

文章编号: 1004 - 0609(2004) 06 - 0907 - 05

# 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金的低温显微组织和力学性能<sup>①</sup>

房文斌<sup>1, 2</sup>, 王尔德<sup>1</sup>, 于 洋<sup>1</sup>

(1. 哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001; 2. 哈尔滨工业大学 复合材料研究所, 哈尔滨 150001)

**摘 要:** 分析了 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金的粉末冶金工艺特点及低温显微组织与力学性能, 给出了力学性能与温度的关系曲线。通过对合金拉伸试样断口的扫描电镜分析, 揭示了该合金低温力学性能与组织变化的微观本质。结果表明: 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金室温下具有较高的强度及一定的塑性; 该合金低温脆化的主要原因是由于屈服强度随温度的降低而增加, 钨颗粒过早解理及粘结相变形极小引起的; 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金的冷脆性转变温度在 - 50 ℃左右, 此时脆性断裂以钨颗粒的自身解理为主。

**关键词:** 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金; 低温显微组织; 力学性能; 脆化

中图分类号: TG 376.4; O 64.6

文献标识码: A

## Low temperature microstructure and mechanical properties of 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy

FANG Wenbin<sup>1, 2</sup>, WANG Er-de<sup>1</sup>, YU Yang<sup>1</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering,

Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China;

2. Institute of Composite Materials, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**Abstract:** The characteristics of powder metallurgy, low temperature microstructure and mechanical properties for 95W-5(Ni/Fe/Co) alloys were studied, the relation curves between mechanical properties and temperature were provided. After analyzing the tensile fracture of the alloy with SEM, the microscopic essential of diversification of this alloy was discovered by discussing low temperature microstructure and mechanical properties. The results indicate that the alloy has much higher strength and certain plasticity. The main reason for low temperature embrittlement is that the yield strength increases with temperature dropping, the tungsten particles cleave prematurely and the binding phases deform hardly. The transition temperature of 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy is about - 50 ℃, at which the embrittlement mainly results from the cleavage of tungsten particles.

**Key words:** 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy; low temperature microstructure; mechanical property; embrittlement

95W-5(Ni/Fe/Co) 高密度钨合金是用粉末冶金方法制得的, 工艺简单且具有许多优良的工程性能。随着尖端技术的发展和新的测试手段的应用, 有关高密度钨合金的研究相继出现了许多新工艺、新材料<sup>[1-4]</sup>。高密度钨合金具有密度高、抗拉强度和弹性模量高及良好的射线吸收能力、良好的导电

性及耐抗蚀性、较低的热膨胀系数, 在屏蔽和各种射线防御方面具有广泛的前景<sup>[5-8]</sup>。液相烧结 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金在室温下具有较高的强度和良好的机械加工性能, 相关的研究报道也较多<sup>[9, 10]</sup>, 但关于其低温显微组织和低温脆化的研究较少。文献 [11] 分析了 93WNiFe 在 473、293、213、183 和 77 K

① 基金项目: “十五”国防科学技术预研重点项目 收稿日期: 2003 - 06 - 02; 修订日期: 2004 - 03 - 08  
作者简介: 房文斌(1963 -), 男, 副教授, 博士。  
通讯作者: 房文斌, 博士; 电话: 0631 - 5687209; 0451 - 86418733; E-mail: fwmb@hit.edu.cn

温度下的旋锻及正火处理后试样的组织。本文作者采用热静液挤压工艺,在高挤压比、高挤压速度和确保优良产品质量的前提下,制备了钨合金棒材,为实际生产工艺奠定基础<sup>[3, 6, 8]</sup>。在高温下进行热静液挤压时,挤压力的降低一方面可以获取更大的挤压比,另一方面也带来了模具寿命的延长和设备选择范围的扩大。由于我国地势辽阔,南北气温相差较大,北方冬季野外温度有时低于 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,低温脆化的现象时常发生。为了确定95W-5(Ni/Fe/Co)合金能保持良好力学性能的最低温度,本文作者对95W-5(Ni/Fe/Co)合金的低温组织结构与相应的低温性能进行研究。

## 1 实验

实验用W粉是由 $\text{WO}_3$ 经四管还原炉两次还原制得的,纯度不小于99.9%,W粉平均粒度为 $3.3\sim 4.5\ \mu\text{m}$ 。

Ni粉选用羰基Ni粉,纯度不小于99.5%,其中主要杂质含量为: $w(\text{C})\leq 0.1\%$ , $w(\text{O})\leq 0.3\%$ , $w(\text{N})\leq 0.1\%$ ,平均粒度 $2.2\sim 3.6\ \mu\text{m}$ 。

Fe粉选用羰基Fe粉,纯度不小于99.9%,其中主要杂质含量为: $w(\text{C})\leq 0.1\%$ , $w(\text{O})\leq 0.3\%$ , $w(\text{N})\leq 0.1\%$ ,平均粒度 $5\sim 9\ \mu\text{m}$ 。

Co粉选用羰基Co粉,纯度不小于99.5%,其中主要杂质含量为: $w(\text{O})\leq 0.5\%$ , $w(\text{SiO}_2)\leq 0.03\%$ ,平均粒度 $1\sim 2\ \mu\text{m}$ 。

合金生产工艺如下:

1) 混粉 按95W-5(Ni/Fe/Co)质量分数比称取各种粉末,然后装入滚筒球磨机中。料球比为2:1,采用YG类硬质合金球,球的直径为 $10\sim 15\ \text{mm}$ ,球磨转速为 $36\sim 40\ \text{r/min}$ ,球磨时间为20 h。混粉出球磨机后过100目筛。

2) 冷等静压 将混好的粉装入 $2.5\sim 3.5\ \text{mm}$ 厚的塑料袋中,将其置于超高压室内进行冷等静压,保证压力不小于220 MPa。

3) 液相烧结及烧结后热处理 采用高温连续烧结,烧结温度为 $1\ 500\sim 1\ 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,推舟速度 $4\sim 5\ \text{mm/min}$ ,采用氢气保护。将液相烧结后的坯料在 $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温1 h后水淬。淬火后再在 $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的真空炉中退火5 h,然后快速冷却。

## 2 室温下的显微组织与性能

95W-5(Ni/Fe/Co)合金室温下为双相合金,它是由较软的粘结相及硬的钨晶粒所组成<sup>[9]</sup>,电子探针测得各相的成分如表1所示。

表1 95W-5(Ni/Fe/Co)合金室温相成分

**Table 1** Phase composition of 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy at room temperature (mass fraction, %)

Phase composition	w(W)	w(Ni)	w(Fe)	w(Co)
Tungsten particles	97.7	1.5	0.8	0
Binding phases	23.2	53.6	20.7	2.4

在电子拉伸试验机上测得95W-5(Ni/Fe/Co)合金室温下的拉伸性能为: $\sigma_{0.2}=669.3\ \text{MPa}$ , $\sigma_b=913.4\ \text{MPa}$ , $\delta=15.4\%$ 。图1为该合金室温拉伸断口的显微组织。断裂方式包括:1)沿W-W接触界面断裂;2)沿W和粘结相界面断裂;3)粘结相内断裂;4)W颗粒解理断裂。钨颗粒的解理源发生在相界处,如图2所示。从图2还可以看到,发生解理的钨颗粒大部分都碎裂。这是由于室温下钨颗粒的变形十分有限,粘结相发生塑性变形而在钨颗粒与粘结相的界面产生附加应力,并导致钨颗粒产生一定的塑性变形以便与界面处的粘结相变形相协调。当这一附加内应力超过钨颗粒的强度极限时,钨颗粒发生碎裂<sup>[10]</sup>。

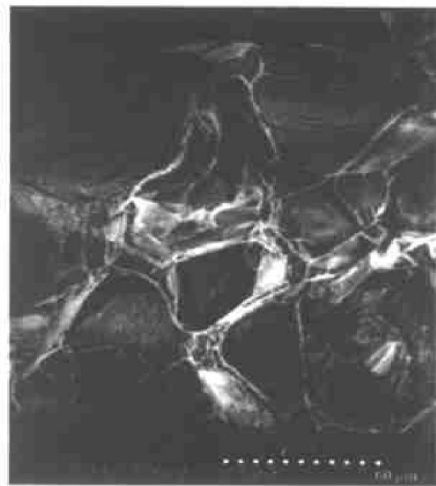


图1 室温拉伸断口形貌

**Fig. 1** SEM image of tensile fracture at room temperature

## 3 低温拉伸断口组织与性能

95W-5(Ni/Fe/Co)合金的低温性能是在AG-5000A型自动电子万能试验机上测试的,测试温度在 $0\sim -50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间,制冷介质为液氮加少量的酒



图 2 室温下钨颗粒解理形态

Fig. 2 SEM image of cleavage of tungsten particles at room temperature

精, 拉伸速度为 2 mm/min。95W-5(Ni/Fe/Co) 合金在不同温度(低温)下的拉伸性能测试结果见表 2。

表 2 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金低温拉伸强度

Table 2 Tensile strength of 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy at low temperature

Temperature/ °C	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\sigma_b$ /MPa	$\delta$ /%
0	759.1	973.0	12.0
-10	759.5	990.0	9.8
-20	769.0	982.5	9.0
-30	818.5	1 027.0	8.8
-40	880.0	1 045.0	8.2
-50	886.0	1 063.0	4.0

拉伸性能与温度的关系曲线如图 3 和图 4 所示。为了便于对比分析, 将该合金在室温下的性能一并画在图中。从图 3 和图 4 可知: 该合金低温下的屈服强度  $\sigma_{0.2}$  及断裂强度  $\sigma_b$  均随温度的降低而升高。此外,  $\sigma_{0.2}$  与  $\sigma_b$  的差值随温度的降低而减小, 这是体心立方难熔金属的特性, 宏观上表现为合金的塑性随温度的降低而降低, 如图 4 所示。这是因为随温度的下降, 钨颗粒的变形逐渐被抑制, 从而导致钨合金低温塑性降低。从变形机理上看, 低温塑性降低和高应变率导致塑性降低相似<sup>[11]</sup>。

图 5 所示为该合金在 0~ -50 °C 温度下的拉伸断口形貌。从断口形貌可以看出: 随着拉伸温度的降低, 钨颗粒发生解理断裂的数量增加, 而粘结相

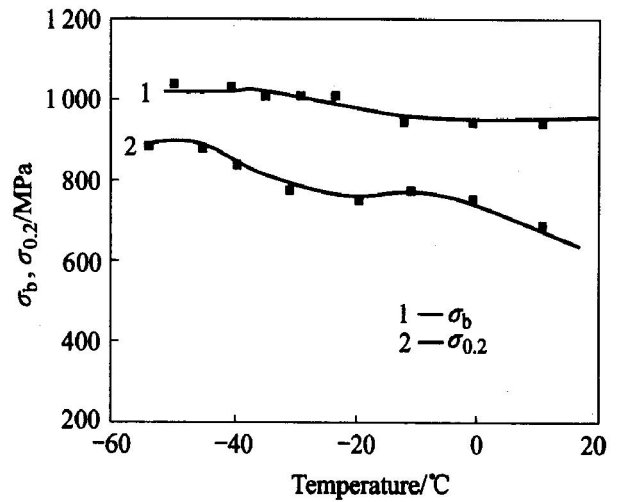


图 3 低温时合金  $\sigma_{0.2}$  及  $\sigma_b$  与温度的关系曲线

Fig. 3 Relation curves of  $\sigma_b$  and  $\sigma_{0.2}$  with temperature at low temperature

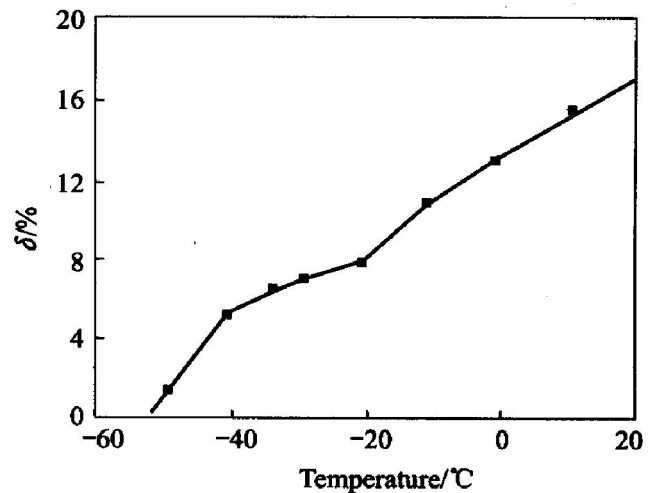


图 4 低温时 95W-5(Ni/Fe/Co) 合金延伸率  $\delta$  与温度的关系

Fig. 4 Relation of tensile elongation with temperature at low temperature

的撕裂韧窝则变浅变小。虽然低温下有相当数量的钨颗粒发生解理, 但这种发生解理的钨颗粒并未发生塑性变形。这是由于低温下钨颗粒的屈服应力较高, 而且大于钨颗粒的解理应力。钨颗粒的解理断裂发生在钨颗粒屈服之前。钨颗粒的解理是弹性应力作用的结果, 即所谓的应力诱导解理<sup>[12]</sup>。所以, 该合金在低温下呈现极低的塑性。从图 5(e) 和 5(f) 可以看出, -40 °C 时, 断口中还有少量的韧窝, 而 -50 °C 时, 粘结相的撕裂变形完全消失, 这是由于钨颗粒过早的解理限制了粘结相的变形。随温度的降低, 钨颗粒解理的比例逐渐增大, 解理的形状也逐渐发生变化, 由平坦的扇状向曲折状转变。这说明钨合金存在明显低温韧-脆转化现象, 即钨合金

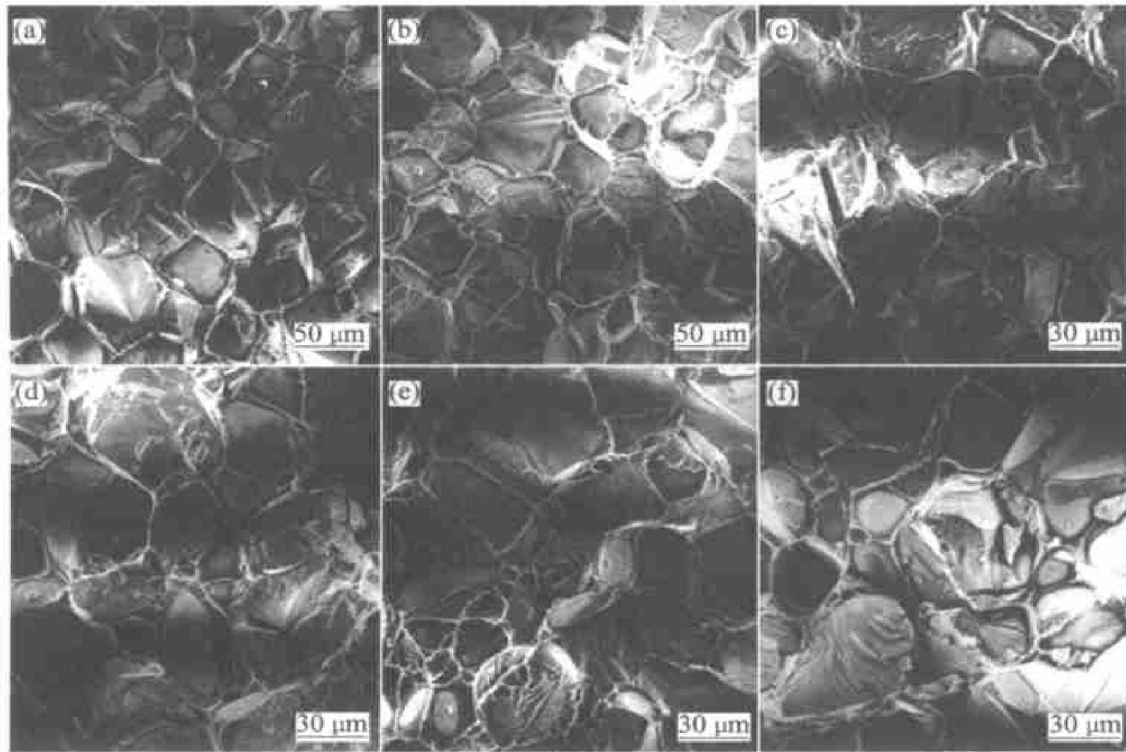


图5 不同温度下的拉伸断口形貌

Fig. 5 SEM images of tensile fracture at different temperatures  
(a)  $-0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (b)  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (c)  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (d)  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (e)  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (f)  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$

断裂方式由高温时钨颗粒与粘结相界面的韧性断裂向低温时钨颗粒自身解理的脆性断裂转变。

95W-5(Ni/Fe/Co)合金低温脆化的主要原因是屈服强度随温度的降低而增加,钨颗粒过早解理,粘结相变形极小。材料的晶体结构愈复杂,对称性愈差、位错运动的派—纳力愈高,位错滑移愈困难,尤其是这类材料的派—纳力随温度的降低而增加的效应更显著,对屈服强度的影响更大,故这类材料的冷脆性最明显<sup>[13-16]</sup>。体心立方及密排六方金属及其合金属于这一类。而面心立方金属及其合金的派—纳力较小,对位错运动几乎没有影响,所以,这类材料没有明显的冷脆性。从95W-5(Ni/Fe/Co)合金断口组织可以看出: $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,粘结相的撕裂变形完全消失,此时以钨颗粒自身解理的脆性断裂为主,因此95W-5(Ni/Fe/Co)合金的冷脆性转变温度在 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右。此外,减小杂质元素的界面偏析及细化晶粒均可提高这类合金的塑性,降低冷脆性转变温度。

## 4 结论

1) 95W-5(Ni/Fe/Co)合金是由钨颗粒(BCC)及粘结相(FCC)组成的双相合金,室温下该合金具有较高的强度,塑性较差。

2) 95W-5(Ni/Fe/Co)合金的屈服强度随温度的降低而增加,钨颗粒过早解理,粘结相变形极小是该合金低温脆化的主要原因。

3) 95W-5(Ni/Fe/Co)合金的冷脆性转变温度在 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右,此时脆性断裂以钨颗粒的自身解理为主。

## REFERENCES

- [1] German R M, Bourguignon L L. Analysis of high tungsten content heavy alloys[J]. Powder Metallurgy in Defense Technology, 1985, 6: 117-131.
- [2] Walsh J M, Donachie M J. On a new intermetallic phase in the Nickel-Tungsten system[J]. Metallurgical Trans, 1973, 4(12): 2854-2856.
- [3] 范景莲, 黄伯云, 汪登龙, 等. 纳米钨合金粉末的制备技术[J]. 稀有金属材料与工程, 2001, 30(6): 401-405.  
FAN Jing-lian, HUANG Bai-yun, WANG Deng-long, et al. Preparation technology of nanometer size refractory high density tungsten based alloy composite powders[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2001, 30(6): 401-405.
- [4] German R M. Microstructure limitations of high tungsten content heavy alloys[J]. Journal of Metals, 1985, 37(8): 36-39.

- [5] Raynor G V, Rivlin V G. Critical evaluation of constitutions of certain ternary alloys containing iron, tungsten, and a third metal[J]. *International Metals Reviews*, 1981, 4: 213 - 236.
- [6] LIANG Guo-xian, WANG Er-de. Influence of hot extrusion on microstructure and mechanical properties of tungsten based heavy alloy[J]. *Materials Science and Technology*, 1996, 12: 1032 - 1034.
- [7] Kim Y S, Park J K, Yoon D N. Liquid flow into the interior of W-Ni-Fe compacts during liquid phase sintering[J]. *The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, 1985, 21(1): 29 - 34.
- [8] Donnell R G O, Woodward R L. The composition and temperature dependence of the mechanical properties of tungsten alloys[J]. *Metall Trans*, 1990, 21A: 744 - 748.
- [9] LIANG Guo-xian, WANG Er-de. Formation of amorphous phase in an extruded 93W-7(Ni/Fe/Co) alloy[J]. *Materials Letters*, 1995, 23: 295 - 297.
- [10] Zukas E G. Unusual spheroid behavior during liquid phase sintering[J]. *The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, 1977, 13(1): 27 - 37.
- [11] 唐长国, 朱金华. 钨合金低温塑性降低机理及断口分析[J]. *稀有金属*, 1999, 23(1): 16 - 19.  
TANG Chang-guo, ZHU Jir-hua. Micro-mechanism and fractograph of low temperature induced plasticity decreasing of tungsten alloy[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 1999, 23(1): 16 - 19.
- [12] FANG Werr-bin, WANG Er-de. Microstructure and mechanical properties of high density tungsten alloy and its influence factors[J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2003, 13(S1): 75 - 79.
- [13] 钢铁研究总院. 难熔金属断口分析图谱[M]. 北京: 科学出版社, 1978. 60 - 109.  
General Iron and Steel Research Institute. A Collection of Illustrative Plates Atlas for Fracture Analysis Based Immiscible Metals[M]. Beijing: Science Press, 1978. 60 - 109.
- [14] 徐英鸽, 朱金华. 钨合金力学性能及断口形貌的温度效应[J]. *西安交通大学学报*, 2001, 35(7): 755 - 758.  
XU Ying-ge, ZHU Jir-hua. Temperature effects on the mechanical properties and fracture surfaces of tungsten alloy[J]. *Journal of Xi'an Jiaotong University*, 2001, 35(7): 755 - 758.
- [15] WANG Er-de, FANG Werr-bin. Effect of temperature on high temperature plasticity of 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy[J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2003, 13(S1): 71 - 74.
- [16] FANG Werr-bin, WANG Er-de, YU Yang, et al. Precipitation of an extruded 95W-5(Ni/Fe/Co) alloy at 300~600 °C and its influence on high temperature plasticity[J]. *Mater Sci Eng A*, 2004 A374: 234 - 238.

(编辑 何学锋)