

烧结温度对多孔 Inconel 625 合金性能的影响

王 昊, 荆 鹏, 李广忠

(西北有色金属研究院 金属多孔材料国家重点实验室, 陕西 西安 710016)

摘 要: 本研究旨在研发出耐蚀性良好的过滤材料, 利用粉末冶金技术制备了兼具 Inconel 625 合金本身特性与功能特性的多孔 Inconel 625 合金。采用粒度 100~200 μm 的合金粉末, 通过模压-气氛烧结工艺制备出多孔 Inconel 625 合金, 并对不同烧结温度下的合金进行形貌表征与性能评价。结果表明, 在 1240 $^{\circ}\text{C}$ 烧结温度下合金烧结颈发育良好, 孔隙球化率高, 此时透气度满足服役性能需求, 可作为高温气液过滤材料使用。该烧结温度下合金剪切性能达到最优, 最大抗剪切力为 51.0 kN, 也为后续进一步的研究提供了参考依据。

关键词: 多孔材料; Inconel 625 合金; 烧结温度; 力学性能

中图分类号: TF125.2⁺12; TB383

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)10-3693-05

金属多孔材料是一种集结构与功能于一体的重要材料, 其不仅具有金属材料本身的特性, 同时还具有比表面积大、优良的透过性能、过滤精度可控、可再生等优点, 被广泛应用于过滤与分离、流体渗透与分布控制、换热、催化剂载体等行业^[1-3]。

Inconel 625 合金是一种含有 Cr、Mo、Nb、Fe 以及少量 Ti 元素的镍基高温合金^[4]。该合金在中、高温 (600~900 $^{\circ}\text{C}$) 环境工作时具有较高的力学性能和良好的耐蚀性及抗氧化性^[5,6], 被广泛应用于航空航天、石油化工、金属冶金、核工业等领域^[7,8]。随着当前对航空航天、核工业等材料服役性能要求提高, 在保证高温热稳定性的条件下, 还需要材料具备轻量化、一定的功能特性。如核工业需要耐腐蚀、抗氧化性能优良的过滤材料^[9], 航空航天需要轻量化的高温合金^[10], 故制备兼具功能特性以及结构特性的材料具有十分重要的意义。目前对 Inconel 625 合金的高温热稳定性及组织结构的研究较多^[11], 对制备工艺和材料结构方面的研究还较少, 故本实验结合所在单位多年对金属多孔材料的研究, 通过低成本的粉末冶金技术制备多孔 Inconel 625 合金, 以为后续多孔 Inconel 625 的研究提供一定依据。

1 实 验

本实验采用 Inconel 625 合金粉末为原料, 粒度为 100~200 μm , 其形貌呈不规则状, 如图 1 所示; 化学成分见表 1。

粉末原料在 200~400 MPa 的压力下模压成形, 制成 $\Phi 50$ mm 片状坯料, 随后在氢气气氛下进行烧结, 烧结温度为 1150~1250 $^{\circ}\text{C}$ (± 10 $^{\circ}\text{C}$), 升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 保温时间 2 h。制备工艺流程如图 2 所示。

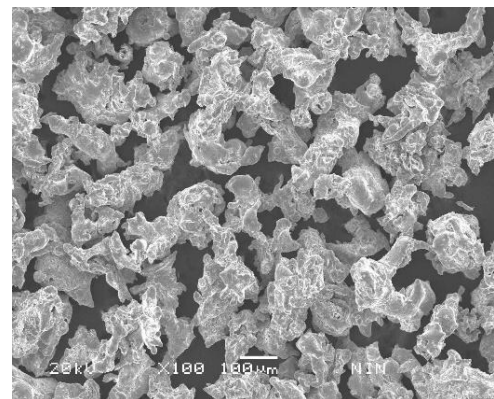


图 1 Inconel 625 合金粉末形貌

Fig.1 Morphology of Inconel 625 alloy powder

表 1 Inconel 625 合金粉末化学成分

Table 1 Chemical composition of Inconel 625 alloy powder (wt%)

C	Mn	Nb	Mo	Cr	Fe	Si	Ni
0.022	0.17	3.07	9.69	22.07	2.89	2.15	Bal.

收稿日期: 2020-10-14

基金项目: 国家自然科学基金重点国际 (地区) 合作与交流项目 (52020105011)

作者简介: 王 昊, 男, 1991 年生, 硕士, 西北有色金属研究院金属多孔材料国家重点实验室, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86231095, E-mail: kirahi@126.com

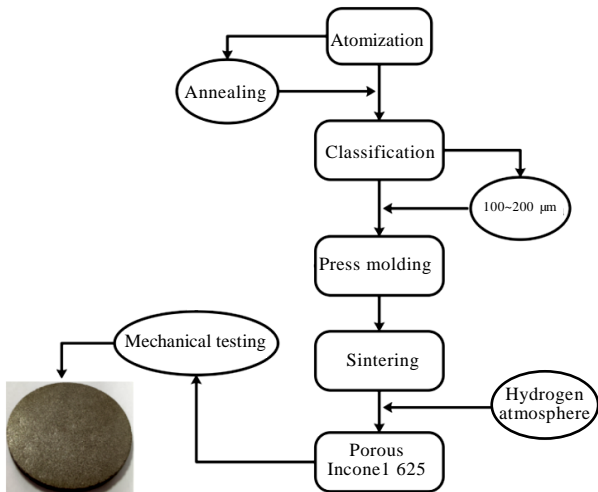


图 2 多孔 Inconel 625 合金制备工艺流程图

Fig.2 Preparation process of porous Inconel 625 alloy

根据烧结前后尺寸变化，计算得出多孔 Inconel 625 合金试样的烧结收缩率；用 JSM-6460 型扫描电子显微镜观察原料粉末和多孔 Inconel 625 合金的微观形貌；根据 GB/T 5163《烧结金属材料(不包括硬质合金)可渗性烧结金属材料密度、含油率和开孔率的测定》测试其孔隙度；采用 FBP-IV 型多孔材料气泡孔径检测仪测试其最大孔径和透气度；采用 ETM105D 型万能试验机测试其剪切性能，试验平台如图 3 所示。性能测试时，根据烧结温度 1150、1200、1230、1240、1250 °C 分别编号为 1#~5# 样品，在每个温度点选择 3 个试样，取其平均值作为最终的测试结果。

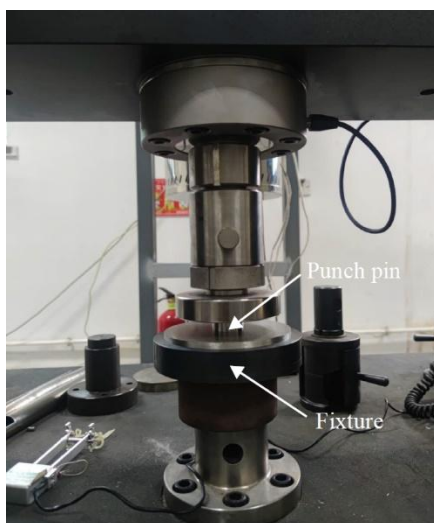


图 3 剪切性能测试平台

Fig.3 Testing platform for shear property

2 结果与讨论

2.1 烧结温度对试样烧结收缩率的影响

表 2 为不同烧结温度下烧结试样的收缩率变化情况。可以看出，在温度为 1150~1200 °C 烧结时，试样产生了反常的微小膨胀，这是由于烧结温度较低，压制时得不到释放的内应力，在烧结过程中得到释放产生弹性后效，导致烧结体膨胀。继续提高烧结温度，超过 1200 °C 时，烧结体的烧结颈进一步扩大，烧结导致的收缩大于应力释放产生的膨胀，故烧结体在宏观上表现为收缩。当烧结温度为 1250 °C 时，孔隙球化，导致收缩率又降低为 1.20%，由于多孔烧结体的收缩与粉末中结构的缺陷浓度有关，本实验固定粉末选型，压制压力一定，不同温度烧结样品的收缩率在一定范围内存在微小起伏 ($\Delta\psi=1.11\%$)，对烧结体整体性能影响不大，还需进一步从孔隙率、透过性能的特征上进行分析。

2.2 烧结温度对试样孔隙率的影响

图 4 所示为不同温度烧结后 Inconel 625 合金孔隙率曲线。烧结之前生坯的孔隙率为 56.7%，随着温度升高孔隙率逐渐降低，在 1240 °C 烧结温度下，试样孔隙率最低，为 45.7%，继续提高烧结温度，孔隙率略微增加到 47.0%。

表 2 烧结温度对样品收缩率的影响

Table 2 Effect of sintering temperature on shrinkage

Sample	Sintering temperature/°C	Shrinkage/%
1#	1150	-0.40
2#	1200	-1.04
3#	1230	1.16
4#	1240	2.27
5#	1250	1.20

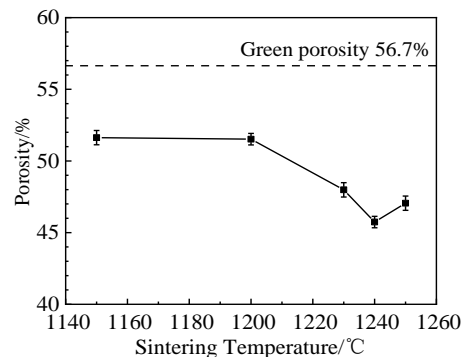


图 4 不同烧结温度下多孔 Inconel 625 合金孔隙率

Fig.4 Porosity of porous Inconel 625 alloy at different sintering temperatures

图 5 为不同烧结温度下试样的烧结颈微观形貌。图 5a 为 1150 °C 下烧结试样形貌。可以看出，温度较低时，粉末颗粒之间仅为简单的点接触，故此时样品孔隙率较大，为 51.6%(图 4)。提高烧结温度到 1200 °C 左右，差别不大，孔隙率稳定在 51.5%。继续提高烧结温度，图 5c 为 1240 °C 烧结温度下样品形貌，可以看出，粉末间已形成烧结颈且发育良好，尺寸在 20 μm 左右，孔隙率相对最低，为 45.7% (图 4)。此时接触

粉末已经充分扩散，物质不断迁移形成烧结颈。随后继续提高烧结温度到 1250 °C，烧结颈发育已经趋于稳定，如图 5d。从实测值来看，孔隙率略微提高，但变化不大，还需考虑到测试系统的误差以及烧结体的实际强度变化来综合分析；此外，在烧结后期过程中，大孔隙体积逐渐增大也与此现象有关。但孔隙率进一步提高，会对多孔 Inconel 625 合金的透过性能以及强度有所影响。

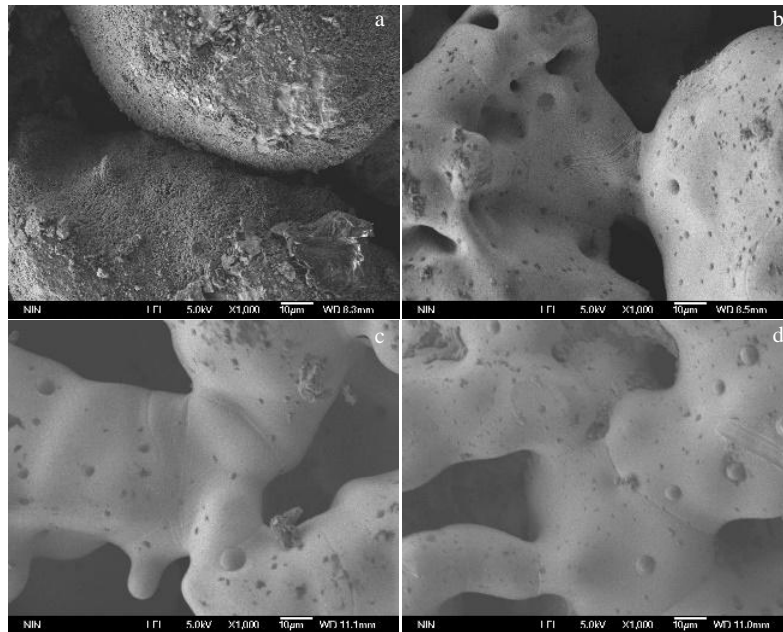


图 5 不同烧结温度下 Inconel 625 合金烧结颈形貌

Fig.5 Morphologies of sintered neck of porous Inconel 625 alloy at different sintering temperatures: (a) 1150 °C, (b) 1230 °C, (c) 1240 °C, and (d) 1250 °C

2.3 烧结温度对透过性能的影响

图 6 为不同烧结温度下，多孔 Inconel 625 合金的最大孔径及透气度的变化情况。最大孔径和透气度都是随着烧结温度的升高逐渐增大和升高，但在 1200 °C 烧结温度下，多孔 Inconel 625 合金的透气度为 305.4 m³/h kPa m²，低于 1150 °C 下的 394.3 m³/h kPa m²，而最大孔径由 39.3 μm 提高到 39.8 μm。

烧结温度从 1150 °C 提高到 1200 °C，最大孔径基本保持稳定，对应图 4 孔隙率曲线所示，孔隙率也变化不大，透气度的降低是由于样品整体的平均孔径减小导致。随后，继续提高烧结温度，透气度和最大孔径都同时提高，在 1250 °C 下，最大孔径和透气度最大，分别为 46.5 μm 和 606.9 m³/h kPa m²。最大孔径作为过滤精度的表征，可以看出在 1240 °C 下，最大孔径为 43.4 μm，满足该粒级粉末烧结后的过滤精度要求，此时透气度为 335.3 m³/h kPa m²，透过性能良好。

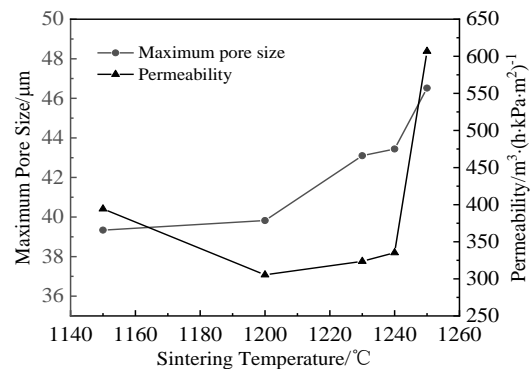


图 6 不同烧结温度下多孔 Inconel 625 合金最大孔径与透气度曲线

Fig.6 Maximum pore size and permeability curves of porous Inconel 625 alloy at different sintering temperatures

透过性能是评价试样能否作为滤材使用的关键性指标，且滤材应该具有高的透气性能同时保证足够的机械强度^[12]。多孔镍基合金广泛应用于气固分离过滤领域。一般来说，同种烧结多孔体孔径越大其透气度越大，但孔径大往往会导致低的机械强度，需要寻求透气和强度的最优搭配，以适应于工程应用。

2.4 烧结温度对剪切性能的影响

由于多孔材料力学性能测试的特殊性，以及片状样品的应用工况，采用剪切性能来评价多孔 Inconel 625 合金的力学性能。图 7 为不同烧结温度下多孔 Inconel 625 合金剪切性能曲线。本试验采用最大剪切力来表征强度性能。由于多孔 Inconel 625 材料与致密材料应用领域不同，多孔常用于过滤器滤芯及其支撑体材料，故不与致密材料强度做对比。

从图 7 中可以看出，1240 °C 烧结时，多孔体强度最高，最大抗剪切力达到 51.0 kN。较低烧结温度下，材料结合不紧密，颗粒间扩散不完全，故 1150 和 1200 °C 样品结合力不好，导致在较低的抗剪切力 15 kN 下，材料发生断裂，且断口呈明显脆性断裂，存在少许粉末脱落现象，如图 8a 所示。在 1230 °C 以上的烧结温度下，材料烧结颈发育良好，形成较好的冶金结合。烧结颈处形成晶界，在受到剪切力作用下，能有效地钉扎位错，使得强度大幅度提高。在 1240 °C 下达到最高，且韧性也有所改善，剪切后能明显观察到试样被拉深一段距离，如图 8b 所示。继续提高温度到 1250 °C，强度有所下降，这是由于试样的孔径增大所致。

对于过滤用镍基材料来说，不仅需要有良好的过滤性能，还需要兼具一定的力学强度，以保证在多次流体冲击后不发生断裂。1240 °C 烧结温度下孔隙率最低，为 45.7%，从形貌上观测烧结颈发育良好，对应

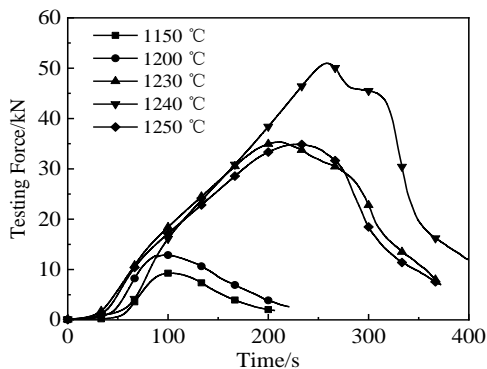


图 7 不同烧结温度下多孔 Inconel 625 合金剪切力学性能曲线

Fig.7 Shear mechanical property curves of porous Inconel 625 alloy at different sintering temperatures



图 8 不同温度下多孔 Inconel 625 合金剪切后试样

Fig.8 Shear specimens of porous Inconel 625 alloy at different sintering temperatures: (a) 1200 °C and (b) 1240 °C

于剪切性能的测试，也体现为在该温度下抗剪切力达到最高的 51.0 kN。此外，该温度下材料透气度良好，为 335.3 m³/h kPa m²，能作为滤材使用。过滤精度也是考验过滤性能的重要指标，在 1240 °C 烧结温度下，最大孔径为 43.4 μm，对于粉末烧结多孔材料来说，最大孔径和过滤精度间存在经验系数^[13]，可以预计该温度下多孔材料过滤精度约为 17 μm，可作为该过滤等级滤材使用。

3 结 论

1) 随着烧结温度升高，多孔 Inconel 625 合金收缩率提高，孔隙率降低，最大孔径和透气度也随着温度逐渐增大和升高。

2) 在 1240 °C 烧结温度下，多孔 Inconel 625 合金剪切性能最优，最大抗剪切力达到 51.0 kN。其最大孔径为 43.4 μm，透气度为 335.3 m³/h kPa m²，能满足过滤行业使用要求。

参考文献 References

[1] Wang Qiangbing(汪强兵), Li Guangzhong(李广忠), Tang Huiping(汤慧萍) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(9): 2684
 [2] Qiao Jichao(乔吉超), Xi Zhengping(奚正平), Tang Huiping

- (汤慧萍) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(11): 2054
- [3] Zhu Bo, Duke Mikel, Dumeé Ludovic F *et al. Membranes*[J], 2018, 8(3): 83
- [4] Shankar V, Rao K B S, Mannan S L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2001, 288(2-3): 222
- [5] Xu F J, Lv Y H, Liu Y X *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2013, 29(5): 480
- [6] Zhang D, Harris S J, McCartney D G. *Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 344(1-2): 45
- [7] Kalinin G, Barabash V, Cardella A *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2000, 283-287: 10
- [8] Maj P, Koralnik M, Adamczyk-Cieslak B *et al. International Journal of Material Forming*[J], 2018, 12: 135
- [9] Jing Peng(荆 鹏), Tang Huiping(汤慧萍), Wang Jian(王 建) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2016, 45(18): 135
- [10] Kakinuma Y, Mori M, Oda Y *et al. CIRP Annals-Manufacturing Technology*[J], 2016, 65(1): 209
- [11] Dinda G P, Dasgupta A K, Mazumder J. *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 509(1-2): 98
- [12] Liu W, Canfield N. *Journal of Membrane Science*[J], 2012, 409-410: 113
- [13] Kang Xinting(康新婷), Li Yaning(李亚宁), Li Guangzhong(李广忠) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(4): 1092

Effect of Sintering Temperature on Properties of Porous Inconel 625 Alloy

Wang Hao, Jing Peng, Li Guangzhong

(State Key Laboratory of Porous Metal Materials, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Inconel 625 alloy has excellent corrosion resistance and high temperature mechanical properties, which is widely used in aerospace, petrochemical, nuclear industry, etc. Porous materials are widely used as filter materials because of their light weight and excellent permeability. The purpose of this paper is to prepare a filter material with good corrosion resistance. Porous Inconel 625 alloy with its own characteristics and functionality was prepared by molding-atmosphere sintering process with 100~200 μm alloy powder. The morphologies and properties of the alloy at different sintering temperatures were characterized and evaluated. The results show that the sintered neck is well developed and the degree of pore spheroidization is high at the sintering temperature of 1240 $^{\circ}\text{C}$. At this time, the air permeability can satisfy the requirements of service performance, and can be used as high temperature gas-liquid filter material. At 1240 $^{\circ}\text{C}$, the shear performance of the alloy reaches the best, and the maximum shear force is 51.0 kN, which also provides a reference for further research.

Key words: porous material; Inconel 625 alloy; sintering temperature; mechanical properties

Corresponding author: Jing Peng, Senior Engineer, State Key Laboratory of Porous Metal Materials, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231095, E-mail: jingpeng_84@163.com