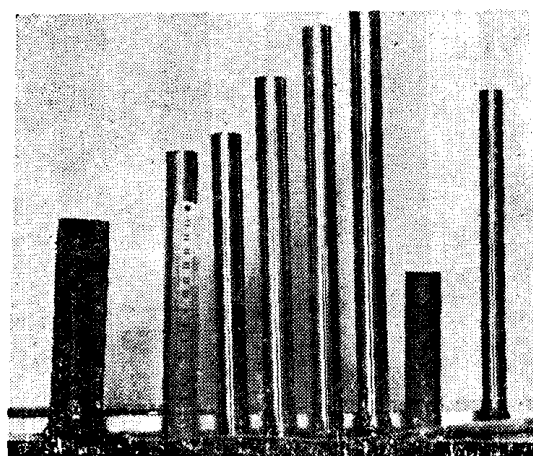


图 2 变形钨管部分产品照片

表 1 FW-01 级钨粉化学成分%

元 素 分 析	Pb	P	V	Co	Fe	Ti	Al	Si
1971 年原料出厂分析	<0.0001	<0.001	<0.001	<0.001	0.0021	<0.001	0.001	0.001
1974 年本所复验	—	—	—	—	<0.0015	—	—	—

元 素 分 析	Ni	Mg	Mn	Cu	C	O ₂	Mo	N	Bi
1971 年原料出厂分析	0.0007	0.0007	0.001	0.0005	0.0018	0.044	0.01	—	<0.0001
1974 年本所复验	—	—	—	—	0.012	0.186	—	0.002	—

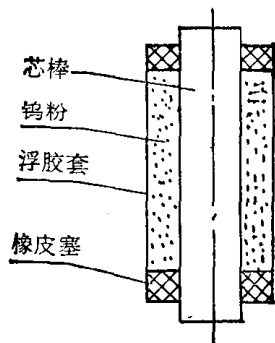


图3 压型示意图

芯棒应具有 $RC > 40$ 的硬度，表面光洁度为 ∇_7 左右，并带有 0.0015% 锥度，其直径为烧结前管坯内径尺寸。乳胶套尺寸按下式计算：

$$d = D + 2 \frac{t}{K_t}$$

式中： d ——乳胶套内径尺寸，

D ——芯棒直径，

t ——油静压后管坯壁厚，

K_t ——油静压管坯壁厚收缩率。

K_t 值一般为 $40 \sim 50\%$ 。橡皮塞内孔尺寸要比芯棒直径小 2 毫米左右，其外径尺寸要比乳胶套内径尺寸大 2 毫米左右，以防配合不紧而漏油。

压制压力为 $2500 \sim 3000$ 公斤/厘米²，保压 2 分钟。压制后的管坯具有 12.12 克/厘米³ 的密度。

压制后的管坯进行车削整型，使几何形

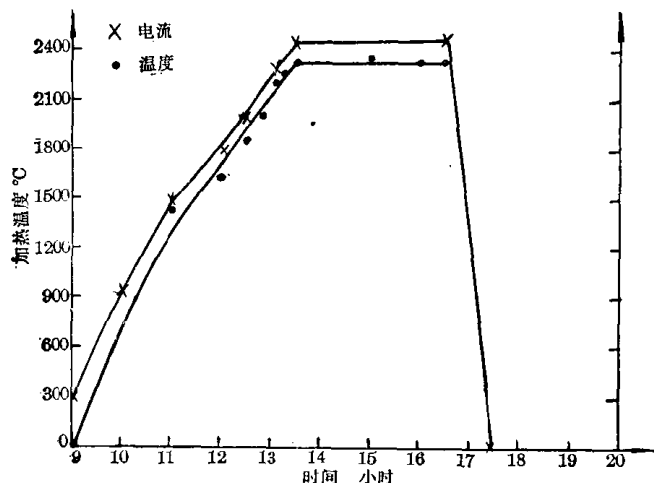


图4 真空烧结制度

状规正。然后在氢气钨丝炉中预结，温度为 1200°C 保温 3 小时。预结后的管坯在真空钨丝炉中烧结，温度为 $2300 \sim 2400^\circ\text{C}$ ，保温 3 小时，真空度为 7.8×10^{-5} 毫米汞柱；烧结制度示于图 4。

烧结后管坯硬度为 HV315，晶粒度 1343 个/毫米²（晶粒平均面积法），收缩率为 14.2% ，密度 $92 \sim 94\%$ （相对）氧含量小于 0.01% ，氮含量小于 0.002% ，碳含量小于 0.005% 。

为了探索真空烧结制度同密度的关系以及对随后加工性能的影响，做了 2400°C 、 2300°C 、 2200°C 、 2100°C 均保温 3 小时的烧结，然后在相同条件下进行旋压试验，其结果列入表 2，图 5 为其金相照片。

表2 烧结温度与烧结管坯性能的关系（均保温 3 小时）

烧结温度 $^\circ\text{C}$	密 度 %	晶粒度 个/毫米 ²	硬度 HV	旋 压 性 能
2400	92~94	1343	391	良好
2300	90~91	4584	285	具有一定的加工性
2200	89.4	8453	264	很难加工
2100	86.4	10847	241	没有加工性

注：1. 所有样品均经机械抛光后，用铁氰化钾、氢氧化钠水溶液腐蚀。

2. 密度是根据阿基米德原理，用称重法测量，

3. 晶粒度是用平均面积法测量。

实验结果表明：随烧结温度的升高，其密度和硬度逐渐增加，晶粒长大。上述条件制备的管坯烧结后的密度大于 90% 才具有可加工（旋压）性能，密度为 $92 \sim 94\%$ 时具有良好的加工（旋压）性能，此时晶粒度为 1343 个/毫米²，硬度为 HV319。

2. 旋压

(1) 旋压工艺

旋压在两台立式旋压机上进行。其参数见表 3。

旋压方法如图 6 所示：将顶料管和管坯套在芯杆上，通过顶料管驱使钨管坯产

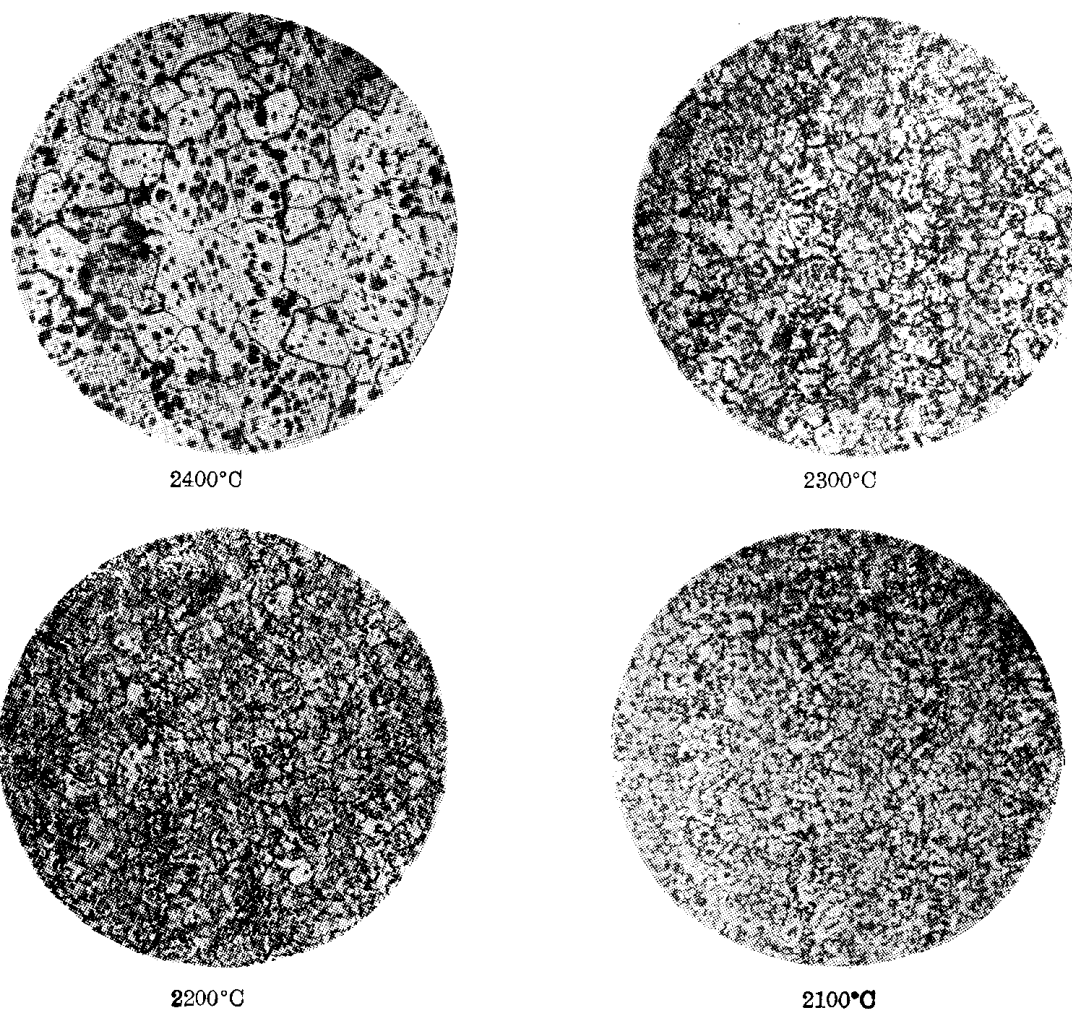


图5 真空烧结管坯金相照片 200×(保温3小时)

表3 旋压机参数

传动方式	传动压力 吨	可旋管材直径 毫米	下降速度 毫米/秒	模座(或辊轮)转速 转/分	旋转模(或轮)用电机性能	行程 毫米	型 式
液 压	50	14~100	50~87.8	475	7 瓩 1495 转/分	400	立式(钢球)
液 压		20~105	50~80				立式(辊轮)

表4 $\phi 35.2 \times 0.6 \times 800$ 毫米变形钨管旋压工艺

道 次	旋压后尺寸, 毫米			变 形 程 度		工模具尺寸 毫米		备 注
	D_1	d_1	t_1	ΔD , 毫米	e , %	ϕ_1	ϕ_4	
0	40.00	34.75	2.62	—	—	—	—	芯杆产生表面变形
1	38.55	34.50	2.05	1.45	23.0	34.40	72	
2	37.30	34.70	1.35	1.25	35.0	34.40	72	
3	36.20	34.30	0.95	1.10	27.5	34.00	72	
4	35.70	34.20	0.82	0.50	18.6	34.00	72	
5	35.20	34.20	0.50	0.50	27.5	34.00	72	

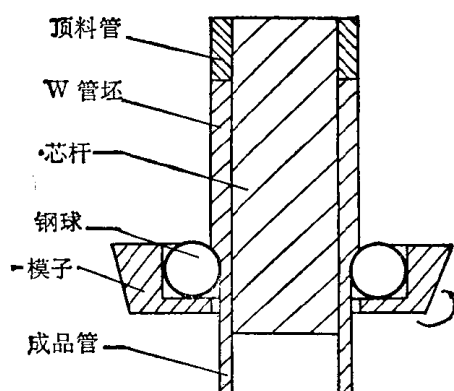


图6 旋压加工原理图

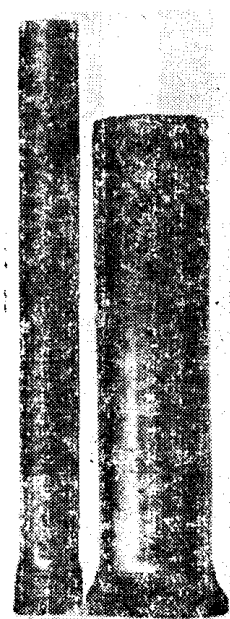
生直线运动，又通过高速旋转的模子及放在模内的钢球（或高速旋转、互成 120° 角的三个辊轮）对管壁施预压力，使管壁逐点变形。

顶料管可用铝管或一般钢管做成。其作用是减少压余，并能防止管坯在旋压时转动。当旋压大直径管材时，顶料管需用高速钢或耐热钢经淬火处理制成（ $RC > 40$ ），接触坯料端做成锯齿状，方能有效地防止坯料在旋压过程中转动。

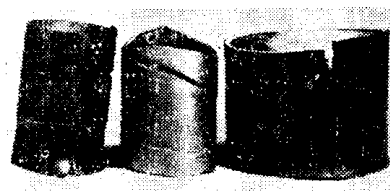
管坯内壁与芯杆应有0.1毫米左右的间隙，使管坯能顺利穿入芯杆。管坯内表面用石墨水剂润滑。

上述钨管坯常温下性脆，须采用热旋工艺，以提高旋压坯料的塑性。加热是用氢气和压缩空气混合火焰直接喷射到管坯表面进行的。铂铑热偶测温，开坯温度为 $900 \sim 1100^\circ\text{C}$ ，芯杆温度达 $550 \sim 650^\circ\text{C}$ （表面接触温度计测量）；随着旋压道次的增加，加热温度逐渐降低；成品旋压温度是 $600 \sim 700^\circ\text{C}$ ，芯杆温度为 $400 \sim 450^\circ\text{C}$ 。旋压时钢球和辊轮用水冷却，防止硬度降低产生变形。

同铝管一样，钨管旋压中也常发生表面折迭、微裂纹和图7所示鱼鳞状缺陷。每旋压一个道次后，进行碱洗或对其内外表面机械抛光，缺陷严重者用砂轮磨掉。如有裂纹，用砂轮锯切除之，否则这些缺陷在随后的旋压中继续扩大。



a 鱼鳞状缺陷



b 横裂（密度或温度低造成）和纵裂

图7 钨管旋压中产生的缺陷

表4、表5列出了部分钨管的旋压工艺。

(2) 旋压模具

a) 芯杆 由于旋压中管坯加热温度很高，时间较长，选择能承受较高温度的芯杆材料或对芯杆选用合适的冷却方法是解决钨管旋压技术中的一个重要问题。因此我们试用了耐热钢、高速钢和硬质合金三种材料。前两种材料使用后表面硬度均有下降，当硬度降到 $RC\ 34 \sim 37$ 时，表面出现划伤现象，直径小于20毫米的较长芯杆还产生弯曲变形。直径15毫米硬质合金芯杆成功地连续使用27次，仍具有很高硬度（ $RC72$ ），但由于较长芯杆制造困难和价格昂贵，使其使用受到很大限制。

b) 辊轮和钢球 本试验所用辊轮材质为高速钢，辊形如图8所示，使用效果较好。

对于轴承钢钢球，旋压中必须加强冷却，

表 5 $\phi 20.9 \times 0.35 \times 200$ 毫米变形钨管旋压工艺

道次	旋压后尺寸, 毫米			变 形 程 度		工模具尺寸, 毫米			备 注
	D_1	d_1	t_1	ΔD , 毫米	ϵ , %	ϕ_1	ϕ_2	ϕ_3	
0	25.50	21.30	2.10	—	—	—	—	—	1100°C 保温 1 小时退火
1	25.00	21.00	2.00	0.50	10.2	20.75	19.05	63.10	
2	24.50	20.95	1.78	0.50	11.2	20.70	20.65	65.80	
3	24.05	20.90	1.58	0.45	14.2	20.67	20.65	65.35	
4	23.70	20.90	1.40	0.35	11.0	20.59	20.65	64.92	
5	23.20	20.80	1.20	0.50	15.5	20.51	19.05	61.30	
6	22.80	20.70	1.05	0.40	13.5	20.42	19.05	60.90	三种制度退 火
7	22.40	20.50	0.95	0.40	11.0	20.33	19.05	60.50	
*8	22.15	20.40	0.88	0.25	11.0	20.21	19.05	60.25	
9	21.60	20.35	0.62	0.55	30.0	20.20	12.70	47.00	
10	21.30	20.30	0.50	0.30	25.5	20.20	15.85	53.10	
11	21.10	20.20	0.45	0.20	12.2	20.10	15.85	52.80	
*12	20.90	20.20	0.35	0.20	12.7	20.10	12.70	46.30	

注: 表中: D_1 ——旋压后管坯外径; d_1 ——旋压后管坯内径; t_1 ——旋压后管坯壁厚, ΔD ——道次减经量, ϵ , %——道次变形率, ϕ_1 ——芯棒直径, ϕ_2 ——钢球直径, ϕ_3 ——楔子直径, ϕ_4 ——辊轮直径, *——代表成品管材。

否则会使表面硬度下降产生变形影响制品表面质量。

(3) 旋压中间热处理

为研究中间热处理制度对旋压工艺和制品质量的影响, 进行了热处理制度试验。

首先, 对总加工率为 64% 的变形钨管选用不同温度, 均保温 1 小时中间退火, 通过对退火样品的晶粒度、硬度和金相检验来确定再结晶和消除应力退火温度。然后对按上述条件进行热处理的变形钨管, 在相同条件下继续旋压, 总加工率为 76.6%, 以便鉴定其加工性能和最终制品质量; 对加工性能的鉴定是以最终旋压成品率为主要指标。最后对制品性能做了初步的鉴定。试验结果列入表

表 6 经 64% 加工率变形钨管的中间热处理对最终产品性能的影响

热处理制度	未 退 火	消除应力退火	再结晶退火
密度, %	99.6	99.8	理论密度
硬度, HV	51.7	50.2	46.3
成品率, %	73.3	73.0	35.1

6, 图 9, 10 为各种退火温度下的硬度和晶粒度变化曲线, 图 11 是经不同中间热处理的变形钨管加工率与硬度的关系, 图 12 为其金相照片。

从图 9 可见, 退火温度在 1000~1200°C 及 1400~1700°C 之间, 硬度变化不大, 1800°C 开始明显降低。从显微组织看, 1000~1100°C 为加工组织, 1200~1250°C 再结晶开始, 1350°C 加工组织全部消逝, 但晶粒不均匀, 1400~1500°C 晶粒趋于均匀, 1600°C 晶粒明显长大。从而可知经 64% 变形的旋压钨管开始再结晶温度为 1200~1250°C, 完全再结晶温度定为 1400~1500°C。因而消除应力退火温度选为 1100°C, 从上述情况看到, 再结晶过程较长(1200~1500°C), 这主要与旋压加工使管坯表面产生较大变形量, 造成组

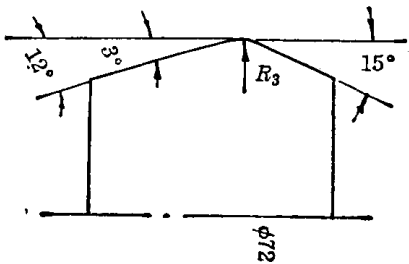


图 8 辊轮型面

织不均有关。

从表 6 看出, 再结晶退火使旋压加工性能明显降低, 旋压中如加热温度稍低, 将产生图 7 所示纵向开裂, 但如果加热温度增高 100°C 左右, 仍具有较好的加工性能。 1100°C 保温 1 小时退火和未经退火的管坯均具有较好的旋压加工性能。这一结果与文献中研究的结果基本相符; 为找出退火的临界温度(超过此温度就变脆), 他们对原始状态是经 80% 变形的旋锻钨棒, 在 $400\sim 2400^{\circ}\text{C}$ 温度下进行真空退火。试验结果表明: 在 $400\sim 1100^{\circ}\text{C}$ 退火对变形钨的塑脆转变温度并无影响, 当

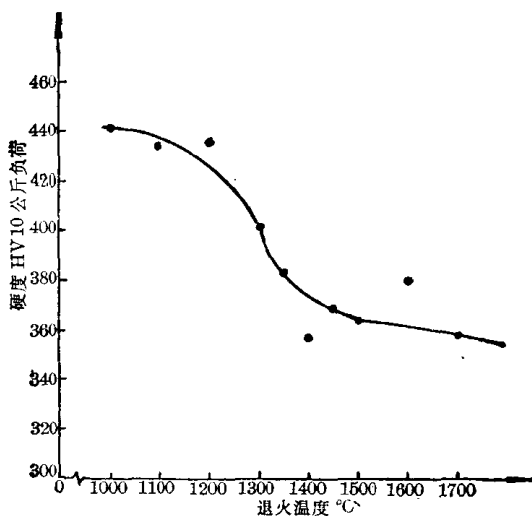


图 9 各种退火温度下的硬度 (HV) 变化曲线

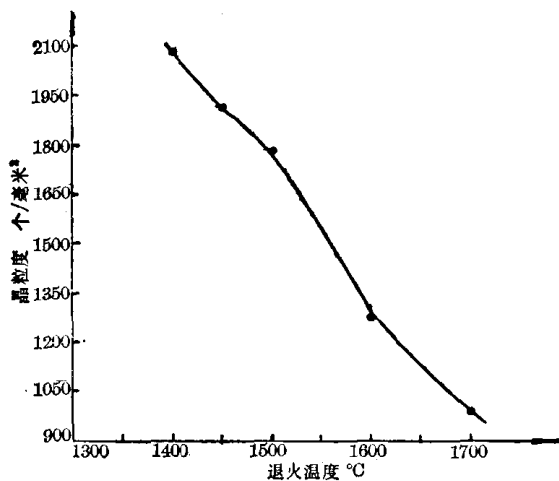


图 10 各种退火温度下晶粒度变化曲线

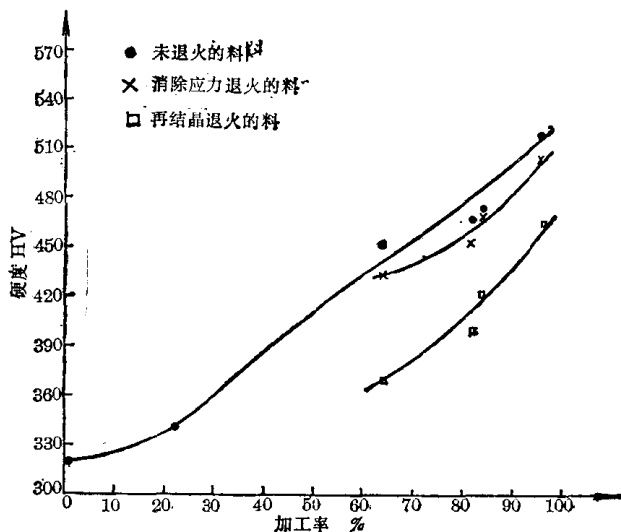


图 11 经不同中间热处理后的变形钨管的加工率与硬度的关系

退火温度超过 1100°C 时, 随退火温度升高, 变脆温度也在提高; 同时指出钨变脆过程可能是由于金属加热时发生的局部晶粒长大(再结晶过程)而引起的。

从表 6 还可看出, 三种中间热处理制度所得最终产品都具有较高的密度, 再结晶退火所得最终产品密度稍偏高, 但其硬度明显降低。从显微组织看, 中间未退火和经消除应力退火所得最终产品均具有均匀的加工组织, 中间经再结晶退火所得最终产品具有被拉长了的粗大晶粒组织。

三、产品性能检验

对产品做了密度、硬度(HV), 金相及成分分析, 并对尺寸公差做了一般的鉴定; 图 13 为其金相照片。结果表明: 粉末冶金法制备的管坯经 60~70% 加工率的旋压可使密度增加到 99.6%, 硬度由 HV 315 提高到 HV 452, 经 96% 加工率的旋压变形, 可使密度增加到 99.8%, 硬度提高到 HV 517。产品含氧量小于 0.01%, 氮含量小于 0.002%, 碳含量为 0.014%, 铁含量小于 0.0013%。