

# 金属粉末注射成型技术 在航空制造业的应用\*

## Application of Metal Powder Injection Molding Technology in Aviation Manufacturing Industry

北京科技大学材料科学与工程学院新金属材料国家重点实验室 臧若愚 曲选辉 尹海清  
北京航空材料研究院先进高温结构材料国防科技重点实验室 张国庆



臧若愚

山东省邹城市人, 硕士, 师从高温结构材料专家北京航空材料研究院张国庆教授, 粉末冶金专家北京科技大学曲选辉教授, 主要研究高温结构材料的粉末注射成形工艺。

现代航空工业的发展, 离不开高效强劲的发动机技术, 而发动机整体性能的表现, 取决于发动机材料的选择和加工方式。在航空燃气涡轮、舰船燃气涡轮、地面涡轮和火

利用粉末冶金注射成型技术制备 GH742y 合金零部件的工艺成为倍受关注的问题, 应根据混炼、注射、脱脂以及烧结等工艺过程对注射成型样品的影响, 制定合适的生产工艺, 以获得满足航空工业使用要求的高温合金材料。

箭发动机中, 高温合金扮演着关键角色, 先进航空发动机中高温合金材料的使用量已达到其总重量的 40% ~ 60%, 被喻为燃气涡轮的心脏<sup>[1]</sup>。金属粉末注射成型 (Metal Powder Injection Molding, 简称 MIM) 是将现代塑料注射成型技术与粉末冶金技术相结合而形成的一种零部件近净形成型新技术。

该工艺具有常规粉末冶金工艺工序少、无切削或少切削, 经济效益高等优点, 同时克服了传统工艺产生的材质不均匀、机械性能低、不易成形薄壁与复杂结构的缺点, 特别适合于大批量生产小型、复杂以及具有特殊要求的金属零件。国际上普遍认为金属粉末注射成型技术的发

展将会掀起零部件成形与加工技术的一场革命, 被誉为当今国际上“最热门的零部件成形技术”<sup>[2]</sup>。MIM 技术日臻成熟, 现已进入广泛推广和规模产业化阶段, 在航空、航天领域及兵器等军工领域的应用也突飞猛进。

航空及兵器工业中有很多异形复杂零部件, 以前采用机械加工、精密铸造或传统粉末冶金压制/烧结工艺获得, 但往往成本高, 加工道次多, 且尺寸、形状、性能不能完全令人满意, MIM 技术产生和发展以来, 已被应用制备了多种不同的兵器零部件, 包括集束箭弹、枪械、地雷、导弹等多种兵器零部件<sup>[3]</sup>。

GH742y 合金是目前研制的一

\* 教育部科技创新工程培育资金项目 (教技司 2004295 号); 教育部长江学者和创新团队发展计划 (12P407) 资助。

表1 合金化学成分及含量

$\omega / \%$

牌号	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	W	V
GH742y	58.696	13.95	11.12	4.56	3.06	2.79	2.72	2.42	0.62
GH742	62	9.0 ~ 11.0	13.0 ~ 15.0	4.5 ~ 5.5	2.4 ~ 2.8	2.4 ~ 2.8	2.4 ~ 2.8	< 0.20	< 0.20

表2 合金粉末的基本性质

形状系数	D10/ $\mu\text{m}$	D50/ $\mu\text{m}$	D90/ $\mu\text{m}$	平均粒度/ $\mu\text{m}$	分布斜度系数	松装密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	理论密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$
GH742y 母合金粉末	21.944	37.254	60.631	36.566	5.800	4.067	8.365

种新型航空发动机难变形涡轮盘镍基高温合金,通过在GH742的基础上对合金成分重新调整,形成复杂合金化的Ni-Co-Cr固溶体和 $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$ 型 $\gamma'$ 相,提高了固溶和时效强化效果,具有较高的室温和高温热强性<sup>[4]</sup>,但同时抗氧化能力下降,变形温度范围变窄,热加工变形抗力大。在我国现有工业条件下,传统的铸造变形工艺和粉末冶金工艺都很难生产出质量好、成本低GH742y合金零部件<sup>[5-7]</sup>。利用粉末冶金注射成形技术制备GH742y合金零部件的工艺成为倍受关注的问题,应根据混炼、注射、脱脂以及烧结等工艺过程对注射成型样品的影响,制定合适的生产工艺,以获得满足航空工业使用要求的高温合金材料。

### 确定工艺条件的试验情况

#### 1 原料制备

按照GH742y合金技术的条件要求,先在真空感应炉中熔炼出母合金锭坯,然后在其自行研制的雾化沉积装置中真空感应重熔,再雾化喷射成球形粉末。雾化制粉时液态金属的过热度为 $100^\circ\text{C} \sim 180^\circ\text{C}$ ,雾化介质为氮气,雾化压力为 $1.5\text{MPa} \sim 2.5\text{MPa}$ 。根据GH742y合金的成分,并与GH742的成分做对比,便于了解各元素调整对材料性能产生的影响。

GH742y母合金粉末的粒度分

析等基本物理性质见表2。从粉末的SEM形貌照片可以看出,在放大500倍时,颗粒形状绝大多数为球形,少数为近球形,个别颗粒是不规则形状;粒度大小分布虽然不很均匀,但粒径主要集中在 $10\mu\text{m}$ 和 $40\mu\text{m}$ 两个尺度附近;而且颗粒表面比较光滑,说明雾化制粉的效果非常好<sup>[8-11]</sup>。

根据测出的粉末平均粒度,并且已知颗粒为球形,可以计算其比表面积,通常采用克比表面( $\text{cm}^2/\text{g}$ )的形式来表示。经计算可知,该粉末集团的比表面积为 $196.16\text{cm}^2/\text{g}$ ,从而可以预测GH742y材料的烧结参数,因为表面能与比表面积成比例关系,而表面能是烧结致密化的驱动力。同时,还可以表示粉末颗粒间摩擦力的大小,高的比表面积表明单位质量或单位体积的粉末颗粒间有更多的接触面积,颗粒间的摩擦力也更大。

试验采用的粘结剂是以石蜡为基的热塑性粘结剂<sup>[12]</sup>,主要成分如下:石蜡 $\omega(\text{PW})=63\%$ ,高密度聚乙烯 $\omega(\text{HPE})=27\%$ ,硬脂酸 $\omega(\text{SA})=10\%$ 。

#### 2 喂料制备

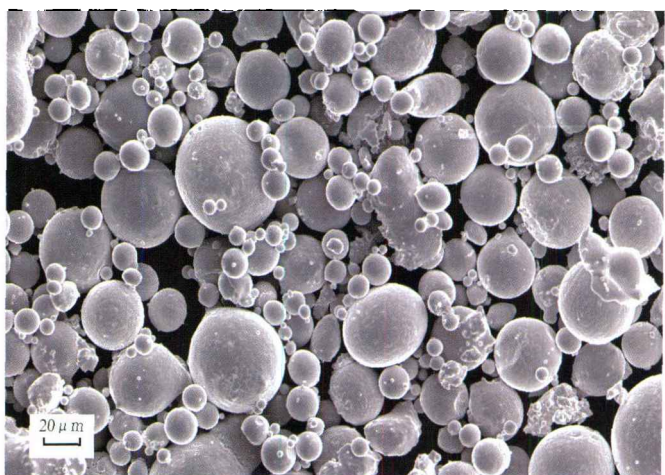
将配置好的粘结剂与母

合金粉末在SK-160型开放式双轴混炼机上进行混炼,混炼温度为 $150^\circ\text{C}$ ,混炼机的基本工作原理是利用2个轴辊之间相对的反向运动,通过转动和挤压产生的剪切力把金属粉末和粘结剂混合均匀。

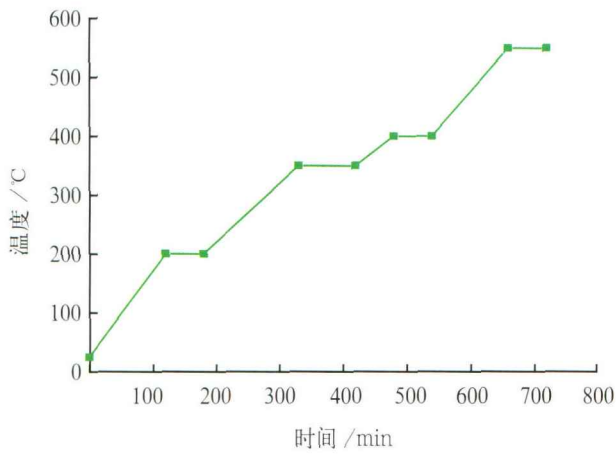
粉末的装载量对后续的注射工艺和烧结后产品的性能有很大影响。装载量过高,粉末和粘结剂不能很好地结合在一起,流动性不好,不利于注射成形;装载量过低,虽然喂料的流动性好,有利于注射成形的顺利进行,但是不利于注射产品形状的和烧结密度的提高<sup>[13]</sup>。试验初期确定了4种装载量,分别为 $v=58\%$ , $v=60\%$ , $v=62\%$ , $v=64\%$ ;通过后续的注射、脱脂和烧结致密度对比,确定 $v=62\%$ 的装载量是合适的工艺参数。

### 3 注射过程

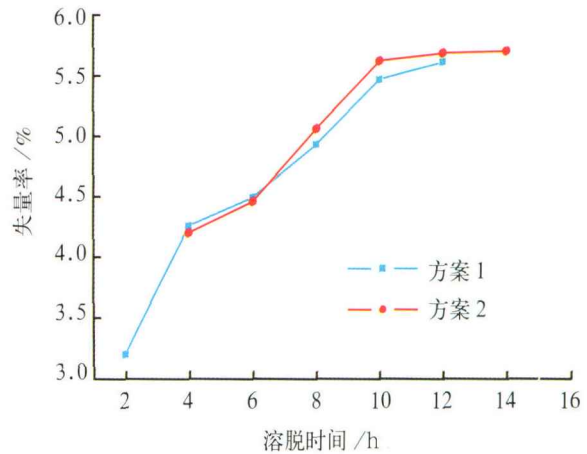
喂料在CJ-50E型震德注射成



GH742y母合金粉末SEM形貌



热脱脂升温曲线



失重率与溶脱时间的关系

型机上注射后得到成型坯。采用的模具是直径为10mm的圆棒状模具，注射机料筒内的加热线圈可以把喂料融化成为具有良好流动性的流体，在一定的注射压力下，喂料沿模壁逐渐充满模腔。当螺杆到达喷嘴后对喂料进行一定时间的保压，然后进行脱模，完成注射成型样品的制备。

#### 4 脱脂

采用Wiech- I工艺进行脱脂<sup>[14]</sup>，具体的做法分为2步。首先进行溶剂脱脂。将注射坯在三氯乙烯溶液中浸泡，脱去部分石蜡，将注射坯从三氯乙烯溶液中取出，放入烘干箱50°C保温3h，除去注射坯内部残存的溶液和水分等。

然后，进行热脱脂。除去剩余的蜡和高密度聚乙烯及硬脂酸。根据样品形状使用合适的烧舟盛放，把烧舟水平推入脱脂炉GLX1300中。热脱脂工艺主要是根据粘结剂中各有机成分的分解温度来确定的。脱脂过程通入流动的气氛，目的是保护样品粉末在脱脂高温阶段不易被氧化污染，并快速推动分解成气体的有机质排出炉腔。在试验初期分别选用了高纯Ar、高纯H<sub>2</sub>以及N<sub>2</sub>，试验结果表明高纯Ar的脱脂效果最好。

#### 5 烧结及热处理

烧结分别采用高纯Ar、高纯H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>气氛和真空环境，在不同温

度下进行。用阿米基德排水法测定试样的密度，使用光学显微镜观察组织，用扫描电子显微镜拍摄微观照片，并根据微观组织确定后续热处理工艺。

### 工艺条件分析

#### 1 溶剂脱脂时间的影响

溶剂脱脂速度是由各种因素决定的，包括粘结剂中可溶成分的含量、脱脂温度、时间等因素。石蜡基粘结剂在27°C的三氯乙烯环境中分解较快，这时，脱脂时间成为关键因素。

为了确定最佳的溶剂脱脂时间，该试验制定了2个方案。

方案1：制备6个质量、体积和形状都相同的成型坯，同时放入溶剂中，然后每隔2h取出一个试样烘干并称重，计算其失重率。可以看出，试样在前4h脱脂最快，从第6h到第10h脱脂较快，但速率逐步变小；到第10h以后脱脂速率明显降低，这说明试样里可分解成分基本脱除干净。

方案2：延长脱脂时间到14h，进一

步验证了脱脂时间与失重率的关系曲线，说明脱脂时间过短，粘结剂得不到充分的脱除；时间过长，生产效率会下降，不利于试样的保形，且剩余的极少量粘结剂可以在后面的热脱脂和烧结过程中除去。据此，可确定溶剂脱脂时间为10h，脱脂温度定为27°C。

#### 2 烧结温度的影响

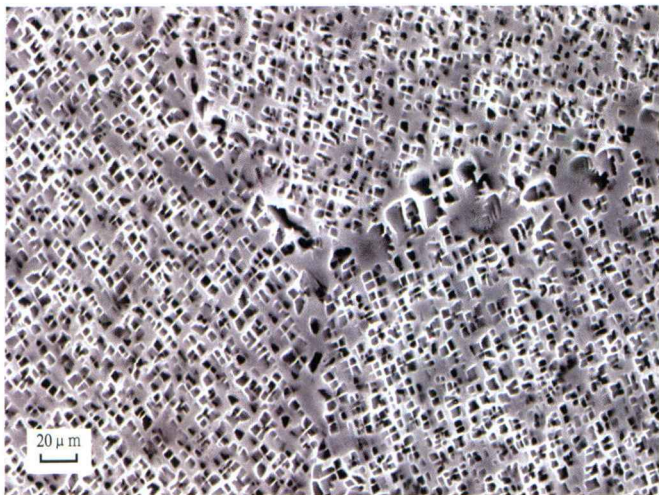
脱除粘结剂后的成型坯，强度和密度都很低，无法满足使用要求，需要尽快进行烧结致密化。根据注射成型烧结理论，合金粉末烧结过程中，低熔点组元部分熔化，会使每个颗粒内部均产生液相而迅速致密化，发生超固相液相烧结现象。而且原子运动的剧烈程度与温度成正比，

表3 烧结工艺与力学性能的关系

编号	烧结温度/°C	致密度/%	硬度/HRC
1	1260 (300m) ~ 1287 (30m)	97.6	35
2	1260 (360m)	93.9	33
3	1300 (180m)	98.5	38
4	1280 (180m)	97.4	36
5	1260 (180m)	88.8	32
6	1240 (180m)	74.6	30

表4 不同状态下材料的C、O含量

测试状态	$\omega(O)/\%$	$\omega(C)/\%$
母合金粉末	0.0062	0.0640
烧结后试样	0.0290	0.0680



烧结试样 SEM 显微形貌

因此,实现快速烧结,一般将烧结温度取在熔点附近。

该合金主要组元中 Ni 的熔点为 1453℃,Co 的熔点为 1492℃,Cr 的熔点为 1855℃,Mo 的熔点为 2622℃,烧结温度应在 1017℃~1453℃ 范围内,因为合金中还有  $\omega = 3.06\%$  的 Al,所以在此温度下已经可能产生极少量液相。为提高材料的致密度,必须控制烧结过程中的微观组织。根据文献介绍<sup>[15-16]</sup>,对粉末在低温下快速烧结,中温下缓慢加热,高温下短时保温,效果显著。综上所述,设计烧结温度如表 3 所示。

烧结结果表明,虽然表 3 中 3<sup>#</sup>工艺的试样致密度和硬度很高,但是由于烧结温度过高而发生熔化坍塌,无法保证最终的零件形状;2<sup>#</sup>、5<sup>#</sup>、6<sup>#</sup>的试样致密度和硬度过低,不能满足材料的力学性能标准;1<sup>#</sup>、4<sup>#</sup>烧结出的试样能得到较好的致密度和硬度值。考虑到烧结时间对生产成本

的影响,最终确定:以 9℃/min 升温到 1280℃,保温 3h,作为合适的烧结温度。

本试验使用 ZGS 高真空炉进行烧结,其真空度在  $10^{-4}$ MPa 范围内,烧结后的试样表面与原始粉末颜色相同,通过高频

燃烧——红外法分析碳含量,惰性气体——红外热导法分析氧含量,得到烧结前后碳和氧的残留情况。可以看出,烧结后材料内部的氧和碳含量都有少量增加,说明即使在较高的真空环境中,材料也会发生轻微的氧化,试样内部的粘结剂残留物可能加剧氧化程度。

### 3 材料的微观组织

高温烧结时,颗粒之间先形成烧结颈,孔隙随着温度的升高而逐渐收缩,闭孔受内表面张力的作用变圆,孔隙个数减少同时尺寸增大,边界逐渐融合。原来的颗粒形状也加以调整,形成一个个大的晶团,每个晶团内部分成许多个小晶粒。

晶粒的边界由不连续的第二相构成,利用 XRD 分析确定该相由具有复杂面心立方结构的  $M_6C$  组成,属于高温合金中存在的一种典型间隙相,多半以固溶形式存在,熔点在 1400℃。在基体  $\gamma$  相中占很大体积分数的第二相是花状  $\gamma'$  相,它是镍

基高温合金中常见的强化相,其化学组成是  $Ni_3Al$ ,属于面心立方的有序结构,熔点为 1378℃,有明显的时效硬化能力。其强化机理为:一方面,通过提高 APB 及各类层错能增加  $\gamma'$  相的切变应力引起强化,另一方面,通过提高  $\gamma'$  相的溶解温度及聚集长大的稳定性,使其本身强化不会减弱或消失。

根据许文勇等人<sup>[7]</sup>的试验研究得知,固溶处理对氮气雾化沉积 GH742y 合金材料的晶粒尺寸的影响很小,其极限晶粒尺寸约为 40  $\mu m$ ;另一方面  $\gamma'$  相平衡固溶温度在 1127℃ 左右,所以在注射成型 GH742y 合金材料的烧结工艺完成后,采用 1127℃ 保温 4h 固溶,将其作为标准的热处理工艺。

### 结论

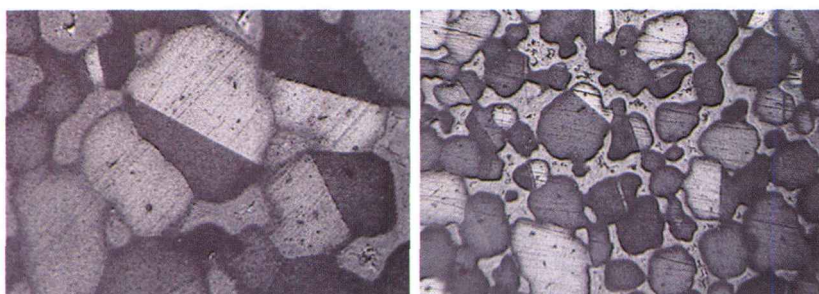
(1) 选择了一种适合 GH742y 合金材料注射成形的粘结剂体系:石蜡  $\omega$  (PW)=63%,高密度聚乙烯  $\omega$  (HPE)=27%,硬脂酸  $\omega$  (SA)=10%;并根据该体系制定了合适的脱脂工艺,在 27℃ 的三氯乙烯溶剂中浸泡 10h,分段升温到 550℃ 作为热脱脂过程。

(2) 烧结温度、气氛和时间对烧结样品的密度都有影响,本试验确定了合适的烧结工艺:以 9℃/min 升温到 1280℃,保温 180min,在真空度为  $10^{-4}$ MPa 环境中烧结,样品的密度达到 8.148g/cm<sup>3</sup>,致密度达到 97.4%。

(3) 烧结态的合金材料以  $\gamma$  相为基体,以共晶的  $\gamma'$  相为增强相,以  $M_6C$  为边界析出物,共同组成 30  $\mu m$ ~40  $\mu m$  的晶粒,产生高温强化效果;热处理制度为 1127℃ 固溶 4h。

注:本文有参考文献 16 篇,因篇幅所限,未能一一列出,读者如有需要,请向编辑部索取。

(责编 凌蓝)



(a) 100 倍下

(b) 40 倍下

金相显微组织试样图