

特约专栏

# 粉末冶金难变形材料热静液挤压技术进展

胡连喜, 王尔德

(哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

**摘要:** 综述了热静液挤压技术在烧结态粉末冶金难变形材料挤压成形与粉末体高致密化固结方面的研究进展。简述了热静液挤压工艺原理、工艺特点与适用范围, 分析了热静液挤压润滑层形成的影响因素, 介绍了热静液挤压润滑介质研制和热静液挤压技术在粉末冶金高比重钨合金、 $\gamma$ -TiAl 基合金材料的挤压成形以及纳米晶铝合金、弥散强化铜合金、NdFeB 永磁合金等金属粉末体材料的高致密化固结成形方面的应用, 指出了热静液挤压工艺的技术优势与发展前景。

**关键词:** 高比重钨合金;  $\gamma$ -TiAl 基合金; 金属纳米晶材料; 热静液挤压; 组织性能

**中图分类号:** TG146.21 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2011)07-0048-08

## Progress in Hot Hydrostatic Extrusion of Powder Metallurgy Hard Metallic Materials

HU Lianxi, WANG Erde

(School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**Abstract:** Recent research progress in hot hydrostatic extrusion of both sintered powder metallurgy hard metallic materials and powder compacts is reviewed. Both the fundamentals and the technical features and application potentials of the technique are introduced, and the factors affecting the formation and stability of the lubricant layer during extrusion are analyzed. In particular, examples for the development of the lubricant for hot hydrostatic extrusion are presented and the applications of the hot hydrostatic extrusion process to the forming of sintered P/M heavy tungsten alloy,  $\gamma$ -TiAl based alloy products and the full densification and consolidation of nanocrystalline powders of aluminum alloys, dispersion strengthened copper alloys, and NdFeB magnetic alloys are addressed. Based on this, summary remarks are presented on the advantageous aspects and the prospects of the technique.

**Key words:** heavy tungsten alloy;  $\gamma$ -TiAl based alloy; metallic nanocrystalline materials; hot hydrostatic extrusion; microstructure and mechanical properties

### 1 前言

挤压是一种常用的金属塑性加工工艺, 也是一种实现金属粉末材料高致密化固结成形的有效工艺方法<sup>[1-3]</sup>。挤压工艺的主要优点在于: 材料在三向压应力状态下发生塑性变形, 提高了工艺塑性与可允许变形程度, 有利于进行单道次大变形率加工。但是, 对于塑性差、变形抗力很大的难变形材料, 采用常规挤压工艺, 往往存在挤压变形力过大、模具强度难以满足要求、挤压材料容易产生裂纹缺陷等问题, 使挤压过程难以实现。

热静液挤压(Hot Hydrostatic Extrusion), 是一种改进的挤压工艺方法<sup>[4-5]</sup>。其不同于常规挤压之处在于: 在热静液挤压过程中, 坯料被热态粘性润滑传力介质包

覆而完全与模具隔离, 压力机载荷通过挤压凸模传递到挤压介质, 坯料在挤压介质静液压力的作用下产生塑性变形, 并在被挤压介质包覆的状态下由挤压凹模口挤出, 如图1所示。

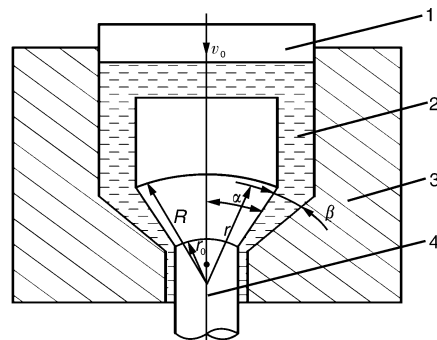


图1 热静液挤压工艺示意图: 1—挤压凸模, 2—挤压介质, 3—挤压凹模, 4—挤压件

Fig. 1 Schematic illustration of hot hydrostatic extrusion process:

1 - punch, 2 - lubricant, 3 - female die, and 4 - work-piece

收稿日期: 2011-03-03

通信作者: 胡连喜, 男, 1961年生, 工学博士, 博士生导师

热静液挤压过程中,由于挤压坯料与模具之间存在传力润滑挤压介质,它既大大减少了摩擦力,也能在很大程度上阻止高温坯料向低温模具传热。因此,热静液挤压工艺具有显著降低挤压力、减少模具磨损、提高模具寿命、坯料变形均匀等优点,它非常适合难变形金属材料的挤压成形。本文简要介绍热静液挤压工艺及其在钨合金、 $\gamma$ -TiAl 基合金挤压成形及纳米晶金属粉末材料高致密化固结成形等方面的应用。

## 2 挤压润滑层形成的理论分析

在热静液挤压过程中,形成一定厚度的连续稳定挤压介质润滑层,是实现稳态挤压的关键。参照图1,挤压介质润滑层厚度,可用沿圆锥面切向流动的流体压力梯度微分方程描述<sup>[6]</sup>:

$$\frac{dp_1}{dr} = \frac{12\eta v_p R^2}{r^2 h^3} (R-r) \cos\alpha \sin\beta \quad (1)$$

式中:  $p_1$ —与锥顶距离为  $r$  的切向挤压润滑层中的介质压力, MPa;  $\eta$ —挤压介质的运动粘度, Pa·s;  $h$ —介质厚度, 且有  $h = r\beta$ , mm;

由于夹角  $\beta$  很小, 可以有  $\sin\beta = \beta$ , 利用挤压模具出口处挤压流动压力为 0 的边界条件, 即  $r = r_0$ ,  $p_1 = 0$ 。对式(1)积分, 可得:

$$p_1 = [3\eta v_0 R^3 (\frac{1}{r_0^4} - \frac{1}{r^4}) \cos\alpha - 4\eta R^2 v_0 \cdot (\frac{1}{r_0^2} - \frac{1}{r^2}) \cos\alpha] \cdot \beta^{-2} \quad (2)$$

式(2)表示了热静液挤压过程中,在挤压模具锥形面与坯料之间的挤压介质中任意一点的压力。由于在坯料进入变形区之前的直壁部分的流动摩擦力很小,可以忽略。因此,作为热静液挤压的支撑载体,挤压介质作用在坯料上的轴向总压力应与消耗于变形体上的挤压力  $P$  相等,在静液挤压形成有效液体润滑时的单位挤压力  $p_b$ , 可由上限法求得<sup>[7]</sup>:

$$p_b = f(\alpha) \ln(\lambda) \sigma_0 + \frac{2}{\sqrt{3}} = (\frac{\alpha}{\sin^2 \alpha} - \cot \alpha) \sigma_0 + 2 \frac{v_f \eta}{R_f} [\cot \alpha \cdot \cos^2 \alpha \cdot (\frac{1}{\lambda})^{3/2} + \frac{L}{R_f}] + 4 \sqrt{\frac{v_f \eta \sigma_0}{R_f} f(\alpha) \{ \frac{\cot \alpha \cdot \cos^2 \alpha}{3} [1 - (\frac{1}{\lambda})^{3/2}] + \frac{L}{R_f} \}} \quad (3)$$

式中:  $\sigma_0$ —变形材料在此温度下的流动应力, MPa;

$f(\alpha)$ —一只与夹角  $\alpha$  有关的常数, 当  $\alpha < 45^\circ$  时,  $f(\alpha) \cong 1$ ;

$\lambda$ —挤压比;

$v_f$ —模具出口处的速度,  $v_f \cong \lambda \cdot v_0$ ;

$L$ —挤压模具的定径带长度, mm。

由坯料轴向受力平衡关系, 可得:

$$\int_0^R p_1 \cdot 2\pi r \sin^2 \alpha \cdot dr = p_b \cdot \pi R_0^2 \quad (4)$$

由式(2), (3), (4)的关系, 可求得挤压介质在锥形面上的厚度分布情况, 其形成的夹角  $\beta$  可以表示成:

$$\beta = \sqrt{\frac{v_0 \eta A \cos \alpha}{p_b}} \quad (5)$$

式中:  $A = 3\lambda^{3/2} - 4\lambda - 6\lambda^{1/2} + 12 - 5\lambda^{-1/2}$ ,  $\lambda$  为挤压比。

从式(3)和(5)可知, 热静液挤压时, 形成液体润滑层的厚度受工艺参数的影响很大。改变挤压速度、挤压比、挤压模具锥角、工作介质粘度等, 都将对润滑层角产生影响, 从而对润滑层的厚度产生影响。因此, 为了实现稳态热静液挤压过程, 必须根据坯料流动应力特性, 合理确定模具结构与挤压工艺条件, 尤其是正确选择挤压介质成分配方, 以满足其工作温度与粘度性能的要求。

## 3 热静液挤压介质

挤压介质的物理与力学性质, 直接影响到是否能够保证挤压坯料真正在静液压力作用下进行挤压变形, 它是实现稳定挤压过程的关键所在。因此, 挤压介质不仅应当在工作温度下具有合适的动力学粘度和良好的润滑能力, 而且应该是热稳定的、低导热的, 且不与模具和坯料发生化学反应。石墨晶体是六方晶系层片状结构, 在剪应力作用下, 具有良好的润滑性能。在石墨中添加低温玻璃粉, 当其处于熔融状态时, 不仅具有粘性流体的传力性质, 它本身也是一种优良的润滑剂。针对热静液挤压工艺要求, 郭银运等<sup>[8-9]</sup>研制了以石墨与低温玻璃粉为主要组成的热静液挤压传力润滑介质。其中, 常用的低温玻璃有 2 种, 1 种是以  $P_2O_5$  与  $Na_2O$  为主要成分的 BD-2 玻璃, 另 1 种是以  $SiO_2$  和  $B_2O_3$  为主要成分的 BSG-1 玻璃, 具体成分如表 1、表 2 所示。BSG-1 玻璃的软化温度高于 BD-2 玻璃, 即相同温度下前者的粘度高于后者。

表 1 BD-2 玻璃的化学成分

Table 1 Chemical composition of BD-2 glass					
Composition	$P_2O_5$	$Na_2O$	PbO	$K_2O$	Others
Content, w/%	50	25	8	10	7

表 2 BSG-1 玻璃的化学成分

Table 2 Chemical composition of BSG-1 glass						
Composition	$SiO_2$	$B_2O_3$	CaO	NaF	$Na_2O$	Others
Content, w/%	30.5	39.5	10.3	5.5	9	5.2

图 2 所示为实验测定的不同成分配方挤压介质在不同工作温度下的粘度。可以看出, 随 BD-2 玻璃含量的增加, BD-2/石墨挤压介质的粘度下降。但是, 在温度

较低时,粘度随 BD-2 含量增加而降低比高温时更明显。因此, BD-2/石墨型挤压介质适合于在 650 ℃ 及其以下温度使用,当使用温度超过 650 ℃,其粘度过低且难以通过改变 BD-2 玻璃含量来调整。在工作温度高于 700 ℃ 时,采用 BD-2/BSG-1/石墨型挤压介质较为合适,通过改变 BSG-1 的含量,可在较大范围内调整其粘度,满足不同热静液挤压工艺条件的需要。

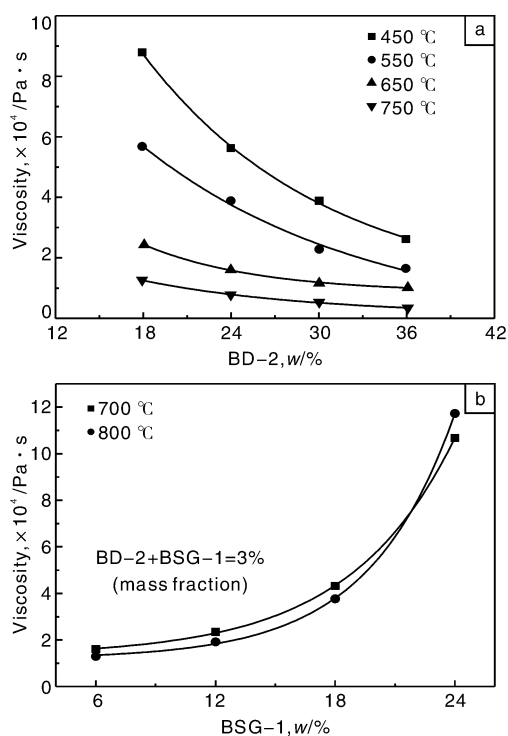


图2 挤压介质粘度与成分配方及工作温度的关系:  
(a) BD-2/石墨型, (b) BD-2/BSG-1/石墨型

Fig. 2 Dependence of lubricant viscosity on composition and temperature: (a) BD-2/graphite type and (b) BD-2/BSG-1/graphite type

挤压介质的选择是否合适,可以从挤压力的大小得以反映。一般来说,在挤压材料及工艺条件不变的情况下,挤压过程所需挤压力最小则表明该挤压介质配方最为合理。若挤压介质粘度过大,则摩擦力相应增大,所需挤压力增大;若工作介质粘度过低,则挤压过程难以形成厚层合适的连续流体润滑,也使挤压力增大。经工艺试验证明,通过合理选择成分配方,上述两种介质完全能够适应钨合金、 $\gamma$ -TiAl 基合金、纳米晶金属粉末等不同材料的热静液挤压工艺要求。

## 4 热静液挤压工艺的应用

### 4.1 高密度钨合金

高密度钨合金是典型的粉末冶金难变形材料,在国防工业领域被广泛用于制作各种杆式动能穿甲弹弹芯及

导弹毁伤单元组件。但是,常规粉末冶金液相烧结钨合金的强度性能相对较低,严重制约了其作为弹芯使用时的穿甲性能。因此,探索提高钨合金强度的有效方法,具有极其重要的意义。

钨合金的强化方法,主要有细化钨颗粒尺寸、改变粘结相成分、优化烧结工艺与热处理规范、变形强化等<sup>[10-20]</sup>,其中以变形强化的效果最为显著和实用。尽管采用轧制、旋转锻造、挤压工艺,均可实现高密度钨合金材料的变形强化,然而,由于钨合金是典型的低塑性难变形材料,无论从避免产生变形缺陷或提高强化效果而言,挤压工艺是最佳选择。尤其是近净挤压技术,它具有润滑条件好、坯料变形均匀、无需金属包套、挤压模中不留残料等优点。

图3所示为哈工大采用热静液挤压工艺获得的

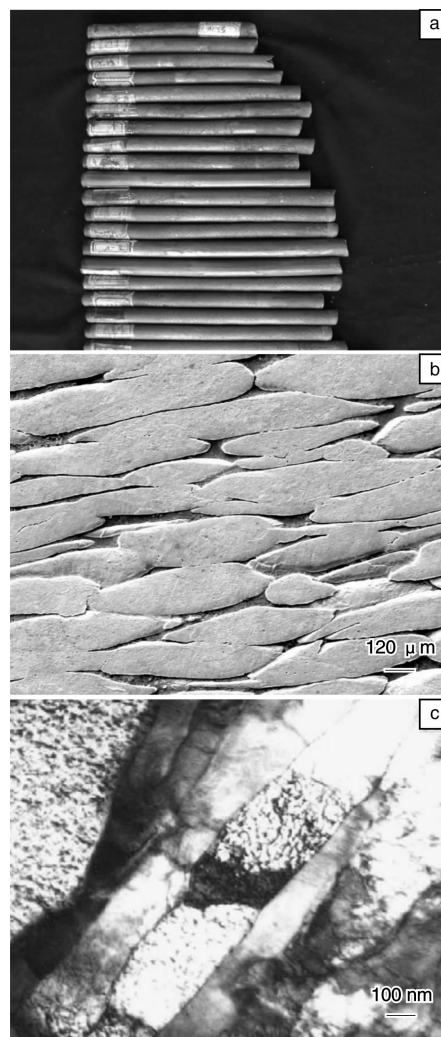


图3 热静液挤压钨合金棒材照片(a)及显微组织的 SEM 照片(b)与 W 相 TEM 照片(c)

Fig. 3 Hot hydrostatically extruded tungsten alloy bars (a), SEM observation of microstructure (b), and TEM observation of W phase (c)

93W-4.9Fe-2.1Ni 合金棒材的实物照片(挤压比 2.5~4)(a)及其金相组织(b)与 W 相的 TEM 照片(c),挤压温度为 1 200 ℃。可以看出,经热静液挤压后,原烧结态钨合金中的近球状或等轴状钨颗粒沿挤压方向被拉长,变成了长椭球状 W 颗粒;同时,在 W 颗粒内部,由于挤压过程 W 相本身的大塑性变形而形成了高密度位错胞以及沿挤压方向的长条带状亚晶组织,亚晶界较为平直,其内存在大量的位错缠结。这是由于 W 相的再结晶温度通常高达 1 650~1 800 ℃,因此,在 1 200 ℃进行热静液挤压时,对 W 相而言,并不属于传统热变形范畴,所以,它具有明显的形变组织特征。顺便指出,热静液挤压,它并不一定意味着坯料是在传统的热变形温度进行挤压,而是强调挤压介质是在热粘性状态下工作。

表 3 给出了热静液挤压 93W-4.9Fe-2.1Ni 合金的力学性能,为了比较强化效果,表中也列出了相关文献报

道的旋锻、包套挤压、冷静液钨合金材料的力学性能数据。可以看出,挤压工艺的强化效果,明显优于旋锻工艺。在挤压工艺中,静液挤压的强化效果又优于包套挤压。其中,旋锻工艺在变形量小时,材料强度提高很有限;变形量大时,强度有较大提高,但塑性下降很多。冷静液挤压钨合金材料,虽然强度最高,但延伸率下降幅度也比较大。热静液挤压钨合金材料,不仅强化效果好,而且延伸率最高,即综合力学性能最好。因此,热静液挤压是钨合金材料形变强化的最佳工艺途径。

关于钨合金变形强化的机制,主要包括两个方面:其一,变形使烧结态钨合金的近球状或等轴状的钨颗粒变成长椭球状钨颗粒,增加了其长径比,从而产生类似短纤维增强的强化效果。其二,W 相内部形成的以变形亚晶与高密度位错胞或位错缠结为特征的形变组织引起的 W 相本身加工硬化或形变强化。因此,如表 3 所示,钨合金强度总是随变形量的增加而增加。

表 3 形变强化高密度 W 合金的力学性能

Table 3 Mechanical properties of deformation strengthened high density tungsten alloy

Composition	Processes	Area reduction/%	Tensile strength/MPa	Elongation/%	Ref.
93W-4.9Ni-2.1Fe	HHE	0	960	23	[21]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HHE	60	1300	15.2	[21]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HHE	65	1350	12.5	[21]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HHE	70	1410	11.2	[21]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HHE	75	1540	9.2	[21]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HRF	18	1199	7.6	[22]
90W-7Ni-3Fe	HRF	18	1136	10.8	[23]
93W-5Ni-2Fe	HRF	17	1103	13	[24]
93W-5Ni-2Fe	MHRF	72.6	1430	14	[25]
93W-5Ni-2Fe	CHE	59	1590	4	[26]
93W-5Ni-2Fe	CHE	59	1592	8.2	[20]
93W-5Ni-2Fe	CHE	85	1736	5.6	[20]
93W-4.9Ni-2.1Fe	HCE	80	1496	3.3	[19]

HHE—hot hydrostatic extrusion; HRF—hot rotary forging; MHRF—multi-pass hot rotary forging;  
CHE—cold hydrostatic extrusion; HCE—hot clad extrusion

#### 4.2 $\gamma$ -TiAl 基合金

$\gamma$ -TiAl 基合金,是以  $\gamma$ -TiAl 相为主的 Ti-Al 金属间化合物材料,它具有密度低、高温比强度与比模量高、抗高温蠕变与氧化性能好等优点,是极具发展前景的轻质耐高温结构材料,可望替代或部分替代镍基高温合金,用于制作发动机涡轮盘、叶片、排气阀门等高温结构零件<sup>[27~29]</sup>。

$\gamma$ -TiAl 的晶体结构为面心四方 L10 型有序结构,晶体对称性低,滑移系少,室温塑性差是其固有的力学特性。采用铸造方法,虽然较易实现  $\gamma$ -TiAl 基合金零件成形,但铸件的力学性能尤其是塑性很差。因此,高性能

$\gamma$ -TiAl 基合金构件,必须采用热塑性加工方法成形。其中,挤压工艺在  $\gamma$ -TiAl 基合金的组织细化、锻件坯料制备、细长轴类零件成形等方面,具有很大的技术优势。

目前,国外主要采用包套挤压对  $\gamma$ -TiAl 基合金进行挤压加工<sup>[28]</sup>。包套挤压的缺点是,包套和去包套过程复杂、工艺周期较长、成本高。为了克服包套挤压的不足,我们进行了  $\gamma$ -TiAl 基合金热静液挤压研究,成功实现了  $\phi 10 \sim 20$  mm 棒材的挤压成形。主要工艺参数:模具温度 350~400 ℃,BD-2/BSG-1/石墨型挤压介质,预热温度 600 ℃,坯料挤压温度 1 200 ℃,挤压比 3.6~4.0。在此工艺条件下,获得了表面质量好、无裂纹等

缺陷的挤压棒材,其组织非常细小均匀,平均晶粒尺寸约为  $5\ \mu\text{m}$ ,其中( $\alpha_2 + \gamma$ )共生片层的平均厚度约  $150\ \text{nm}$ ,如图 4 所示。

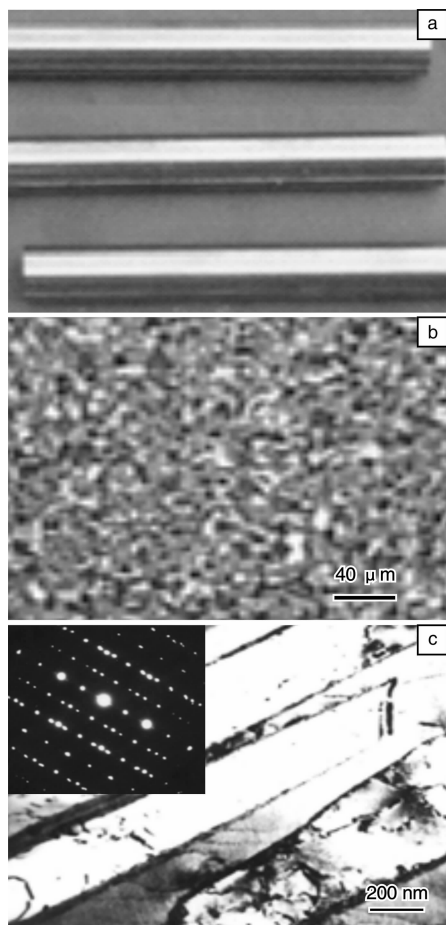


图 4 热静液挤压  $\gamma$ -TiAl 基合金棒材照片(a)、金相照片(b)与 TEM 照片及 SAED 花样(c)

Fig. 4 Hot hydrostatically extruded  $\gamma$ -TiAl-based alloy bars macrophoto (a), metallograph (b), and TEM micrograph with SAED pattern(c)

由于热静液挤压  $\gamma$ -TiAl 基合金组织非常细小均匀,其力学性能优异。研究发现,挤压态 Ti-47Al 合金室温力学性能达到:  $R_{p0.2} = 520.3\ \text{MPa}$ ,  $R_m = 628.1\ \text{MPa}$ ,  $A = 2.09\%$ ,  $800\ ^\circ\text{C}$  高温力学性能达到:  $R_{p0.2} = 379.3\ \text{MPa}$ ,  $R_m = 433.6\ \text{MPa}$ ,  $A = 24.8\%$ 。通过对拉伸断口的 SEM 观察,发现室温断口为沿晶与解理混合型特征,与一般粗晶脆性材料的纯解理断口有很大的区别。 $800\ ^\circ\text{C}$  高温断口形貌为典型的沿晶断裂,很少观察到穿晶解理面。这表明,由于材料晶粒细小均匀,晶界滑移和变形协调作用对变形的贡献很大,材料体现出良好的塑性指标。热静液挤压 Ti-47Al 合金的室温与高温拉伸曲线如图 5 所示,图 6 为拉伸断口的 SEM 照片。

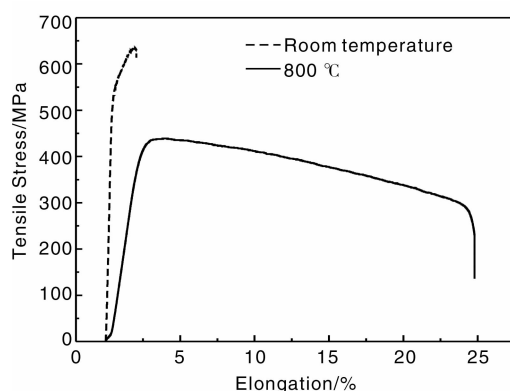


图 5 热静液挤压 Ti-47Al 合金的拉伸曲线

Fig. 5 Tensile curves of hot hydrostatically extruded Ti-47Al alloy

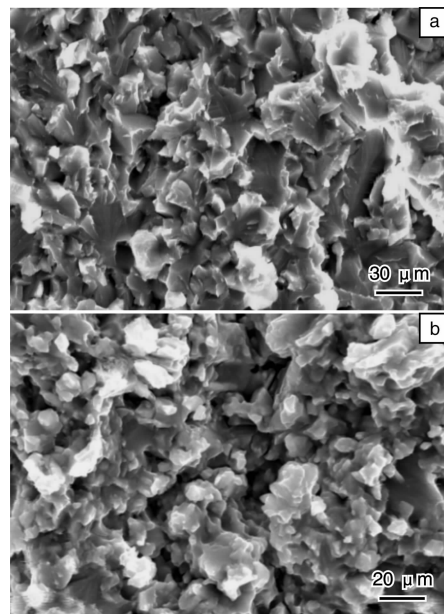


图 6 热静液挤压 Ti-47Al 合金拉伸断口的 SEM 照片

Fig. 6 SEM micrographs of fracture surface of hot hydrostatically extruded Ti-47Al alloy: (a) room-temperature and (b)  $800\ ^\circ\text{C}$

#### 4.3 纳米晶金属粉末材料

纳米晶材料是指晶粒尺寸在  $1 \sim 100\ \text{nm}$  的材料。由于其组织结构特殊性,纳米晶材料具有许多优异的物理与力学性能。金属纳米晶组织的获得,一般只有通过非平衡凝固(快速凝固)或机械合金化方法才容易实现,但这两类方法通常只能制备出粉末或薄带材料。而从实际应用而言,通常需要的是大块致密纳米晶材料。由于纳米晶组织的热稳定性差,常规粉末冶金固结成形工艺方法,容易造成晶粒的过度长大。因此,我们采用热静液挤压工艺方法,对纳米晶金属粉末材料在相对较低温度下的固结致密与成形,进行了探索研究。

现代航空航天、汽车等工业的迅速发展,对高比强

铝合金的需求日益增加。为了提高 2024 铝合金的强度性能,我们采用快速凝固与机械合金化相结合方法,制备了 2024 铝合金纳米晶粉末<sup>[30]</sup>。在适当工艺条件下,对该粉末材料进行热静液挤压固结成形后,其晶粒尺寸能控制在 150 nm 以下,力学性能优异,室温屈服强度和抗拉强度分别达到 510 MPa 和 550 MPa,延伸率 12%。若在 450 °C 挤压成形后直接进行淬火固溶处理,再经 150 °C × 6 h 时效,材料的室温屈服强度和抗拉强度可进一步提高到 580 MPa,且延伸率能保持原有水平<sup>[9, 31]</sup>。

在机械合金化制备的耐热铝合金中,Al-Fe-Ni 合金具有轻质、高强和优良的耐热性能,被认为是 Ti 合金的强有力挑战者<sup>[32]</sup>。文献[33, 34]报道了机械合金化与热静液挤压相结合制备 Al-4.9Fe-4.9Ni 合金及其组织性能。研究表明,晶粒尺寸为 13 nm 左右的机械合金化 Al-4.9Fe-4.9Ni 合金粉末,采用热静液挤压工艺固结成块体材料后,平均晶粒尺寸可控制在 100 ~ 150 nm,室温强度高达 650 MPa,且在 300 °C 其强度仍能保持在 280 ~ 300 MPa。

与 Al-Fe-Ni 合金相比,Al-Ti 合金具有更轻的特点。研究表明<sup>[35-36]</sup>,机械合金化可以使 Ti 在 Al 中的固溶量达到 8.2% (质量分数),晶粒尺寸细化至 28 nm。机械合金化纳米晶 Al-10Ti 合金粉末,在适当工艺条件下经热静液挤压固结致密后,其平均晶粒尺寸可控制在 100 nm 以下,材料的室温抗拉强度最高达 700 MPa。而且,该材料具有很好的组织热稳定性,在 500 °C 经 50 h 热暴露处理后,晶粒尺寸仅长大至 220 nm 左右,室温抗拉强度仍可达 460 MPa 以上。

高强高导电弥散强化铜基合金用于制作各种电极和电触头元件方面有着广泛的应用前景。由于固溶强化和冷形变强化会使这类材料的导电性有较大降低,沉淀强化、弥散强化和细化晶粒便成为这类材料的主要强化手段。因此,机械合金化在制备高强高导电铜基合金具有独特的优势。文献[37, 38]报道了机械合金化制备纳米晶 Cu-5% Cr (质量分数) 合金粉末及该纳米晶粉末经热静液挤压固结成形后的力学性能与导电性。结果表明,机械合金化制备纳米晶 Cu-5% Cr 合金粉末在 600 ~ 800 °C 范围内固结成形后,其晶粒尺寸为 100 ~ 120 nm,抗拉强度为 800 ~ 1 000 MPa,导电性为 (53% - 70%) IACS。当挤压温度较低时,所成形的材料晶粒较为细小、同时固溶于 Cu 中的 Cr 以共格形式析出,抗拉强度很高,但导电性相对较低;当挤压温度较高时,材料晶粒长大比挤压温度低时要明显一些、固溶于 Cu 中的 Cr 以非共格形式析出,抗拉强度有所降低,但导电性

提高。

Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/α-Fe 纳米晶复相永磁材料,是一种新型高性能永磁材料<sup>[39-41]</sup>。稀土永磁相 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 与软磁相 α-Fe 的磁交换耦合作用产生剩磁增强效应,可大幅提高剩磁和磁能积。因此,纳米复相永磁材料,一直是国内外研究的热点。但是,目前研究主要集中在这类材料粉末及粘结磁体制备方面,关于高致密磁体制备的研究很少。根据磁学理论,在合金成分与微观组织相同的条件下,提高磁体致密度,可以大大提高纳米复相永磁材料磁体的磁性能。因此,我们采用粉末包套后进行热静液挤压的方法,对高致密 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/α-Fe 纳米晶复相永磁材料磁体的制备,进行探索性研究工作<sup>[42-43]</sup>。采用机械合金化方法,制备了由非晶化 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 和晶粒尺寸 10 nm、体积分数 20% 的 α-Fe 相组成的 NdFeB 合金粉末,在 950 ~ 1 100 °C 温度进行热静液挤压后,可获得具有 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/α-Fe 双相组织的高致密磁体。研究发现:磁体晶粒尺寸随挤压温度的提高而长大,但当挤压温度不超过 1 050 °C 时, Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 与 α-Fe 的晶粒尺寸可控制在 50 nm 以下,而超过此温度进行挤压则晶粒尺寸显著长大;随挤压温度的升高,磁体的相对密度先增大后减小,当挤压温度为 1 050 °C 时,其相对密度最高,达到 98.4%;在 1 050 °C 挤压获得的磁体,具有最佳磁性能。上述工作,虽然只是探索性的,但无疑为高致密纳米晶 NdFeB 磁体的制备提供了新思路,值得进一步深入研究与探讨。

## 5 结 语

与常规挤压工艺相比,热静液挤压工艺具有降低挤压力及其对模具强度的要求、减少模具磨损和提高模具寿命、改善材料变形均匀性、不残留挤压余料、易于实现大挤压比变形等优点,是一种先进的挤压近净成形技术,尤其非常适合于粉末冶金难熔、难变形金属材料挤压加工以及快速凝固、机械合金化等非平衡金属粉末材料的高致密化固结成形。随着航空航天、兵器、汽车等工业的快速发展与技术进步,对各种高强难变形材料以及纳米晶等特殊组织结构材料的需求越来越多,采用传统成形工艺方法,一般很难同时保证这类材料的顺利成形与高性能指标的双重要求,而热静液挤压工艺正好可以填补它们的空白,可为这类材料的应用提供成形技术支持。因此,热静液挤压技术的发展与应用前景是广阔的。

## 参考文献 References

- [1] Roberts P R, Ferguson B L. Extrusion of Metal Powders[J]. *Inter Mater Reviews*, 1991, 36(2): 62 - 78.

- [2] Galantya M, Kazanowskib P, Kansuwanb P, *et al.* Consolidation of Metal Powders during the Extrusion Process [J]. *J Mater Proc Technol*, 2002, 125/126: 491–496.
- [3] Sheppard T, Chare P J M. The Extrusion of Atomized Aluminum Powders[J]. *Powder Metallurgy*, 1972, 15(29): 17–41.
- [4] Inoue N, Nishihara M. *Hydrostatic Extrusion-Theory and Application* [M]. Elsevier Applied Science Publisher Ltd, 1985: 63–71.
- [5] Nishihara M, Oguchi M N. Hot Hydrostatic Extrusion of Non-Ferrous Metals[C]. *Proc 18<sup>th</sup> Inter MTDR Conf*, London: Imperial College, 1977: 91–96.
- [6] Su Erhuang (苏尔皇). *Hydraulic Fluid Mechanics*(液压流体力学) [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 1988: 208–222.
- [7] Wu Shichun (吴诗淳). *Extrusion Theory* (挤压理论) [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 1994: 174–180.
- [8] Guo Yinyun (郭银运). *Research on Hot Hydrostatic Extrusion of 95W-5Fe/Ni/Co Alloy* (95W-5Fe/Ni/Co 合金热静液挤压工艺研究) [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 1992.
- [9] Li Zhimin. *Research on Hot Hydrostatic Extrusion Technology for Densification of Mechanically Milled 2024 Aluminum Alloy Powders Billets* (机械球磨 2024 铝合金粉末热静液挤压致密化工艺研究) [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 1997.
- [10] German R M. *Tungsten & Tungsten Alloys-1992* [M]. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1992.
- [11] Lu Daming (吕大铭). Research Progress in the Strengthening of Tungsten Heavy Alloys (钨基高密度合金强化研究的动向和进展) [J]. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程), 1998, 27: 17–18.
- [12] Huang J H, Zhou G A, Zhu C Q, *et al.* Influence of Pre-Alloyed Ni-Fe-Mo Binder Metal on Properties and Microstructure of Tungsten Heavy Alloys[J]. *Materials Letters*, 1995, 23: 47–53.
- [13] Kuan-Hong Lin, Chen-Sheng Hsu, Shun-Tian Lin. Variables on the Precipitation of an Intermetallic Phase for Liquid Phase Sintered W-Mo-Ni-Fe Heavy Alloys [J]. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2002, 20: 401–408.
- [14] Soon H Hong, Ho J Ryu. Combination of Mechanical Alloying and Two-Stage Sintering of a 93W-5.6Ni-1.4Fe Tungsten Heavy Alloy [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 344: 253–260.
- [15] Wu G C, You Q, Wang D. Influence of the Addition of Lanthanum on a W-Mo-Ni-Fe Heavy Alloy [J]. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 1999, 17: 299–304.
- [16] Liang G X, Wang E D. Influence of Hot Extrusion on Microstructure and Mechanical Properties of Tungsten Based Heavy Alloy [J]. *Materials Science and Technology*, 1996, 12: 1 032–1 034.
- [17] Shi Honggang (史洪刚), Qi Zhiwang (齐志望), Guo Zhijun (郭志俊), *et al.* Influence of Swaged Deformation Levels on Properties of Tungsten Alloys (锻造变形量对钨合金材料性能的影响) [J]. *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程), 1998, 21(4): 1–5.
- [18] Li Zhi (李志), Yang Yunlin (杨蕴林), Xi Jukui (席聚奎). Deformation Strengthening of Tungsten Heavy Alloy by Swaging (高比重钨合金的旋锻形变强化) [J]. *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程), 1998, 21(2): 56–59.
- [19] Wendy L, Lee M J, Deepak K. Improving Mechanical Properties of Tungsten Heavy Alloy Composites through Thermo-Mechanical Processing[C]//*Proceedings of the International Symposium on Tungsten and Tungsten Alloys*. Adelphi: Army Research Lab, MD, 1993: 127–134.
- [20] Zhang Zhaohui, Wang Fuchi. Research on the Deformation Strengthening Mechanism of a Tungsten Heavy Alloy by Hydrostatic Extrusion [J]. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2001, 19: 177–182.
- [21] Yu Yang, Hu Lianxi, Wang Erde. Microstructure and Mechanical Properties of a Hot-Hydrostatically Extruded 93W-4.9Ni-2.1Fe Alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 435/436: 620–624.
- [22] Yu Yang (于洋). *Research on Hot Deformation Strengthening and Microstructure of 93W-4.9Ni-2.1Fe alloy* (93W-4.9Ni-2.1Fe 合金热变形强化与显微组织研究) [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2005.
- [23] Robert J D, Kenneth J T. *Strain Aging in Tungsten Heavy Alloys* [M]. Washington: Ministry of Defence, 1989, AD-A211166.
- [24] Tusit W, Patricia A B, Ronald S. *Deformation and Failure of 93W-5Ni-2Fe alloy at High Strain Rate Shear Loading* [M]. Ministry of Defence, 1992, AD-A251345.
- [25] Qi Zhiwang (齐志望), Fan Chunshang (樊存山), Hou Fuqing (侯福青), *et al.* Microstructure Characteristics of Tungsten Heavy Alloys by Large Swaged Deformation (大变形锻造钨合金显微组织特征研究) [J]. *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程), 1999, 22(4): 18–22.
- [26] Zhang Zhaohui (张朝晖), Wang Fuchi (王富耻), Li Shukui (李树奎), *et al.* Deformation Strengthening of Tungsten Heavy Alloys by Hydrostatic Extrusion (高比重钨合金的静液挤压强化) [J]. *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程), 2000, 23(4): 28–32.
- [27] Appel F, Brossmann U, Christoph U, *et al.* Recent Progress in the Development of Gamma Titanium Aluminide Alloys[J]. *Adv Eng Mater*, 2000, 2(11): 699.
- [28] Clemens H, Kestler H. Processing and Applications of Intermetallic  $\gamma$ -TiAl Based Alloys [J]. *Adv Eng Mater*, 2000, 2(9): 553.
- [29] Knippscheer S, Frommeyer G. Intermetallic TiAl (Cr, Mo, Si) Alloys for Light Weight Engine Parts [J]. *Adv Eng Mater*, 1999, 1(3–4): 1 348.
- [30] Liang Guoxian, Li Zhichao, Wang Erde, *et al.* Structural Change of Rapidly Solidified 2024 Aluminium Alloy Powders in Mechanical Milling and Subsequent Consolidation process[J]. *J*

- Mater Proc Technol*, 1996, 58: 247.
- [31] Lianxi Hu, Zhimin Li, Erde Wang. Influence of Extrusion Ratio and Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of 2024 Aluminium Alloy Consolidated from Nanocrystalline Alloy Powders via Hot Hydrostatic Extrusion [J]. *Powder Metallurgy*, 1999, 42(2): 153.
- [32] Fisher J J, Weber J H. Mechanical Alloying Spreads Its Wings [J]. *Advanced Materials Processing*, 1990, (10): 43.
- [33] Guoxian Liang, Zhimin Li, Erde Wang. Hot Hydrostatic Extrusion of Mechanically Alloyed Al-4.9Fe-4.9Ni powders [J]. *J Mater Sci and Technol*, 1994, 10: 285.
- [34] Liang Guoxian, Li Zhimin, Wang Erde, et al. Hot Hydrostatic Extrusion and Microstructure of Mechanically Alloyed Al-4.9Fe-4.9Ni Alloy [J]. *J Mater Proc Technol*, 1995, 55: 37.
- [35] Liang Guoxian, Li Zhichao, Wang Erde. Thermal Stability of the Mechanically Alloyed Al-10Ti Nanocrystalline Alloy during Consolidation Process [J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 1995, 5(4): 127.
- [36] Li Zhichao(李志超). *Research on the Preparation and Properties of Mechanically Alloyed Al-10Ti alloy* (机械合金化 Al-Ti 合金的制备工艺及性能研究) [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 1997.
- [37] Hu Lianxi, Wang Xiaolin, Wang Erde. Fabrication of High Strength Conductivity Submicron Crystalline Cu-5% Cr Alloy by Mechanical Alloying [J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2000, 10(2): 209.
- [38] He Wenxiong, Wang Erde, Hu Lianxi, et al. Effect of Extrusion on Microstructure and Properties of a Submicron Crystalline Cu-5 wt. % Cr Alloy [J]. *J Mater Proc Technol*, 2008, 208: 205-210.
- [39] Gutfleisch O, Bollero A, Handstein A, et al. Nanocrystalline High Performance Permanent Magnets [J]. *J Magn Magn Mater*, 2002, 242-245: 1 277-1 283.
- [40] Skomski R, Coey J M D. Giant Energy Product in Nanostructured Two Phase Magnets [J]. *Phys Rev B*, 1993, 48: 15 812-15 816.
- [41] Shi Gang, Hu Lianxi, Wang Erde. Preparation, Microstructure, and Magnetic Properties of a Nanocrystalline Nd<sub>12</sub>Fe<sub>82</sub>B<sub>6</sub> alloy by HDDR Combined with Mechanical Milling [J]. *J Magn Magn Mater*, 2006, 301: 319-324.
- [42] Wang Ying(王迎), Yu Yang(于洋), Wang Erde(王尔德), et al. 挤压制备纳米晶复相 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe 永磁材料相对密度的研究 [J]. *Powder Metallurgy Technology* (粉末冶金技术), 2006, 24(4): 267-270.
- [43] Ying Wang, Erde Wang. Research on Preparing Compact Bulk Nanocomposite Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe Magnetic Materials by Hot Extrusion [J]. *J Magn Magn Mater*, 2007, 312: 220-223

## 1 200 多名海外学子携高端科技项目归国创业

2011年6月29日,1 200多名海外高层次人才聚首大连“2011中国海创周”,携带千余个涵盖电子信息、生物医药、新材料等高端科技项目归国寻找创业之路,与祖国同发展共振兴。截至7月1日,签约合同及项目意向书共计682项,签约金额20.2亿元。全国24个省区市代表共达成海外人才岗位意向907人。

国家科技部党组副书记、副部长王志刚在开幕式上致辞。他强调,海外留学人员是我国现代化建设的宝贵人才资源,海创周主办部委将深入落实党和国家有关政策,更好实施人才强国战略,大力加强留学人员回国服务工作,充分发挥各自职能,进一步完善留学人员回国工作政策体系,切实组织实施好留学回国工作重点项目,着力营造引进留学人员回国工作的良好环境,进一步促进人才、项目、资金的有机结合,为广大留学人员回国创新、创业开辟广阔空间。

王志刚指出,留学人员回国创业人数越来越多,截至2010年底,我国留学回国人员总数达到63.2万人,其中2010年回国人数为13.5万人,增幅达24.7%,千人计划引进海外高层次人才总数达到1 143名,全国已建成各级各类留学人员创业园150余家,入园企业超过8 000家,2万余位留学人员在园内创业,有效带动了科技创新和产业结构调整,有力推动了经济发展。

“辽宁欢迎海外学子回来创业,辽宁需要海外学子投身于老工业基地振兴,辽宁也会为海外学子提供更广阔的创业天地。”辽宁省省长陈政高在开幕式上向海外学子发出热情邀请。辽宁省科技厅组织了14个城市参加海创周,设立展台展板,积极吸引海外学子回国发展创业。

连续举办11届的海创周,成为全国各地政府宣传留学人员创新创业政策、引进海外智力的重要渠道。海创周一方面为我国的产业结构调整、经济发展方式转变,引进了大批海外高层次人才;另一方面,又为海外学子学成报国提供了足够的创新创业岗位,极大地鼓舞了海外留学人员的归国热情。据了解,仅大连高新区就有海外归国学子1 000多名,由海归学子创办的科技企业数百家,占高新区高新技术企业的近半数。

本届海创周为期3天,由中央海外高层次人才引进工作小组指导,教育部、科技部、人力资源和社会保障部、国务院侨办、中科院、欧美同学会和辽宁省政府共同主办,大连市政府和辽宁省科技厅等部门承办。全国政协副主席张榕明致开幕词,开幕式由辽宁省委副书记夏德仁主持。

(摘自:科技日报)





专栏特约编辑李元元

**李元元**：男，1958年生，教授、博导，广东省金属新材料制备与成形重点实验室主任，国家金属材料近净成形工程技术研究中心主任；1997年在德国柏林工业大学金属物理所从事合作研究；第六届中国科协委员、国家自然科学基金委第八届学科评审组成员、中国机械工程学会理事、全国铸造学会副理事长、中国机械工程学会粉末冶金分会理事长、中国金属学会材料科学学会副理事长、广东省铸造学会理事长；主持国家自然科学基金、“863”计划、“九五”攻关、军工配套等24项、省部级项目32项；先后获国家级二等奖2项、省部级一等奖4项、二等奖2项；申请发明专利59项，其中授权专利40项，发表论文200余篇，被SCI收录91篇、EI收录148篇。

**曲选辉**：男，1960年生，工学博士、教授、博导；北京科技大学材料科学与工程学院院长、新材料技术研究院院长，北京市先进粉末冶金材料与技术重点实验室主任，中国材料研究学会常务理事，中



特约撰稿人曲选辉

国金属学会粉末冶金分会主任委员，国际科学技术数据委员会(CO-DATA)中国全国委员会执委，亚洲材料数据与数据库委员会(AMDC)执行主席；主持完成国家973、863、自然科学基金项目数10项；1996年入选国家人事部“百千万人才工程”，被授予“中国青年科技奖”和“全国优秀科技工作者”称号，1999年被聘为教育部长江学者特聘教授；曾获国家杰出青年科学基金，国家二等奖1项，省部级成果奖16项；获授权发明专利40余项，合作出版著作4部，发表论文360余篇，其中被SCI收录140余篇。

**吴士平**：男，1963年生，教授、博导；任中国机械工程学会铸造分会特种铸造及非铁合金专业委员会委员、黑龙江省粉末冶金学会理事、中国体视学学会材料分会理事。在钛合金精密成型研究方面开展了立式离心铸造充型及凝固过程数值模拟研究工作，建立了重力场与离心场复合作用下充型凝固耦合计算模型、预测缩孔缩松的临界补缩固相率模型及CA法凝



特约撰稿人吴士平

固组织数值模拟数学模型，近年来在高强镁合金研究领域开展了准晶颗粒增强镁合金的研究；主持国家自然科学基金项目、参加国家863、973项目各1项，2008年获黑龙江省自然科学一等奖；发表论文80余篇，获发明专利6项，主编主审参编教材各1部。

**张卫文**：男，1969年生，教授、博导；入选教育部“新世纪优秀人才支持计划”；中国铸造学会复合材料技术委员会委员，广东省铸造学会理事。；主持国家自然科学基金、广东省技术创新项目等10项，参与国家科技支撑计划、国家自然科学基金-广东省联合基金重点项目、国防基础科研计划项目等30余项；曾获国家和省部级奖励8项，获Merrill A. Scheil Excellence in Metallography Award一等奖1项；发表论文100余篇，获发明专利10项。

**贺跃辉**：男，1963年生，博士、教授、博导，粉末冶金国家重点实验室常务副主任，中南大学粉末冶金研究院总工程师；2008年度国家杰出青年基金获得



特约撰稿人张卫文



特约撰稿人胡连喜

者，为教育部长江学者特聘教授，1996年破格晋升为教授；1999~2001年在美国橡树岭国家实验室和田纳西大学从事高级访问学者联合研究工作；2001年被认定为博士生导师资格。

**樊自田**：男，1962年生，教授、博导，华中科技大学材料科学与工程学院院长，兼任全国铸造学会、全国铸造学会造型材料学委会委员；2004年9~10月曾去美国California State University, Sacramento (CSUS)；University of California, Davis分校(UC Davis)；Worcester Polytechnic Institute (WPI)等大学访问学习；长期从事铸造材料、工艺及装备技术研究与应用开发；获省部级一等奖1项、二、三等奖3项；发表论文150余篇，获国家发明专利6项，出版著作5部。



特约撰稿人贺跃辉



特约撰稿人樊自田

**胡连喜**：男，1961年生，博士、教授、博导；1999~2000年为英国伯明翰大学高级访问学者、2002~2004年为加拿大魁北克大学客座教授；现任中国机械工程学会粉末冶金分会常委兼副总干事，中国金属学会粉末冶金分会委员，中国有色金属学会粉末冶金与金属陶瓷学术委员会委员，中国钢结构协会粉末冶金分会纳米粉末委员会副主任委员；完成国家自然科学基金、国防基础科研、总装预研、黑龙江省重大科技攻关等科研课题10余项；曾获国家发明四等奖1项，省部级科技进步一等奖2项、二等奖1项。发表学术论文100多篇，合著和参编出版著作4部。