

文章编号: 1001-3806(2006)03-0244-04

CO₂ 激光烧结金刚石微粉压坯的实验研究

刘天明, 唐霞辉*, 李立波, 蔡方寒, 秦应雄
(华中科技大学 激光技术国家重点实验室, 武汉 430074)

摘要: 为了改进金刚石微粉烧结体的机械性能, 利用现有的激光技术, 采用高功率横流 CO₂ 激光烧结金刚石微粉压坯, 研究在不同的激光工艺参数下, 烧结体中的金刚石微粉与金属粉末粘结的结合性能、微观结构以及形成机理。结果表明, 在合适的激光工艺参数下可以得到组织结构良好的金刚石微粉压坯烧结体, 显著提高烧结体的致密性和耐磨性, 开辟了一种金刚石工具制造的新工艺。

关键词: 激光技术; 激光烧结; 金刚石微粉压坯; 显微结构; 耐磨性

中图分类号: TG156.99 文献标识码: A

The experimental study on CO₂ laser sintering of diamond fine powder compact

LIU Tianming, TANG Xia-hui, LI Li-bo, CAI Fang-han, QIN Ying-xiong
(National Laboratory of Laser Technology, HUST, Wuhan 430074 China)

Abstract In order to improve diamond fine powder sinter's mechanical property, using the present laser technique, high power transverse CO₂ laser is used to sinter diamond fine powder compact to study the integrating capability in the sinter between diamond fine powder and metallic powder, microstructure and the forming mechanism of microstructure in the different laser technical parameters. The results show that the fine sintering will be gained in the reasonable laser technical parameter which can improve denseness and wear resistance, inaugurate a new technique of manufacture diamond tools.

Key words laser technique; laser sintering; diamond fine powder compact; microstructure; wear resistance

引 言

传统的金刚石工具制造主要通过电镀、钎焊、烧结等方法来完成, 由于金刚石的表面惰性较大, 与各种粘结剂之间的润湿性能相差较大, 因此, 很难形成基体与金刚石结合面上的化学冶金结合, 基体对金刚石的把持力较弱。对金刚石微粉工具而言, 现阶段金刚石微粉制品主要通过烧结炉对压坯进行烧结, 而一般的烧结金刚石工具过程中, 烧结温度受金刚石石墨化转变温度的限制, 易使金刚石与粘结剂之间的结合不牢固或导致金刚石烧损^[1], 而对于异形金刚石微粉制品(如锯齿形工件、曲面工件等), 采用常规加压烧结方法很难实现, 目前一般异形工件是通过快速成型的手段得到, 借鉴这种方法, 利用激光能使粉末压坯升温快, 并且随后冷却较快的特性, 可以使整个烧结过程时间大大减少, 能避免在较高温度下金刚石的过多烧损,

再结合金刚石工具的传统烧结成型技术, 提出金刚石微粉工具制造的新方法——金刚石微粉压坯的激光烧结成型, 既可减少金刚石的烧损, 提高烧结体中基体对金刚石的把持力, 又可进行异形烧结^[2]。作者通过实验对金刚石微粉压坯直接激光烧结成型的工艺参数及烧结机理进行分析, 为进一步进行复杂形状的金钢石制品的激光烧结提供理论和试验依据。

1 实验条件与方法

本实验采用华中科技大学激光技术与工程研究院生产的 HG-9820 型 2000W 连续 CO₂ 激光器, 波长 10.6 μ m, 多折光腔结构, 低阶模式激光输出, 光束发散角 ≤ 3 mrad, 输出额定功率 2000W, 功率调节范围 200W ~ 2000W, 功率稳定度为 $\pm 3\%$ 。

采用 RYJ-50-15 型热压机对金刚石微粉进行预压, 加热功率 50kW, 频率 50Hz, 最高压力 15MPa。

在实验中, 综合考虑各方面因素, 采用美国 ANSI B74.20-1981 标准的粒度标记 9 号(最粗粒尺寸为 14 μ m)金刚石微粉^[3], 并应用了 Co, Ni, Cr 和低熔点的铜锡合金等金属粉末材料, 其技术参数见表 1。

压坯采用如下压制参数: 压制压力 8MPa~10MPa

基金项目: 国家“十五”科技攻关资助项目(2002BA217C)
作者简介: 刘天明(1975), 男, 硕士研究生, 主要从事激光粉末冶金及设备方面的研究。

* 通讯联系人。E-mail: txh1116@mail.hust.edu.cn

收稿日期: 2005-04-13 收到修改稿日期: 2005-05-18

Table 1 Powder technical parameter

Co	Ni	Cr	Cu85Sn15
trade mark FCr-1 FND-3			
granularity - 300 - 250 - 200		< 3%	10% ~ 40% 60% ~ 80%
		≥ 150μm	45μm ~ 150μm ≤ 45μm

压制时间 5min ~ 6min, 压制温度 70℃ ~ 80℃, 压坯尺寸 65mm × 48mm × (0.80 ~ 0.95) mm, 压坯密度约 3.0g/cm³ ~ 3.8g/cm³。压坯热压成形后进行激光扫描烧结。

2 实验工艺

2.1 配方

考虑到各种粉末的性能, 为了保证粉末对金刚石表面良好的浸润性, 以及能获得一定烧结强度的烧结体, 选用了以下粉末配方, 如表 2 所示。

Table 2 The relative percent of powder

	quality percent/%				14μm diamond fine powder/ metallic powder
proportioning	Co	Ni	Cr	Cu85Sn15	F.45
	35	15	3	47	

2.2 激光烧结参数

对材料进行激光加工时, 激光功率 P 和扫描速度 v 是两个至为重要的激光参数。在光束波长、模式、光斑直径一定的情况下, 激光功率 P 和扫描速度 v 两者相互制约, 但激光功率和扫描速度都有一个最佳的范围。以下将以抗拉强度为标准来考察烧结效果, 实验保持光斑直径 $D = 8.5\text{mm}$ 。

首先了解激光功率 P 对烧结件抗拉强度的影响, 保持光束扫描速度 $v = 1100\text{mm/min}$, 激光功率 P 按照 350W, 450W, 550W, 650W 变化。对在不同激光功率下得到的烧结体进行抗拉强度测试, 抗拉强度随激光功率 P 的变化曲线如图 1 所示, 当激光功率 $P < 550\text{W}$ 时, 烧结件抗拉强度随功率 P 的增加而变大; 超过 550W 以后, 抗拉强度急剧降低。

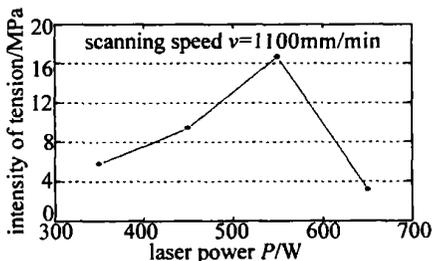


Fig 1 Laser power effects on intensity of tension

同样, 保持激光功率 $P = 550\text{W}$, 光束扫描速度 v 按 880mm/min, 1100mm/min, 1320mm/min, 1540mm/min, 1760mm/min 变化, 来考察扫描速度 v 对烧结件抗拉强度的影响。通过图 2 可知光束扫描速度 v 在

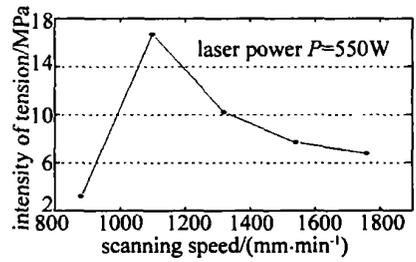


Fig 2 Laser scanning speed effects on intensity of tension

1100mm/min 时烧结体具有最大的抗拉强度。

结合实验所得烧结体, 对上面的曲线分析可知, 当功率过低或扫描速度过快时, 粉末压坯中一些低熔点金属元素来不及被充分加热, 没有熔化, 还处于原始接触阶段, 因此抗拉强度较低; 而当功率过高或扫描速度过慢时, 由于过度加热, 烧结件表面部分出现呈绿色的锡青铜氧化产物, 说明出现了烧损现象, 同样使抗拉强度降低, 可见激光功率和扫描速度相互配合有一个最佳的参数范围。

2.3 激光输入线能量

烧结过程就是粉末压坯吸收光束能量的过程, 为了更直观地反映单位时间光束辐射给粉末压坯的能量, 定义激光输入线能量为 $W = P/v$ 其中 P 为输入激光功率, v 为光束扫描速度^[4]。按照上述公式, 结合图 1 和图 2 可得到烧结件抗拉强度与激光输入线能量的关系曲线如图 3 所示。

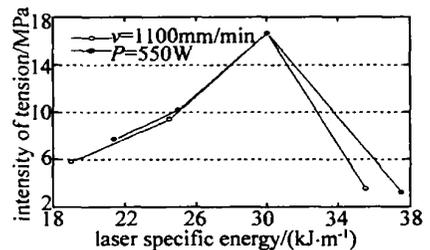


Fig 3 The relation of intensity of tension & specific energy

由图 3 可看出, v 一定和 P 一定时的两条曲线按照激光输入线能量曲线基本能拟合, 进一步说明了在一定的扫描速度和功率下可以得到较好抗拉强度。

3 激光烧结机理分析

3.1 孔隙分析

烧结体的机械性能与致密性密不可分, 而烧结试样中致密度同样与激光烧结工艺参数有关。为研究烧结件致密度与激光功率 P 及光束扫描速度 v 之间的关系, 实验中采用浸泡法, 将烧结件统一浸入水中 6h 后取出风干, 由于孔隙的存在, 烧结件因为吸收了一些水份而使质量增大。自定义: 相对致密度 = $\frac{\text{浸泡后质量} - \text{原始质量}}{\text{原始质量}} \times 100\%$ 。

图 4 示出了不同工艺参数下的相对致密度值。

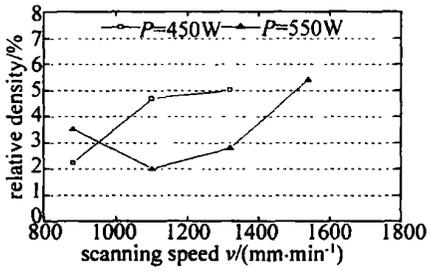


Fig 4 Relative density

由图 4 可看出: 激光功率和扫描速度相互配合同样可以得到最好的致密性。结合图 1 和图 2 可知, 当 $v=1100\text{mm/min}$ 在 $P=550W$ 时抗拉强度最高, 此时的致密性也很好。说明烧结得越充分, 致密性越好, 抗拉强度也越高; 而当出现烧损时, 致密性和抗拉强度会同时下降。

3.2 微观组织分析

通过在不同激光烧结工艺参数下的烧结体力学实验结果进行分析比较可知, 金刚石微粉压坯在 $P=550W$, $v=1100\text{mm/min}$ 的条件下, 具有最优的抗拉强度和致密度。因此, 就此实验试样进行选择该工艺参数下的烧结体进行微观组织分析。图 5 为烧结体横断面扫描电镜 (SEM) 照片。

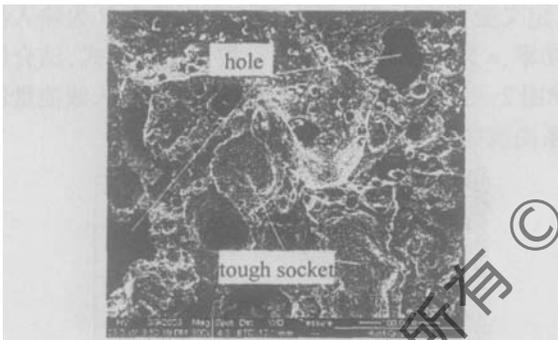


Fig 5 SEM micrograph of laser sinter

在图 5 中, 烧结体横断面基本上已看不到以原始状态存在的金属粉末, 高熔点金属粉末被完全包覆在低熔点金属粉末内, 烧结效果良好。当然, 由于烧结所固有的特点, 烧结体无法达到纯金属的致密度, 不可避免地存在较多孔隙。另外还在横断面上发现了较多坑洼——“韧窝”, 表明了烧结件的断裂为塑性层状撕裂, 烧结体具有良好的抗拉性能^[5]。

为进一步研究低熔点金属粉末熔化后对高熔点金属元素的包覆效果, 对烧结体断面局部进行放大, 如图 6 所示。

由图 6 可看到, 烧结件内部组织较为平滑, 低熔点 Cu-Sn 液相流动方向也清晰可辨; 未熔化高熔点金属粉末颗粒分布较均匀, 粉末颗粒间的孔隙基本已全部被填满, 颗粒间通过凝固的低熔点 Cu-Sn 粘结在一起, 致密性较好。在颗粒间小孔隙消失的同时, 在周边出现了较大的孔洞。

可知低熔点 Cu-Sn 合金元素熔化后, 形成液相, 在

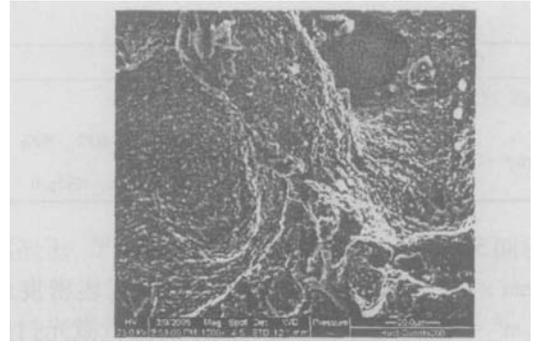


Fig 6 Local SEM micrograph of laser sinter

激光继续作用下, 液相流动性和渗透能力大大加强, 液相金属很容易填充入高熔点颗粒间的孔隙; 同时, 液相原子自身的扩散速度和高熔点固相颗粒在液相中的扩散都加快, 传质也加快, 通过颗粒边界溶解圆润化和固溶沉淀等作用进一步优化颗粒的形状和重排位置。此外, 由于压坯局部区域成分非均匀性和液相的凝固收缩, 使某些区域液相金属流失, 形成孔洞^[6,7]。

3.3 金刚石微粉与金属粉末结合性能分析

烧结体中金刚石微粉的存在形态及其与周围金属的结合状态, 决定了金刚石微粉烧结体的性能, 下面对烧结体中金刚石微粉周围区域进行微观成分分析。图 7 为烧结体某一区域的 SEM 扫描照片, 图 8 为金刚石微粉周围的 X 射线能谱分析图片。

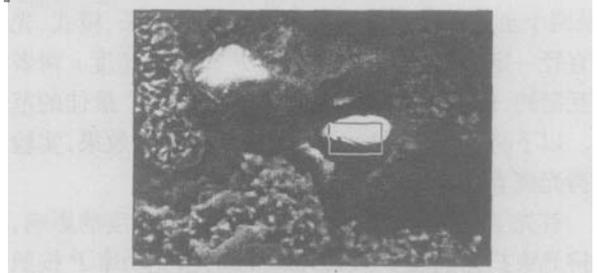


Fig 7 Part SEM micrograph of laser sinter

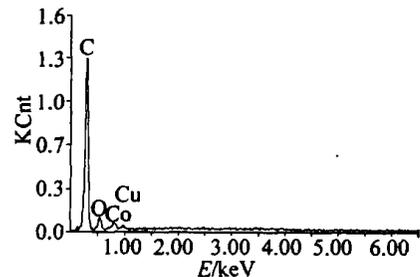


Fig 8 Energy dispense chart of the diamond fine powder surface

由图 7 可看出, 烧结件内还有较多金刚石微粉, 并没有被烧损, 但是由于在原始压坯中分布的不均匀性, 烧结体中微粉颗粒的分布也不均匀。金刚石微粉与金属的结合状态也有较大差异, 有些微粉表面呈黑色, 与金属结合得较紧密; 而有些微粉还是原始的透明状态, 与金属结合性较差。

由于金刚石具有特殊的晶体结构, 与一般的金属或合金间有很高的界面能, 使金刚石微粉表面不易被

熔化金属或合金所浸润。根据理论分析及文献报道^[8,9],在液相存在的情况下,某些过渡族元素如 Ti, Cr, W 等在 900℃ ~ 1200℃ 时,能浸润金刚石微粉,形成该金属的碳化物,从而增大微粉与金属间的结合力。由于激光加热温度分布的不均匀性,导致压坯内部烧结温度存在差异。存在熔化液相金属的地方温度较高, Cr 元素在微粉表面形成了碳化物,使微粉呈黑色;而液相金属没有流过的地方,在微粉表面没有形成 Cr 的碳化物,微粉仍然是透明的^[10]。

对透明微粉表面作 X 射线能谱分析,元素分布见图 8。各元素相对百分含量为 $x(C):x(Co):x(Cu):x(O) = 89.97:1.62:0.49:7.92$ 。可见,强碳化物形成元素 Cr 并没有在微粉表面富集,微粉表面还是以 C 元素为主体,只有极少数粉末压坯中含量较多的元素 Co(35%), Cu(40%) 残留在了微粉表面,说明虽然没有形成强碳化物元素,但其它合金与金刚石微粉形成了较好的浸润,粘附在金刚石上,加强了对金刚石的把持力。

3.4 烧结体耐磨性能分析

金刚石微粉表面状态及其与周围金属的结合性能决定了烧结件的耐磨程度。为研究烧结体耐磨性能与其关系,用 240 目水砂纸对不同激光处理参数下的烧结体进行磨削试验,每 3min 称重 1 次,自定义:相对磨削量 = $\frac{\text{磨削前质量}(m_i) - \text{磨削后质量}(m_{i+1})}{\text{磨削前质量}(m_i)}$ 。式中 $i = 0, 1, 2, 3, 4$ 。可知烧结体相对磨削量越小,耐磨性能越好。

图 9 为激光功率 $P = 550W$ 时烧结体的相对磨削量曲线图。

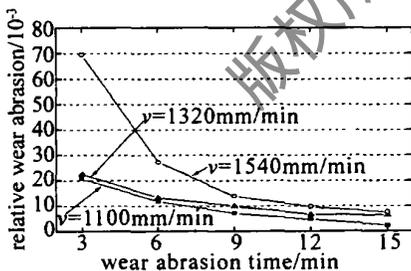


Fig 9 Relative wear abrasion curve

由图 9 可看出,当扫描速度为 $v = 1100mm/min$ 时,烧结体具有最小相对磨削量;随着扫描速度的增大,相对磨削量也随着增大。这说明激光束扫描速度减小,有助于低熔点液相金属对高熔点金属的包覆,又增加烧结体的致密性,同时也有利于强碳化物形成元素对金刚石微粉的浸润,从而增强了金属基体对金刚石微粉的把持力,耐磨性能也增大^[11]。

图 10 为 $P = 350W$, $v = 880mm/min$ 的激光束处理后的烧结件横断面抛光处理后的金相照片。在图 10 中可看到横断面上还存在很多金刚石微粉,表明微粉

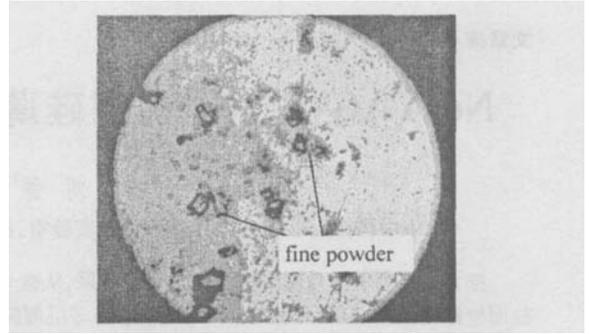


Fig 10 Trans sect polishing metallography, 200 \times

与金属结合得较紧,经打磨、抛光后并没有出现脱落的现象。并且微粉表面都已变成黑色,证明微粉与金属间具有良好的浸润性。

4 结论

采用一定的配方,在合适的激光功率和扫描速度下,激光烧结可以避免金刚石在高温情况的过多烧损,同时有利于低熔点 Cu-Sn 对高熔点金属颗粒孔隙的填充。高熔点金属颗粒通过凝固的低熔点 Cu-Sn 粘在一起,粉末颗粒间的孔隙基本已全部被填满,烧结体的致密性好,还可增强强碳化物形成元素对金刚石微粉的浸润,加强基体对金刚石的把持力,提高烧结体耐磨性能,而且烧结体的横断面上存在很多“韧窝”,烧结体的断裂为塑性层状撕裂,烧结体具有良好的抗拉性能。

参考文献

- [1] WANG Q Sh Diamond sinter produce [M]. Beijing Standards Press of China 2000. 136~ 146(in Chinese).
- [2] GUO Z X, HU JD, GUAN Q F *et al* Laser sintering of copper matrix powder materials [J]. Applied Laser, 1997, 17(3): 119~ 121(in Chinese).
- [3] TAN Y L. Technical standards of diamond powder [J]. Geology and Prospecting, 1996, 32(1): 57~ 62(in Chinese).
- [4] TANG X H. Laser welding of diamond tools [M]. Wuhan HUST Press 2004. 110~ 115(in Chinese).
- [5] ZHAO Y Zh, LIU J P, SHI Y W. Study on the property of laser remelt ing high carbon high-alloy steel [J]. Laser Technology, 2003, 27(3): 205~ 207(in Chinese).
- [6] LI J Ch. Calculate of laser diffraction and heat effect [M]. Beijing Science & Technology Press 2002. 455~ 466(in Chinese).
- [7] WANG J J. Laser machining technology [M]. Beijing China Metallurgy Publishing House 1992. 99~ 121(in Chinese).
- [8] WU Zh B, XIAO B, XU H J A study on the mechanism of brazing between diamond and metal matrix [J]. Tools Technology, 2000, 34(11): 6~ 8(in Chinese).
- [9] ZHANG G Q, DAI Q L, HUANG H *et al*. Discussion of the present research on brazed monolayer diamond tools [J]. Jewelry Science and Technology, 2004, 16(3): 41~ 43(in Chinese).
- [10] ZHANG W P, MA Y T, LIU Sh. Microstructural characterization of in situ formed composite coating produced by laser cladding [J]. Laser Technology, 2005, 29(1): 38~ 39(in Chinese).
- [11] ZHOU J X, TANG X H, ZHOU Y *et al*. Investigation of the porosity defect phenomenon during laser welding of powder metal material [J]. Laser Technology, 2003, 27(6): 503~ 505(in Chinese).