

HIP-Re 组织及力学性能

石 刚 贾文军 崔 鹏

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 采用粉末冶金热等静压技术制备了 HIP-Re 纯铼材料,分析了不同热处理状态对材料微观结构及室温和高温性能的影响。结果表明,热处理温度对材料拉伸性能影响较大,经 1 800℃/1.5 h 真空处理 HIP-Re 抗拉强度达到 1 196 MPa,伸长率为 19.1%;2 000℃ 抗拉强度达到 69 MPa,伸长率达 17% 以上。粉末冶金铼的晶粒组织多为 2~8 μm 细小等轴晶,HIP-Re 断裂方式为沿晶断裂与穿晶断裂共同作用,高温断裂方式为晶间断裂与滑移断裂,在拉伸形变过程中,Re 材料内部产生了大量协变的裂纹及微孔,裂纹扩展连接导致断裂。

关键词 铼,热等静压,粉末冶金,微观组织,拉伸性能

Microstructure and Mechanical Properties of HIP-Re Metal

Shi Gang Jia wenjun Cui Peng

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Pure HIP-Re metal were prepared by powder metallurgy HIP method, and the microstructure and tensile properties at room temperature and 2 000℃ of specimens after different heat treatment procedure. It can be found that different heat treatment procedures affect the resulting tensile properties significantly. The results indicate HIP-Re specimens heating treatment of 1 800℃/1.5h exhibit the greatest ultimate strength and elongation with 1 196 MPa and 19.1% at room temperature, the high temperature 2 000℃ tensile properties of 69 MPa and 17%, respectively. The PM Re metal microstructure exhibit fine and equiaxed grains with the size of 2 to 8 μm, a mixtured of intergranular and transgranular fracture is observed for HIP-Re metal fractured at room temperature, and the dominant fracture mechanism at high temperature in the HIP-Re metal are intergranular fracture and slip during deformation with a lot of porosity and micocracks occurring.

Abstract Re, HIP, Powder metallurge, Microstructure, Tensile properties

0 引言

Re 为密度 21.02 g/cm³ 的稀散难熔金属,熔点为 3 180℃。Re 材料性能优异,2 200℃ 时抗拉强度可保持在 40 MPa 以上,从极高温立即转入低温,其固态结构不发生变化,从低温到高温都能保持塑性,其蠕变性能极佳,适于超高温和强热震工作环境;Re 在高温下耐热冲击性能好,发动机铼喷管在 2 200℃ 能够承受 10⁵ 次热疲劳循环而不失效;抗腐蚀性能好,对除氧气之外的大部分燃气能够保持比较好的化学惰性,不会被热氢气腐蚀。Re 具有一系列优异特性,广泛应用于航空航天、电子、石化等行业^[1-6]。

Re 的制备工艺主要为粉末冶金法(PM)、化学气相沉积法(CVD)、电沉积法(EF)等^[7-14]。粉末冶金

Re 材构件制备又细分为粉末烧结法、热等静压法和粉冶冷轧法,一般 Re 丝和 Re 片用粉末冶金法加工后经多次冷轧成形^[10-11]。CVD 与 EF 多用来沉积 Re 涂层及过渡层、制备 Re 管薄壁件^[12-13]。国外在粉末冶金制备 Re 方面具备较好的研制基础,对材料的组织及力学性能有较全面的分析,并且材料已经达到了应用状态,国内尚未对粉末冶金 Re 组织性能进行系统分析。本文对粉末冶金热等静压致密化纯 Re 的微观组织以及室温、高温力学性能进行研究,分析了不同热处理状态对材料组织及性能的影响。

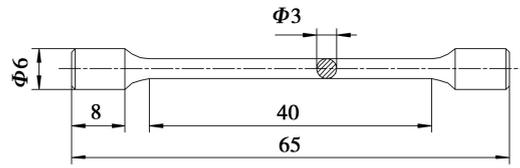
1 实验

以氢还原高纯 Re 粉末(纯度大于 99.99%)为原材料,通过粉末冶金热等静压致密化方法制备 HIP-

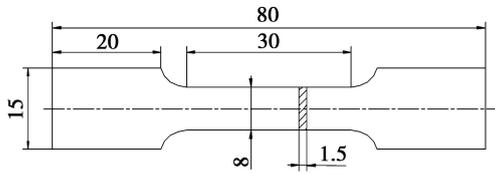
收稿日期:2011-11-21

作者简介:石刚,1975 年出生,博士,高级工程师,主要从事粉末冶金材料的研究。E-mail:shi-gang@126.com

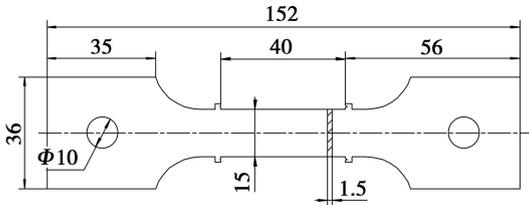
Re 材料,获得的 Re 致密度大于 99%,利用线切割取
样并加工成拉伸试样,试样尺寸如图 1 所示。Re 试
样分别经 1 500℃/0.5h、1 800℃/1.5 h 高真空加热
处理,真空度优于 3×10^{-3} Pa。



(a) 室温棒状拉伸试样



(b) 室温板状拉伸试样



(c) 高温板状拉伸试样

图 1 Re 拉伸试样示意图

Fig.1 Schematic drawing of HIP-Re tensile specimen

测试 HIP-Re 力学性能,室温拉伸性能按 GB/T228—2002,加载速率为 2 mm/min;2 000℃ 拉伸性能按 DqES383—2001,试样在高纯氩气保护下,加载速率为 5 mm/min。通过扫描电镜观察断口形貌及变形微观组织。

2 结果与讨论

2.1 热处理对 HIP-Re 拉伸性能影响

不同处理状态 HIP-Re 试样进行室温拉伸试验,其性能数据见表 1。可见,未经热处理 HIP-Re 试样的强度高于 1 000 MPa,伸长率较低;1 500℃/0.5 h 真空热处理未能改善 HIP-Re 力学性能,强度与塑性略有降低;随热处理温度升高,1 800℃/1.5 h 真空热处理 Re 抗拉强度略有提高,屈服强度降低,而伸长率显著提高,最高可达到 19.1%,表现为室温塑性。同时,从不同形状 Re 试样拉伸试验数据发现,在热处理状态下,试样形状对材料力学性能影响不大,均获得较佳的强度及室温塑性,而在未经热处理状态下,与线切割制备的板状 Re 试样相比,车加工制备棒状试样由于表面的加工硬化程度相对较高,Re 塑性指标较低。

由室温性能数据可知热处理条件对粉末冶金 HIP-Re 的力学性能影响较大,这是由于 Re 加工硬化速率大、再结晶温度高,一般再结晶退火温度为 1 225 ~ 1 625℃^[11,14],1 800℃ 热处理高于再结晶退火温度,使得 Re 晶粒组织得到充分再结晶,同时提高 HIP-Re 晶粒组织间的冶金结合能力,减少或消除残余应力及材料加工过程中的加工硬化,材料抗拉强度及塑性均有提高。因此,通过选择合适的热处理条件可有效改善粉末热等静压 Re 材料性能,获得室温抗拉强度高于 1 070 MPa、伸长率大于 15% 综合性能良好的 Re 材料。

表 1 HIP-Re 试样拉伸性能

Tab.1 Tensile properties of HIP-Re specimen

热处理状态	形状	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ_5 /%
未处理	棒状	1060	830	3.6
	板状	1026	686	9.3
1500℃/0.5 h	棒状	1002	688	-
		908	800	1.3
	板状	878	735	0.9
		983	859	0.4
1800℃/1.5 h	棒状	1070	529	18.3
		1091	425	15.9
	板状	1180	562	-
		1196	576	19.1

对不同热处理状态 Re 试样进行 2 000℃ 拉伸性能测试,结果见表 2。可以看出,真空热处理对 HIP-Re 试样 2 000℃ 抗拉强度略有改善,但两种热处理状态下试样高温性能差距不大,2 000℃ 抗拉强度均达到 69 MPa 以上,屈服强度达到 60 MPa 左右,伸长率达 17% 以上。由于测试温度 2 000℃ 远高于热处理温度,在高温状态下材料即处于退火状态,因此力学性能基本相当。

表 2 HIP-Re 试样 2 000℃ 拉伸性能

Tab.2 Tensile properties of HIP-Re specimen at 2 000℃

热处理状态	温度/℃	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ_5 /%
未处理	2000	61.5	54.2	23.2
1500℃/0.5h	2000	69.8	60.7	18.6
	2000	69.5	59.3	17.8
1800℃/1.5h	2000	69.1	-	17.4

2.2 断口分析

不同热处理状态 HIP-Re 试样拉伸断口形貌如图 2 所示,可以观察到裂纹源、放射线、剪切唇等断裂特征。断口形貌放大 2 000 倍观察微观结构,发现未处理与 1 500℃ 热处理低伸长率(3.6%、0.4%) Re 试

样的断口处晶粒多呈冰晶状细小等轴晶,晶粒尺寸约 2~8 μm ,沿晶粒边界多有微孔、裂纹分布,多为沿晶断裂,有少量晶粒整个被拉断形成穿晶断裂,呈脆性断裂特征。随着处理温度的提高,1 800 $^{\circ}\text{C}$ 真空热处理 Re 试样的断口发现有韧窝,穿晶断裂比例增大,拉伸出现的微孔、裂纹分布较少,呈现塑性断裂特征。

说明 Re 室温拉伸断裂方式为沿晶断裂与穿晶断裂共同作用,1 800 $^{\circ}\text{C}$ 真空热处理后材料晶粒间冶金结合能力增强,表现为 Re 材的强度高、塑性好,与测试的力学性能相符合,经热处理 HIP-Re 具备良好的综合力学性能。

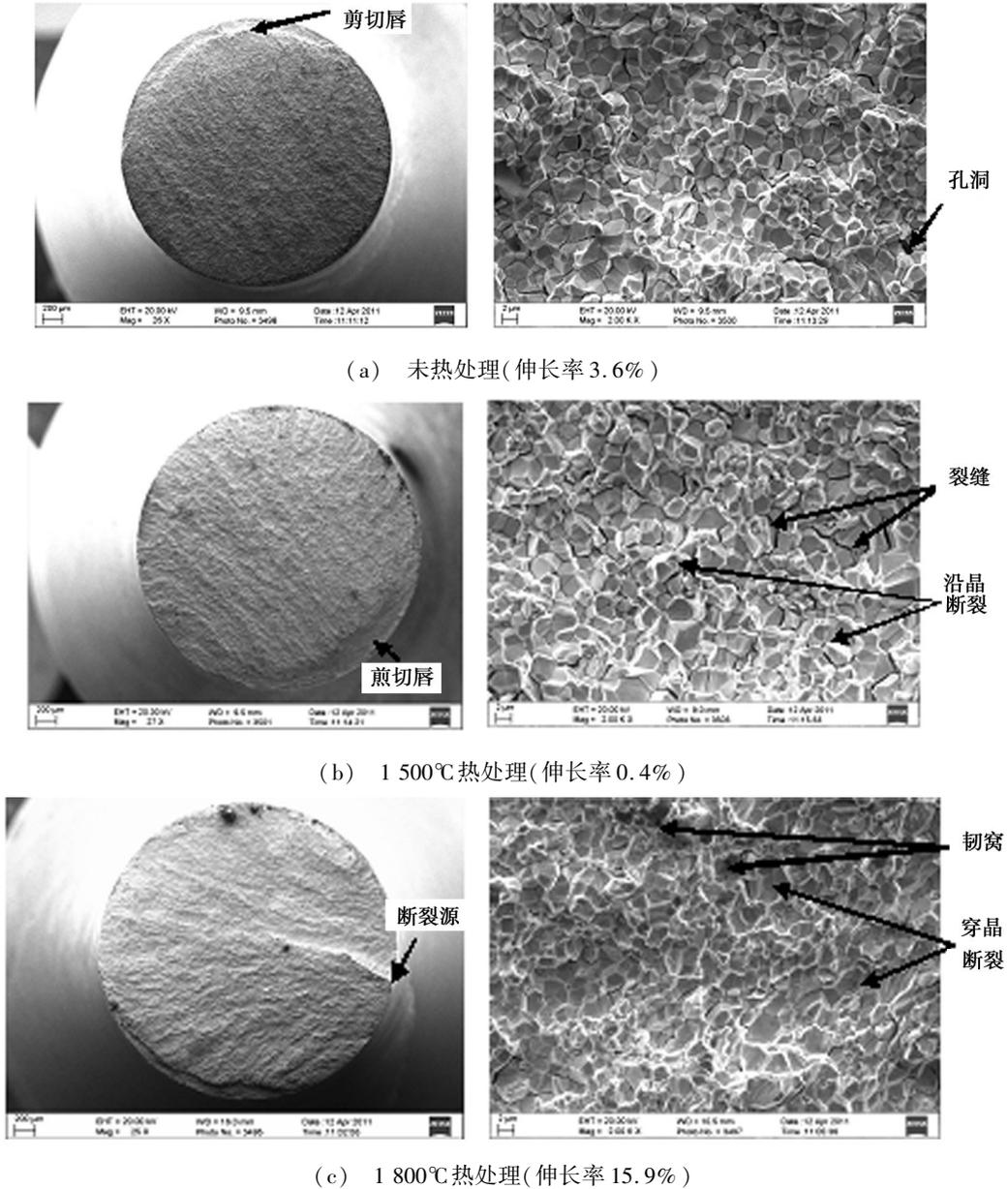


图 2 不同热处理状态 HIP-Re 试样拉伸断口形貌

Fig. 2 Fracture surfaces of HIP-Re tensile specimens at different heat treatment condition

未热处理、1 500 $^{\circ}\text{C}$ 真空处理及 2 000 $^{\circ}\text{C}$ 高温拉伸 HIP-Re 试样断口见图 3、图 4。图 3 为未处理 HIP-Re 试样高温拉伸断口正面 SEM 图,从断口形貌放大 3 000 倍观察微观结构可见,断口分布较多疏松微孔、裂纹,断裂主要沿粉末原始颗粒边界和晶界,晶粒表面不完整呈现断裂纹理特征,断裂扩展纹理为晶粒滑移迹象^[15],断裂处颗粒松散,颗粒直径 2~10 μm 居多。图 4 为 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 真空处理 HIP-Re 试样 2 000 $^{\circ}\text{C}$

拉伸断口,观察发现断口分布微孔、裂纹较少,断裂处晶粒连接紧密,观察到穿晶断裂面,多数晶粒上有明显的断裂裂纹扩展纹理,断口呈现晶粒滑移断裂。说明 Re 高温拉伸断裂方式为晶间断裂与滑移断裂,真空 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 以上热处理能够提高 HIP-Re 晶粒间结合力,热处理后 Re 高温力学性能有所提高,从侧面反映出 HIP-Re 未热处理 Re 材料组织欠缺冶金结合,可进一步提高致密化温度使粉末颗粒间充分扩散,提

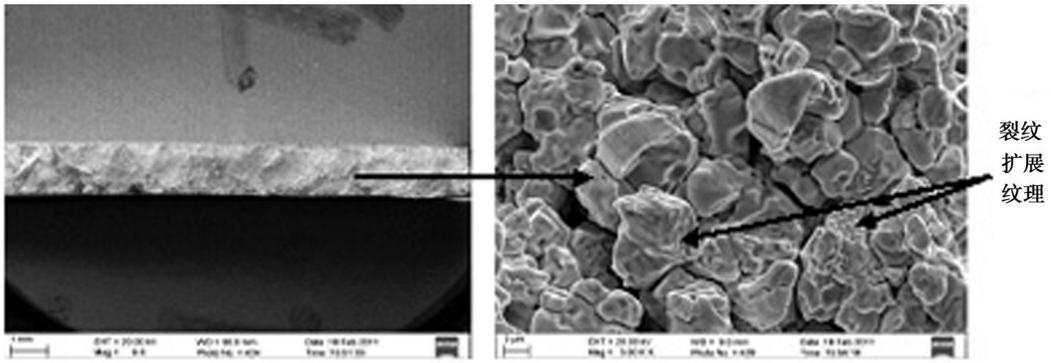


图 3 未热处理 HIP-Re 试样 2 000℃高温拉伸断口形貌

Fig. 3 Fracture surfaces of HIP-Re high temperature tensile specimens at 2 000℃

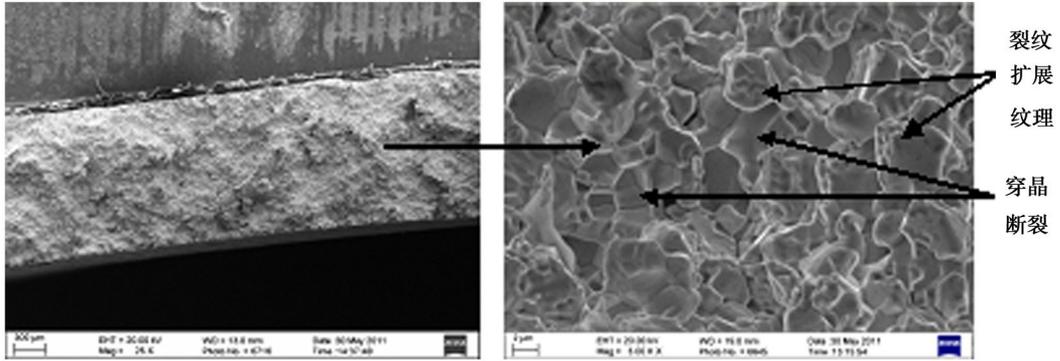


图 4 1 500℃热处理 HIP-Re 试样 2 000℃高温拉伸断口形貌

Fig. 4 Fracture surfaces of HIP-Re high temperature tensile specimens heat treated at 1 500℃

Re 试样 2 000℃拉伸断口端沿中线剖切,横截面金相组织如图 5 所示,可观察到沿断口横截面临近断口位置金相组织中疏松微孔、裂纹较多,分布密集且相互连接线较长;随着远离断口,拉伸微孔、裂纹分布数量减少,连接线变短,据断口约 10 mm 处仍有较多

微孔分布,表明试样在拉伸过程中整体有大量形变,形变区 Re 试样体内产生了大量协变的微孔、裂纹。结合 HIP-Re 试样拉伸断口分析,说明 HIP-Re 断裂为晶界及粉末原始颗粒边界处优先产生微孔,微孔扩展连接为裂纹进而导致材料断裂。

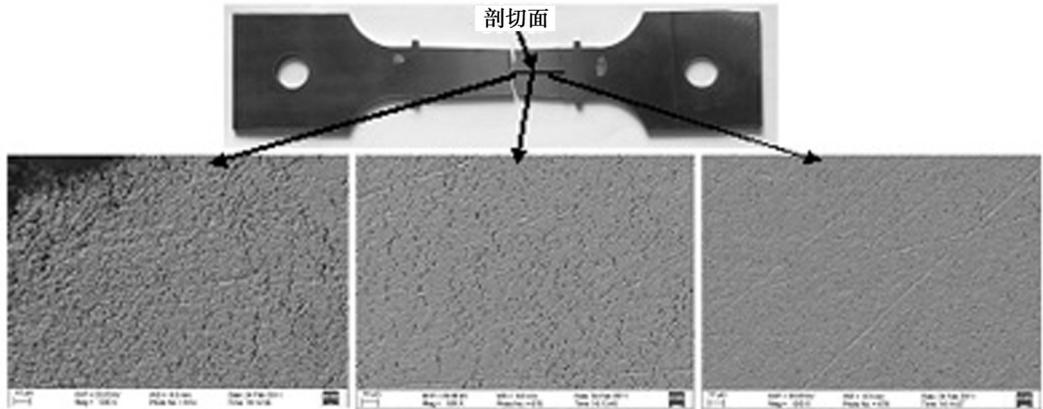


图 5 高温 HIP-Re 试样断口横截面不同位置金相 SEM 图

Fig. 5 SEM images of cross-section micrographs of HIP-Re specimens in different locations after during high temperature tensile test

3 结论

(1)热处理条件对 HIP-Re 的室温及高温力学性能有较大影响,经 1 800℃/1.5 h 真空处理 HIP-Re 获得较佳力学性能,抗拉强度达到 1 196 MPa,伸长率为 19.1%;2 000℃抗拉强度大于 69 MPa,伸长率达

到 17% 以上。

(2)HIP-Re 的晶粒组织多为 2 ~ 8 μm 细小等轴晶,通过合适的热处理条件,可有效提高粉末冶金 Re 晶粒间的冶金结合能力,获得综合力学性能良好 HIP-Re 材料。

(3)HIP-Re 拉伸断裂方式为沿晶断裂与穿晶断裂共同作用,高温拉伸断裂方式为晶间断裂与滑移断裂,拉伸形变区 Re 材料内部产生了大量协变的裂纹及微孔,裂纹扩展连接导致断裂。

参考文献

[1] Biaglow James A . Rhenium material properties [C]. AIAA 95 - 2398, 31st AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 1995

[2] Biaglow James A . High Temperature Rhenium Material Properties [C]. AIAA 98-35195, 1998

[3] Chazen Melvin L . Materials property test results of rhenium [C]. AIAA 95 - 2938, 31st AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 1995

[4] 王海哲, 杨盛良. 铼的特性、应用及其制造技术[J]. 中国稀土学报, 2005, 23: 189-193

[5] 张文钺. 铼的生产与应用研究进展[J]. 中国铝业, 2008, 32(4): 5-12

[6] 李来平, 吴贤, 张文钺, 等. 铼的提取与应用研究现状[J]. 矿业快报, 2008, 474(10): 10-13

[7] Leonhardt T, Hamister M, Carlen J. Near net shape powder metallurgy rhenium thruster [C]. AIAA 2000 - 3132, 36th AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 2000

[8] Hickman R, McKechnie T, Agarwal A . Net shape fab-

rication of high temperature materials for rocket engine components [C]. AIAA 2001-3435, 37th AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 2001

[9] Kratt E, Samarov V, Khaykin R. New technological possibilities of manufacturing complex shape chamber for low thrust engine by hip from Re powder [C]. AIAA 99-2753, 35th AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 1999

[10] 黄金昌. 铼粉末冶金件的应用[J]. 新材料、新工艺, 2002(4): 15-16

[11] 杨尚磊, 陈艳, 薛小怀, 等. 铼(Re)的性质及应用研究现状[J]. 上海金属, 2005, 27(1): 45-49

[12] 李靖华, 胡昌义, 高逸群. 化学气相沉积法制备铼管的研究[J]. 宇航材料工艺, 2001, 31(4): 54-56

[13] 宁建华. 电铸成型的 Ir/Re 火箭发动机燃烧室[J]. 特种加工技术, 2001: 260-263

[14] Todd Leonhardt, Carlen Jan C. Deformation hardening and process annealing as fundamental elements in rhenium forming technology [C]. AIAA 98-3353, 34th AIAA /ASME /SAE /ASEE Propulsion Conference, 1998

[15] Robinson A C, Zhang X J, Heureux P B L, etc. A study on the tensile and fracture toughness behavior of pure rhenium metal [C]. NSWCCD-61-TR-2006/01, 2006

(编辑 任涛)

大尺寸薄壁储箱制造技术

为满足空间试验室和未来空间站推进系统能在轨进行燃料多次补加的需求,航天材料及工艺研究所于2005年开展了大容积薄壁高精度复杂结构储箱壳体材料及制造技术的研究工作,课题组经过近6年的技术攻关,突破了4项关键技术,解决了大直径粉末冶金薄壁件尺寸精度控制问题,攻克了大尺寸薄壁钛合金碟柱体构件成形的技术难题。在国内首次制备出大容积、薄壁、高精度、复杂结构 TC4 钛合金贮箱壳体,其壳体的气密性、爆破压力、循环排放次数等性能均优于设计要求,制造技术达到国际先进水平。

该成果具有完全自主知识产权,已获得了3项发明专利。并已成功应用于“天宫一号”,并将应用于“天宫二号”等载人航天工程、空间试验室和未来空间站等推进系统,还可推广应用于新一代运载火箭、探月工程、卫星等推进系统贮箱制造,具有重大的经济和社会效益。2011年10月21日,该项目顺利通过了由中国航天科技集团公司组织的成果鉴定。

· 罗焱 ·