

放电等离子烧结制备 Y_2O_3 颗粒增强 Ni 基合金

朱镇岑¹, 李小强^{1,*}, 潘存良¹, 屈盛官¹

(1 华南理工大学, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广州 510641)

摘要: 本文参考 MA754 合金成分, 利用高能球磨的方法分别制备了含 Ti、Nb 的高熔点骨架的 Ni 基合金粉末和含 B、Zr 设起润湿作用的低熔点 Ni 基合金粉末, 将两种粉末按最佳比例混合后进行放电等离子烧结, 制备了一种性能优异的新型 Ni 基 ODS 合金。研究了烧结温度和复合粉末中低熔点粉末含量对合金显微组织和力学性能的影响规律, 结果表明, 该方法制备的合金组织中能够观察到弥散分布的氧化物, 且室温强度相较于 MA754 合金有所提升, 但塑性有所降低。随着复合粉末中低熔点合金含量的增加, 合金组织先变得细小均匀, 后出现聚集的针状相和粗大的块状相, 合金抗拉强度呈现出先增大后减小的趋势。当烧结温度为 1025 °C, 复合粉末中低熔点合金粉末含量为 3 wt.% 时的合金具有最高的抗拉强度 951.87 MPa, 以及最大的延伸率 11.18 %。

关键词: 机械合金化; 放电等离子烧结; ODS 合金; Y_2O_3 颗粒增强

中图分类号: TG454 **文献标识码:** A **文章编号:** ?

0 前言

Ni 基合金因具有良好的组织稳定性和优异的高温力学性能, 被广泛应用于航空发动机和燃气轮机等热端部件。随着航空发动机技术的不断发展, 对传统 Ni 基合金的抗拉强度和塑性等力学性能提出了更高的要求, 因此有必要开发性能更优的新型 Ni 基合金。

放电等离子烧结(Spark Plasma Sintering, SPS)技术是一种利用大脉冲电流使合金粉末迅速升温的新型粉末冶金烧结技术, 可在粉末颗粒表面形成局部高温, 通过电场提供的驱动力减小形核势垒、增大形核率、促进原子扩散, 因而可在较大程度上降低粉末的烧结致密化温度并大幅度缩短高温驻留时间, 利于获得组织细小的高致密材料[1,2], 进而提高合金的力学性能, 目前已成功应用于制备各类性能优良的合金[3-5]。

氧化物弥散强化(Oxide Dispersion Strengthened, ODS)合金是一种含有超细氧化物颗粒弥散强化的新型材料, 这使其相较于不含弥散氧化物的常规镍基合金展现出了更优良的性能。通常制备 ODS 合金的方法有机械合金化(Mechanical Alloying, MA)法[6]、内氧化法[7]和化学共沉淀法[8]。机械合金化是通过高能球磨实现粉末固结以达到合金化的过程, 不仅可以细化粉末颗粒, 还能降低烧结活化能, 现有的 ODS 合金大多数是采用 MA 技术实现氧化物颗粒在合金基体中的弥散分布。内氧化法要求合金中低含量的亲氧合金元素与氧反应,

化学共沉淀法制备周期长, 过程复杂, 因而选择 MA 法对粉末进行预处理。镍基 ODS 合金中常见的纳米氧化物包括 Al_2O_3 、 ThO_2 和 Y_2O_3 等。然而, 高温合金中较多的 Al 元素使 Al_2O_3 纳米颗粒在高温时易于团聚长大, 失去强化效果; ThO_2 纳米颗粒虽然可以在 Ni 基合金中稳定存在, 但 Th 元素的放射性有害于环境和人体; Y_2O_3 纳米颗粒具有稳定的物理化学性质和较高的熔点, 成为高温合金中纳米颗粒的较优选择[9]。

MA754 合金是最早投入工业化生产的镍基 ODS 合金, 在 70 年代中期就已经应用于如美国军用喷气发动机 F404 和 F110 等先进航空喷气发动机的某些耐高温部件, 在氧化气氛使用温度可达 1000~1250 °C, 并保持较高的高温强度, 目前 MA754 合金已投入商业化批量生产, 常用于制作航空发动机导向器齿环和导向叶片[10]。然而, 该合金的室温抗拉强度仅为 680 MPa 左右, 相较于其它 Ni 基高温合金存在一定差距。为了改善 MA754 合金的室温力学性能, 根据以往研究, 参考 MA754 合金成分设计一种高熔点合金粉末(High Melting Powder, HMP)充当合金“骨架”, 提高 Ti 含量[11]并添加 Nb [12]引起晶格畸变, 实现固溶强化; 添加 B 和 Zr [13]设计一种低熔点合金粉末(Low Melting Powder, LMP)起浸润作用, 通过低熔点合金熔化时降熔元素向高熔点合金的扩散, 在保温阶段实现等温凝固, 形成组织与成分较为均匀的固溶体, 同时提高

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

合金强度和塑性。

本文参考 MA754 合金成分设计了一种新型 Y_2O_3 颗粒增强 Ni 基合金, 利用 MA 对粉末进行预处理, 研究了球磨时间对粉末形貌与物相组成的影响。采用 SPS 烧结, 调控烧结温度和低熔点合金粉末比例, 研究了烧结温度和复合粉末中低熔点合金粉末比例对合金组织和力学性能的影响, 进而确定最佳烧结工艺和粉末比例。

1 实验材料及方法

实验用粉末为 Ni 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Cr(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Fe(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Ti 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Al 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Nb 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.5 \text{ wt.}\%$)、B 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$)、Zr 粉(粒度 $< 50 \mu\text{m}$, 纯度 $\geq 99.5 \text{ wt.}\%$)和 Y_2O_3 粉末(粒度 $< 83 \text{ nm}$, 纯度 $\geq 99.9 \text{ wt.}\%$) (中诺新材料科技有限公司)。

表 1 合金成分表(wt.%)

Table 1 Chemical composition of alloy(wt.%)

Element	Cr	Fe	Ti	Al	C	Nb	B	Zr	Y_2O_3	Ni
MA754	20	1.0	0.5	0.3	0.05	-	-	-	0.6	Bal.
LMP	20	1.0	0.5	0.3	-	-	2	6	0.6	Bal.
HMP	20	1.0	1.0	0.3	-	1.0	-	-	0.6	Bal.

按表 1 所列成分将粉末进行混合, 采用 QM-2SP20-CL 型行星式球磨机 (南京大学仪器厂) 分别对

LMP 和 HMP 在氩气保护氛围进行球磨, 球磨罐和磨球的材质均为不锈钢。球料比为 10:1, 采用 $\Phi 3$ 、 $\Phi 6$ 、 $\Phi 10$ 磨球组合, 不同直径磨球质量比为 1:3:1; 球磨转速为 400 rpm, 球磨时间为 72 h, 球磨机每隔 30 min 停机 10 min 并反向运行以防止过热, 每隔 8 h 后于真空手套箱中将球磨罐壁上黏着的合金粉末敲下, 重新充入氩气后继续球磨, 每隔 16 h 取部分粉末样品。将球磨后的高、低熔点合金粉末用 200 目筛筛选后, 在罐磨机混合得到复合粉末, 球料比为 1:2, 采用 $\Phi 3$ 磨球, 转速为 40 rpm, 混合时间 12 h, LMP 含量分别为 1 wt.%、3 wt.%、5 wt.%、7 wt.%、10 wt.%。

采用 SPS-825 型烧结设备, 施加 40 MPa 压力, 用红外测温仪进行测温, 在真空条件下以 $100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温速率将复合粉末从室温升温至 $600 \text{ }^\circ\text{C}$, 再以 $80 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温速率从 $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 分别升温至 $1025 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, 保温 10 min 后随炉冷却至室温。每次烧结称量 15 g 复合粉末, 粉末与模具内壁及压头间用石墨纸进行分隔, 图 1 (a-c) 分别为 SPS 烧结模具尺寸、装配示意图和实物图。

采用扫描电子显微镜(SEM)和 X 射线衍射仪(XRD)对合金粉末进行分析。利用扫描电子显微镜(SEM)、能谱仪(EDS)和透射电子显微镜(TEM)对合金的显微组织、元素分布进行分析。采用电火花切割制备拉伸样, 其尺寸如图 1 (d) 所示, 使用 UTM-5105 电子万能试验机进行拉伸测试, 加载速率为 $0.3 \text{ mm}/\text{min}$, 结果取 3 次实验的平均值。

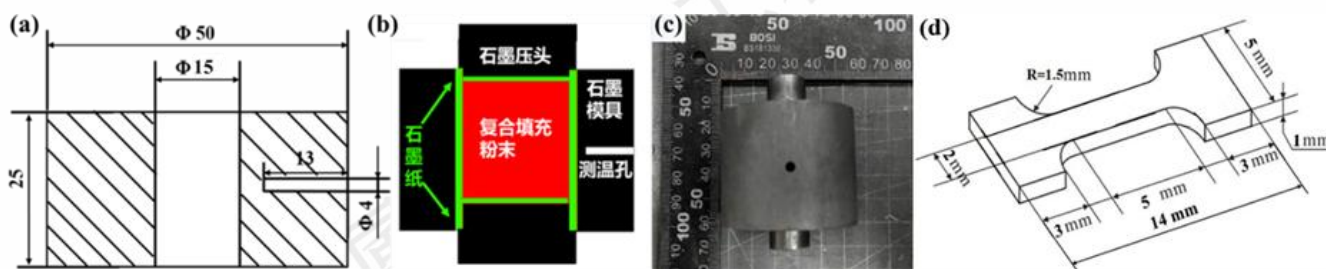


图 1 烧结模具及拉伸样尺寸及示意图: (a)烧结模具尺寸; (b)装配示意图; (c)实物图; (d) 拉伸样尺寸

Fig 1 Dimensions and schematic diagram of sintering molds and stretching samples:

(a) Sintering mold size; (b) Assembly sketch map; (c) Physical picture; (d) The size of stretch sample

2 结果与讨论

2.1 球磨时间对粉末形貌与物相组成的影响

为确定复合粉末的烧结温度范围, 对低熔点合金粉末在不同升温速率条件下进行差示扫描量热分析, DSC 曲线如图 2 所示; 采用 Thermal-Calc 软件绘制

了不同成分合金相图, 如图 3 (a-c)所示。郑亮[14]对定向凝固 DZ22 镍基高温合金在 $5\text{--}40 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 不同升温速率下进行升、降温差示扫描量热分析(DSC)试验, 通过线性外推和取平均值的方法确定合金近平衡态的相变温度。研究表明, 升温速率会对 DSC 实验结果产生一定影响,

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

因而需要对不同升温速率条件下获得的 DSC 曲线进行外推, 外推法获得 0 °C/min 升温速率的相变温度才能与 Thermal-Calc 软件计算的平衡态相变温度[15]进行对比, 外推图如图 4 所示, 外推结果如表 2 所示。

由表 2 可以看出, 相图计算的高熔点合金 $T_S = 1386\text{ }^\circ\text{C}$, $T_L = 1401\text{ }^\circ\text{C}$, 与 MA754 合金 $T_S = 1407\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $T_L = 1413\text{ }^\circ\text{C}$ 相近; 低熔点合金由于 B 和 Zr 的添加, T_S 和 T_L 都显著降低, 根据表 2 外推法获得的 0 °C/min 升温速率低熔点粉末 γ 基体相熔化开始温度 $T_S = 999\text{ }^\circ\text{C}$, 熔化终止温度 $T_L = 1030\text{ }^\circ\text{C}$, 结合图 3 (c) 相图中低熔点合金的 $T_S = 1007\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $T_L = 1071\text{ }^\circ\text{C}$, 最终选择烧结温度范围为 1000 ~ 1050 °C。本次研究选择 1025 °C 和 1050 °C 两个烧结温度。

表 2 不同升温速率低熔点粉末熔化开始温度 T_S 和终止温度 T_L

Table 2 The melting start temperature T_S and end temperature T_L of low melting point powder under different heating rates

Heating Rate	$T_S/^\circ\text{C}$	$T_L/^\circ\text{C}$
5 °C/min	998	1027
10 °C/min	1001	1041
20 °C/min	1010	1061
40 °C/min	1011	1079
0 °C/min	999	1030
LMP-Phase Diagram	999	1027

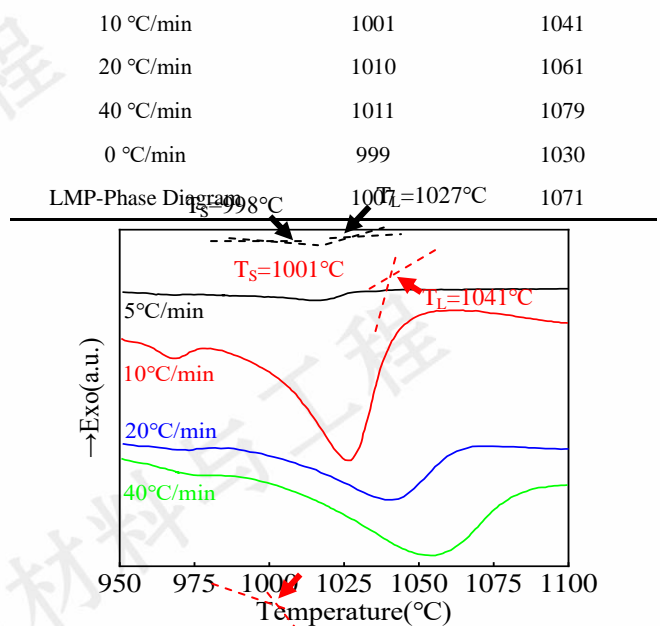


图 2 低熔点合金粉末不同升温速率下进行的 DSC 实验曲线

Fig 2 DSC experimental curves of low melting point alloy powder under different heating rates

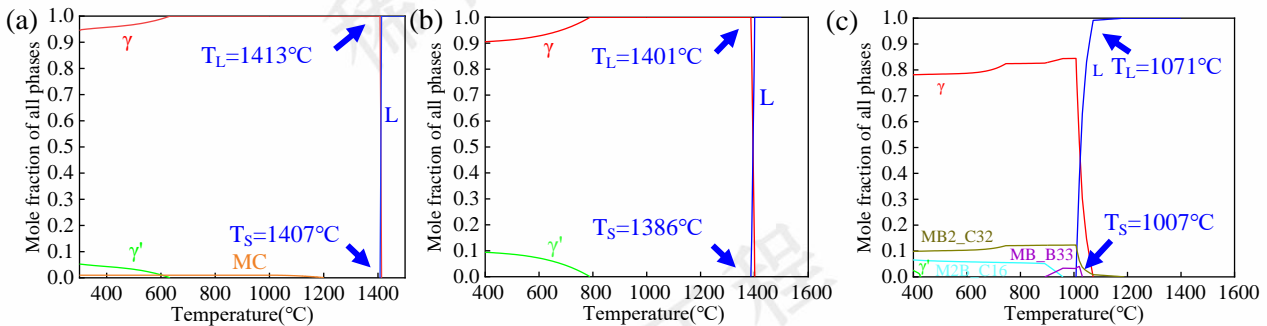


图 3 不同成分合金相图: (a) MA754 相图; (b) HMP 相图; (c) LMP 相图

Fig.3 Phase diagram of alloys with different compositions: (a) MA754; (b) HMP; (c) LMP

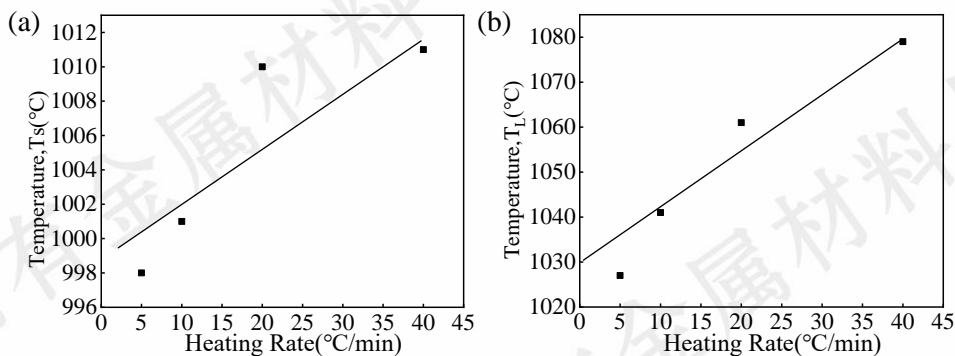


图 4 相变温度与升温速率关系外推图: (a)相变起始温度; (b)相变终止温度

Fig 4 Extrapolation diagram of the relationship between phase transition temperature and heating rate:

(a) Initial temperature of phase transition; (b) Phase transition termination temperature

2.2 球磨时间对粉末形貌与物相组成的影响

图 5 和图 6 分别为不同球磨时间 HMP 的 SEM

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

图和 XRD 图。根据图 5 和图 6 分析,当球磨时间为 12 h 时,粉末颗粒在磨球的不断碰撞下发生了冷焊,粒径分布在 15 ~ 65 μm,相较于初始粉末 50 μm 平均粒径,部分粉末得到了细化,但由于 Y₂O₃ 硬质颗粒的存在,虽然增强了对软质相的研磨和破碎作用,但也引起了不可避免的团聚现象,部分粉末反而粗化,且此时 Ti 和 Al 的衍射峰消失;球磨时间为 24 h 时,粉末平均粒径减小,且在磨球的不断碰撞作用下发生了严重的塑性变形,出现了部分片状粉末;球磨时间为 36 h 时,粉末平均粒径略微减小,片状粉末占比提高;球磨时间为 48 h 时,粉末得到明显细化,平均粒径分布在 2 ~ 15 μm(见图 5 (d)),此时 Cr 和 Fe 的衍射峰消

失, Ni 的衍射峰逐渐变宽且向左偏移,这是因为球磨导致 Ni 晶粒细化并产生了晶格畸变,合金元素发生相互扩散形成了固溶体,使 Ni 的晶格常数增加;球磨时间为 60 h 时,粉末形貌变化不大,表明此时冷焊与破碎达到动态平衡,衍射峰变化也不明显,表明合金元素在 Ni 中的固溶度达到了饱和;球磨时间为 72 h 时,粉末形貌以片状为主且平均粒径略微增大,此时冷焊导致的团聚效应超过了破碎导致的细化效应。在粉末已经实现细化和合金化的情况下,过久的球磨时间会提高粉末平均粒径,提高生产成本,降低效率,因此不宜采用过久的球磨时间,这与荣智峥[16]等人的研究结果一致。为了得到性能优异的合金,选择 48 h 球磨时间。

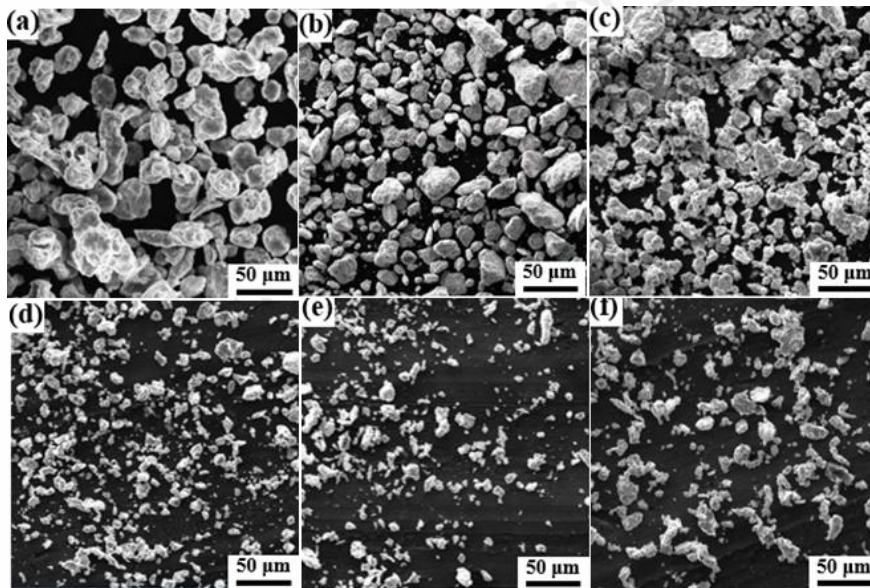


图 5 不同球磨时间高熔点合金粉末 SEM 图: (a) 12 h; (b) 24 h; (c) 36 h; (d)48 h; (e)60 h; (f)72 h

Fig.5 SEM images of high melting point alloy powders with different ball milling times

(a) 12 h; (b) 24 h; (c) 36 h; (d)48 h; (e)60 h; (f)72 h

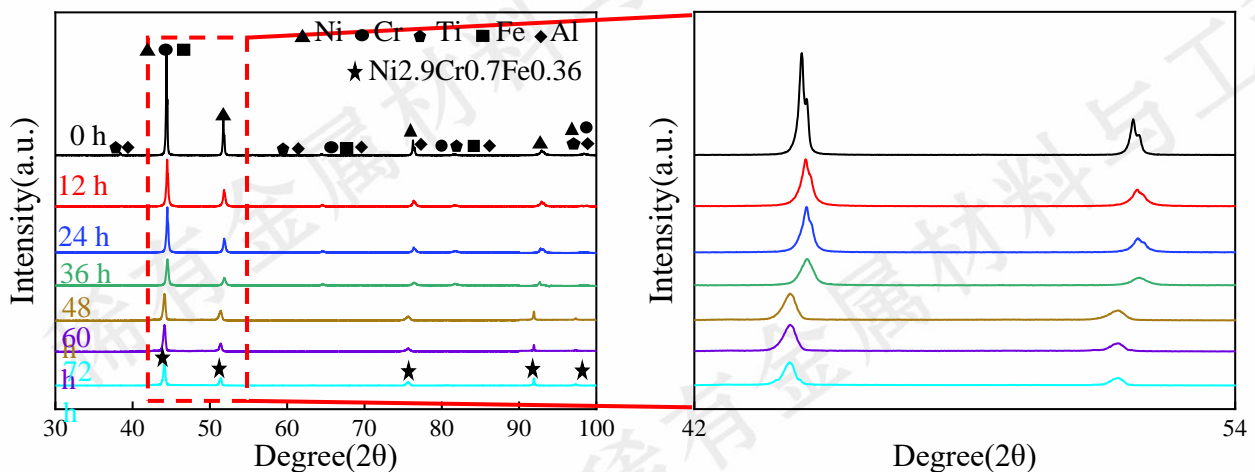


图 6 不同球磨时间高熔点合金粉末 XRD 图

Fig.6 XRD patterns of high melting point alloy powders with different ball milling times

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

2.2 烧结温度和 LMP 含量对合金组织和力学性能的影响

图 7 是烧结温度为 1025 °C 不同 LMP 含量合金的 SEM 图, 图 8 为图 7 (g) 针状相 EDS 面扫描图。由图 7 可以看出, 当 LMP 含量为 0wt.% 时, 合金组织主要由粗大的深色相, 少量细小深色相和 Ni 基体相组成; 随着 LMP 含量增加至 1 ~ 3 wt.%, 熔融的低熔点合金填充于高熔点合金粉末的间隙中起润湿作用, 细小深色相含量逐渐增多, 且分布更加弥散均匀; 随着 LMP 含量进一步增加至 5 ~ 7 wt.%, 结合图 8 和图 3

(c) 相图, 深色的针状相和块状相的主要元素为 Cr, 以及少量的 B, 低熔点合金中的 B 元素与合金元素形成了 MB、MB₂ 等硼化物, 合金组织开始出现聚集的针状相(黄色虚线部分, 见图 7(g)), 以及针状相和块状相的混合相(红色虚线部分, 见图 7(h)); 当 LMP 含量为 10 wt.% 时, 针状相消失, 合金组织以粗大的块状相为主(绿色虚线部分, 见图 7 (f))。LMP 含量的变化对合金的组织形貌有较大的影响, 合适的 LMP 含量能够让组织中富 Cr 相分布更为均匀弥散, 但过高的 LMP 含量将导致组织中的富 Cr 相形成针状聚集相和粗大的块状组织, 从而恶合金的性能。

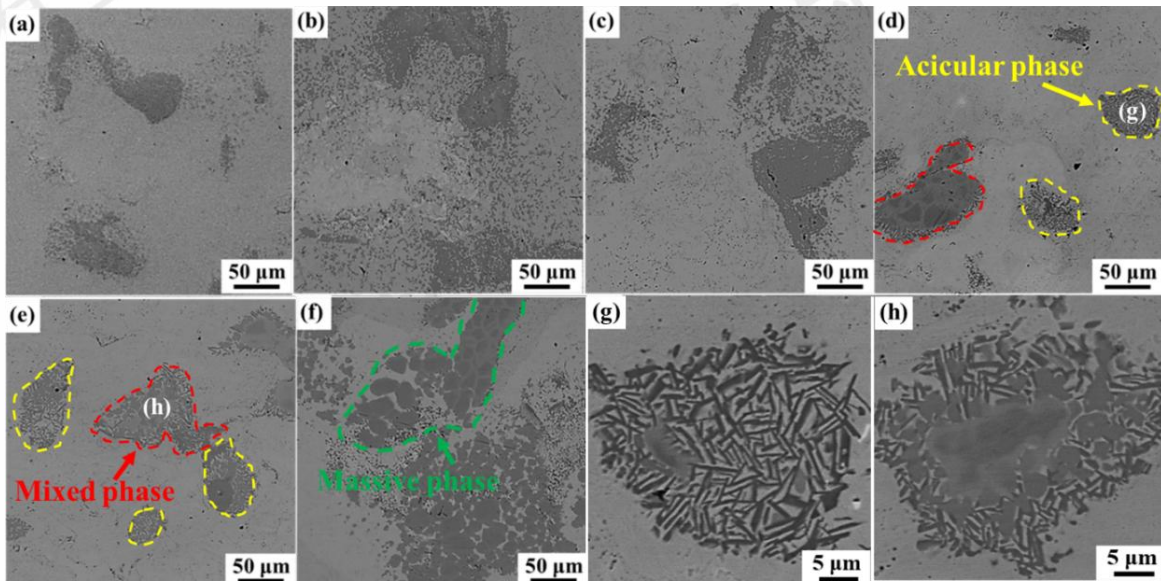


图 7 烧结温度 1025 °C 不同 LMP 含量合金 SEM 图

Fig.7 SEM images of sintered samples with different LMP contents at a sintering temperature of 1025 °C

(a) 0 wt.%; (b) 1 wt.%; (c) 3 wt.%; (d) 5 wt.%; (e) 7 wt.%; (f) 10 wt.%; (g) enlargement of (d); (h) enlargement of (e)

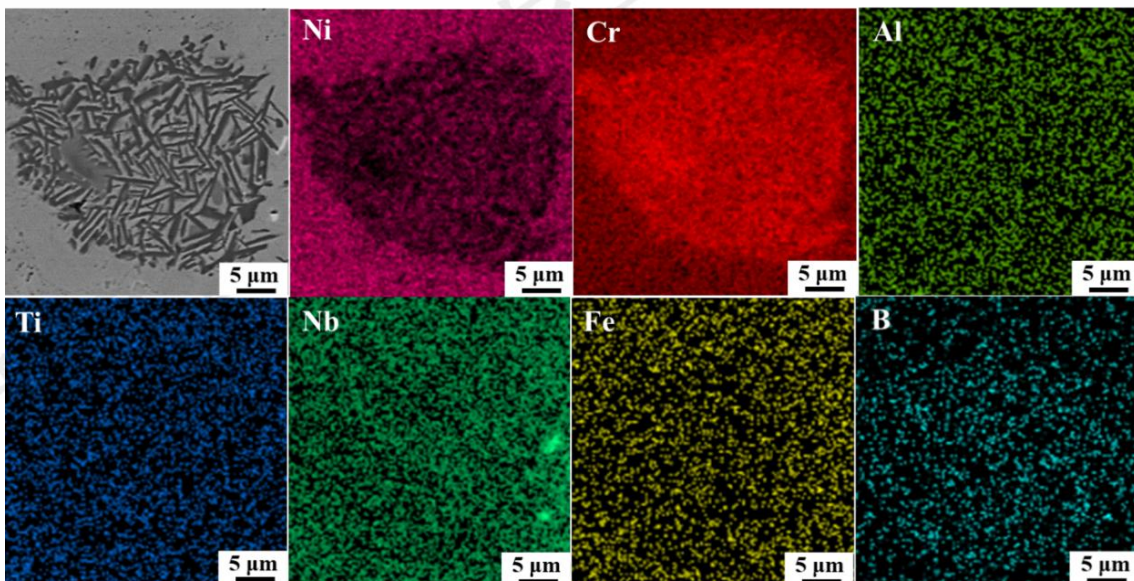


图 8 图 7(g) 针状相 EDS 面扫描图

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

Fig8 EDS surface scan image of acicular phase in Fig 7 (g)

对 Ni 基体相做透射电镜分析, 图 9(b) 为其衍射斑点, 与 γ 相结构符合, 结合图 6 XRD 图谱, 可知基体相为 γ 相。图 9 (c) 中可以观察到明显的孪晶, 由于较低的层错能, 镍基高温合金中高达 50% 的晶界是退火过程中形成的孪晶界, 即很有可能是在 SPS 烧结完成后随炉冷却的过程形成了孪晶。张振波[17]等首次发现镍基合金中低能共格孪晶界面可以作为强化相优先析出的界面, 且此行为对材料的综合力学性能有显著影响。相对于普通晶界, 共格孪晶界具有较低的界面能和较高的裂纹萌生扩展抗力, 因此一般认为在工程合金中引入更多的孪晶界可以显著提升合金的服役寿命。图 9 (d) 中可以观察到纳米级的氧化物颗粒, 由于晶界处存在点阵畸变, 拥有较高的界面能, 往往是新相优先形核的场所, 大部分氧化物颗粒分布在晶界处, 少部分

分布在晶粒内部。由图 9 (e) EDS 面扫描图像可知这些氧化物颗粒的主要合金元素为 Y 和 Ti, 以及少量的 Al, 且氧化物颗粒的分布较为均匀弥散, 表明合金具有弥散强化的机制。

对图 10 氧化物颗粒透射电镜图像进行分析, 图 10 (b)(c) 为图 10 (a)中黄色虚线部分的高分辨透射电镜图(HRTEM), 对图 10 (c)进行快速傅里叶变换得到图 10 (d)的 FFT 图像, 发现该氧化物颗粒结构与 Y_2O_3 符合, 且 EDS 面扫描图像中显示 Y 和 Ti 的分布具有较高的重合度。当溶质原子和溶剂原子直径相近, 晶体结构相近或相同时, 能够形成置换固溶体, Ti 原子半径约为 145 pm, Y 原子半径约为 181 pm, 在 Y_2O_3 体系中, 两者半径相差 19.9 %, 在磨球不断碰撞提供了较高能量的情况下, 形成了(Y, Ti) $_2O_3$ 置换固溶体。

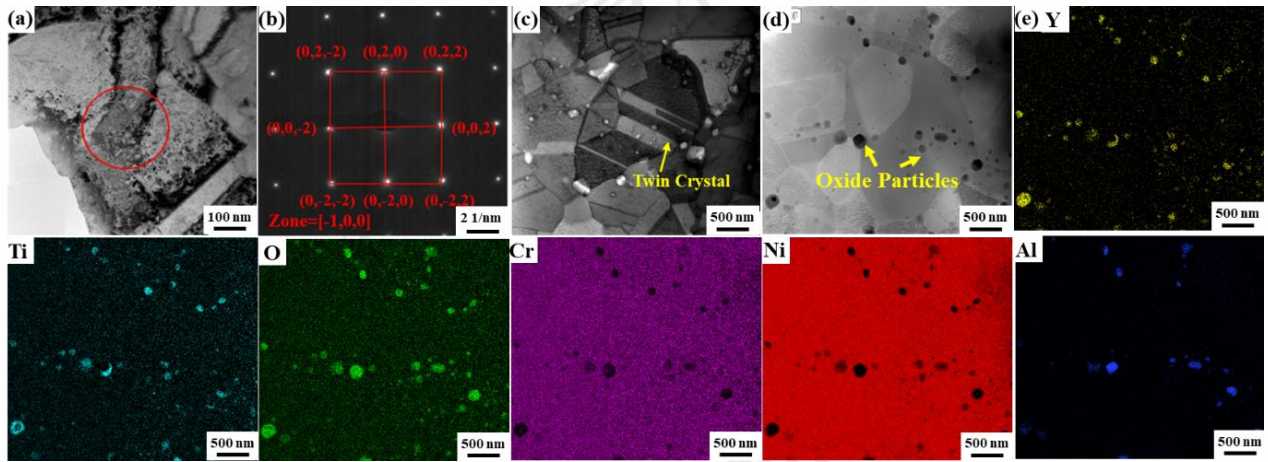


图 9 基体相 TEM 图、EDS 面扫图和衍射斑点: (a)(c)(d) 基体相 TEM 图像; (b)图(a)处衍射斑点; (e)图(d) EDS 面扫

Fig9 TEM images, EDS surface scans, and diffraction spots of the matrix phase:

(a)(c)(d) TEM images of the matrix phase; (b) Diffraction spots at (a); (e) EDS surface scan at (d)

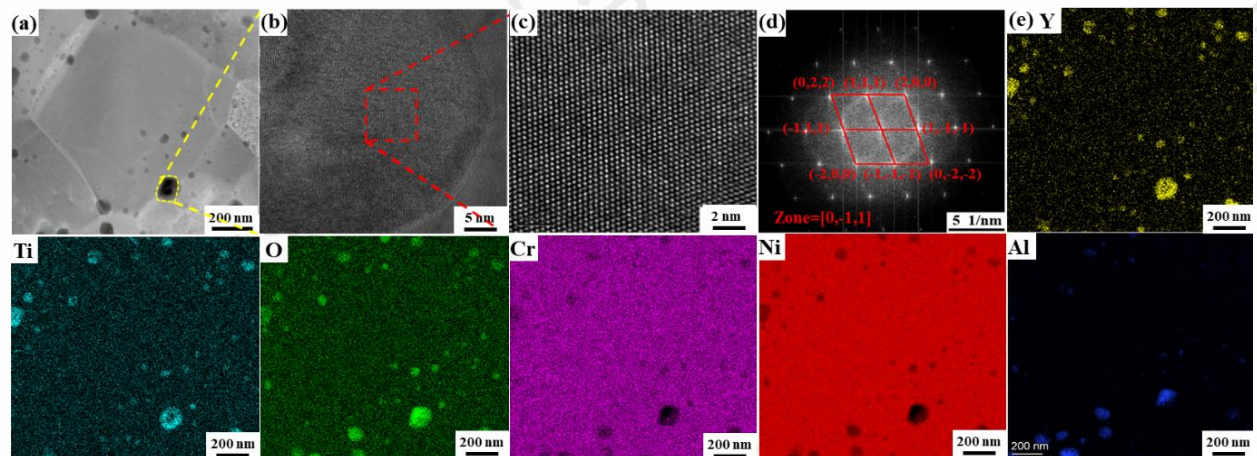


图 10 氧化物颗粒 TEM 图、HRTEM 图、FFT 转置图和 EDS 面扫图:

(a)氧化物颗粒 TEM 图像; (b)(c) 氧化物颗粒 HRTEM; (d)图(c)区域 FFT 图; (e)图(a) EDS 面扫图

Fig10 TEM, HRTEM, FFT transposition, and EDS surface scan images of oxide particles:

(a) TEM images of oxide particles; (b)(c) HRTEM of oxide particles; (d) FFT diagram at zone (c);(e) EDS surface scan of (a)

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

图 11 展示了不同烧结温度和 LMP 含量合金的抗拉强度，图中虚线表示 MA754 合金的室温抗拉强度。由图 11 可以看出，烧结温度为 1025 °C 的合金的抗拉强度都高于烧结温度为 1050 °C 的合金。氧化物的平均粒度和分散均匀度是影响 ODS 高温合金性能的重要因素[18]，Y₂O₃ 密度较小，很可能随着烧结温度升高和液相含量增多在液相基体中产生偏聚，从而破坏了氧化物的均匀弥散分布，导致抗拉强度下降[19]。

图 12 展示了 1025 °C 烧结温度下不同 LMP 含量合金的拉伸曲线。结合图 11 和图 12 可以看出，随着 LMP 含量的提高，合金的抗拉强度和塑性都呈现出先增大后减小的趋势。当 LMP 含量为 0~3 wt.% 时，合金的抗拉强度都高于母材，且相较于不添加 LMP 的合金，当 LMP 含量为 1 wt.% 时，合金的强度有所提高而塑性变化不明显；当 LMP 含量为 3 wt.% 时，合金的强度和塑性都有明显的提升。这是因为烧结过程中的液相和硼化物含量较低，合金组织中的富 Cr 相更为细小均匀；随着 LMP 含量进一步增加至 5~10 wt.%，结合图 7 可以看出合金组织开始出现针状聚集相和粗大的块状相，且 LMP 含量的增加将导致烧结过程中的液相和硼化物含量增多，于是 Y₂O₃ 氧化物颗粒在液相中偏聚，破坏了其弥散分布的特征，且硬脆硼化物含量的增多也将恶化合金的力学性能。当烧结温度为 1025 °C，当 LMP 含量为 3 wt.% 时，合金具有最高的强度和最好的塑性，其抗拉强度为 951.87 MPa，相比 MA754 合金提高了约 40%，但其延伸率仅为 11.18%，远低于 MA754 合金的延伸率 52%。

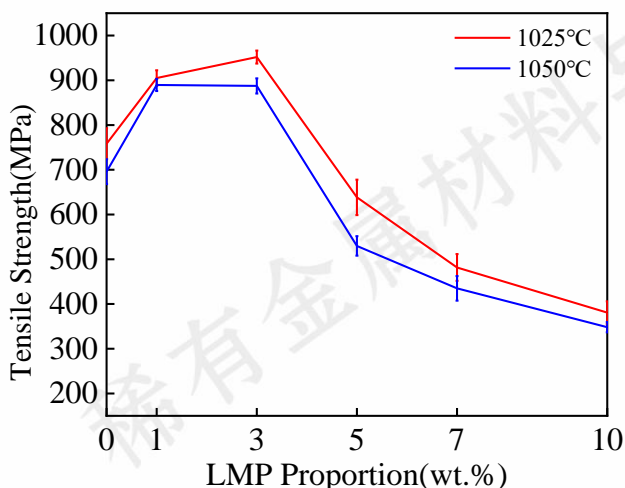


图 11 不同烧结温度和 LMP 含量合金抗拉强度

Fig11 Tensile strength of sintered samples with different sintering temperatures and LMP content

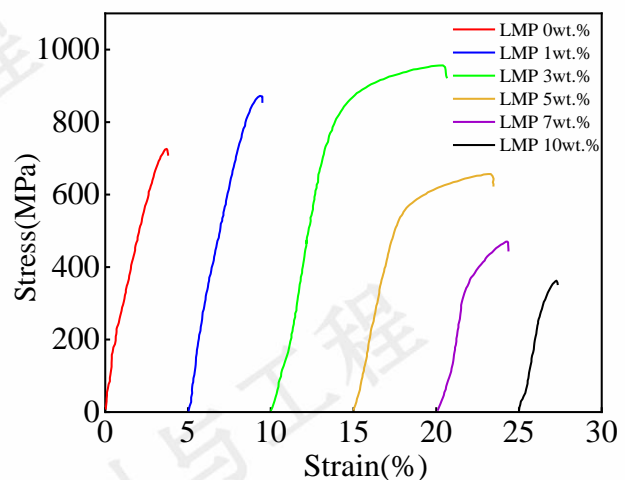


图 12 1025 °C 烧结温度下不同 LMP 含量合金拉伸曲线

Fig12 Tensile curves of alloys with different LMP contents at a sintering temperature of 1025 °C

3 结论

- 1) 球磨时间为 48 h 的合金粉末得到了充分的细化，且 Cr、Al、Ti 等合金元素固溶于 Ni 中形成了 Ni 基固溶体，进一步延长球磨时间对合金的性能无益；
- 2) 在实验给定升温速率，40 MPa 压力条件下，由于温度的升高和液相含量的增多导致氧化物颗粒易于偏聚，破坏了其弥散分布的特征，最佳烧结温度为 1025 °C；
- 3) 适量添加 LMP 能够优化合金的力学性能，但 LMP 含量过高时，由于液相含量的增多导致氧化物颗粒易于偏聚，以及硬脆硼化物含量的增多，合金的力学性能反而下降。当烧结温度为 1025 °C，当 LMP 含量为 3 wt.% 时，合金具有最高的强度 951.87 MPa 和最高的延伸率 11.18%。

4 参考文献

References

- [1] Cheng Z, Li X Q, Wang B, Qu S G, Li H Y. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 821: 153431(1-9).
- [2] Wang T, Zhang H M, Cheng L X, Song S H, Gong W P. *Ceramics International*[J], 2022, 48(9): 12800-12805.
- [3] Li Fengxian(李凤仙). *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy* (粉末冶金材料科学与工程)[J], 2016, 21(04): 632-637.
- [4] Xie Leipeng(解磊鹏), Chen Minghui(陈明辉), et al. *Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection*. (中国腐蚀与防护学报)[J], 2022, 42(5): 709-716.

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972 年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail:lixq@scut.edu.cn

- [5] Jiye Wang, Wei Yuan, et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 442(1-3).
- [6] He, WQ, Liu, F, et al. *Materials Today Communications*[J], 2021, 26.
- [7] Chengfa M, Tao S, et al. *Rare Metal Material and Engineering*[J], 2023, 52(2): 575-585.
- [8] Zhu F, Gan XP, Liu CQ. *Journal Of Central South University*[J], 2023 30(5):1405-1416.
- [9] Xia Tian(夏天). 纳米颗粒弥散强化超细晶高温合金的显微组织和力学性能[D], 上海, 上海交通大学, 2020.
- [10] Li Jun(李俊). 轻质化 MA/ODS 镍基高温合金的制备及组织性能热稳定的研究[D], 武汉, 华中科技大学, 2011.
- [11] Chen SH, Zhao MJ, Rong LJ. *Acta Metallurgical Sinica*[J], 2012, 48(11): 1335-1341.
- [12] Zhang HG, et al. *Rare Metal Material and Engineering*[J], 2016, 45(6): 1443-1448.
- [13] Zhang Peng(张鹏), et al. *Journal of Netshape Forming Engineering*(精密成形工程)[J], 2018,10(02):1-6.
- [14] Zheng Liang(郑亮), et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2018,47(02):530-537.
- [15] Yu Xun(于洵), et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019. 48(05): (1488-1496)
- [16] Rong Zhizheng(荣智峥), Gao Yang(高阳), et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2023, 51(10): 136-145.
- [17] Zhang Zhenbo, Yang Zhibiao, et al. *Nature Communications*[J], 2020, 1(11): 4890.
- [18] Wang RM, Song YG, Han YF. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2000, 311(1): 60-64.
- [19] Chen Wenting(陈文婷), Xiong Weihao(熊惟皓), Zhang Xiuhai(张修海). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(112-116).

Preparation of Y_2O_3 particle reinforced Ni-based alloy by spark plasma sintering

Zhencen Zhu¹, Xiaoqiang Li^{1,*}, Cunliang Pan², Shengguan Qu²

(1.National Engineering Research Center of Near-Net-Shape Forming for Metallic Materials, South China University of Technology, Guang Zhou, 510641, China)

Abstract: This article refers to the composition of MA754 alloy and prepared Ni-based alloy powders with high melting point containing Ti and Nb as framework, as well as low melting point Ni-based alloy powders with B and Zr as wetting agents by high-energy ball milling, respectively. A Ni-based ODS alloy with excellent performance was prepared by the way of spark plasma sintering after mixing two kinds of powder in the optimal ratio. The influence of sintering temperature and the content of low melting point powder in composite powder on the microstructure and mechanical properties of the alloy was studied. The results showed that dispersed oxides could be observed in the alloy structure prepared by this method, and the room-temperature strength was improved compared to MA754 alloy, but the plasticity decreased. As the content of low melting point alloy in the composite powder increases, the alloy structure first becomes small and uniform, then acicular aggregate phases and coarse block phases appear. The tensile strength of the alloy shows a trend of first increasing and then decreasing. When the sintering temperature is 1025 °C and the content of low melting point alloy powder in the composite powder is 3 wt.%, the alloy has the highest tensile strength of 951.87 MPa, which is significantly improved compared to commercial MA754 alloy. Additionally, the maximum elongation is 11.18%.

Keywords: Mechanical alloying; Spark plasma sintering; ODS alloy; Y_2O_3 particle reinforcement

Corresponding author: Xiaoqiang Li, Ph. D., Professor, National Engineering Research Center of Near-Net-Shape Forming for Metallic Materials, South China University of Technology, Guang Zhou, 510641, China, Tel: 020-87111080, E-mail: lixq@scut.edu.cn

收到初稿日期: ?; 收到修改稿日期: ?

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金项目(2023A1515010384); 华南理工大学中央高校基本科研业务费项目(2023ZYGXZR005)

作者简介: 李小强, 男, 1972年生, 博士, 教授, 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东广州 510641, 电话: 020-87111080, E-mail: lixq@scut.edu.cn