

# 球磨时间对铁基胎体显微结构和性能的影响

沈立娜<sup>1</sup>, 李树辉<sup>2</sup>, 阮海龙<sup>1</sup>, 欧阳志勇<sup>1</sup>

(1. 北京探矿工程研究所, 北京 100083; 2. 广西第四地质队, 广西南宁 530031)

**摘要:**采用球磨法对铁基胎体粉末进行预处理,利用扫描电镜(SEM)、X射线衍射(XRD)以及洛氏硬度计、万能试验机等分析测试手段,系统研究了球磨时间对铁基胎体粉末显微结构以及烧结性能的影响。结果表明:随着球磨时间的增加,晶粒尺寸不断细化和均匀化。对于本文中所采用的铁基胎体粉末配方,存在一个最合理的球磨时间,此时,晶粒细化和团聚达到动态平衡,胎体材料的烧结性能达到最高。球磨时间继续延长,晶粒容易发生团聚,烧结性能有所降低。

**关键词:**球磨时间;铁基胎体;烧结性能;金刚石钻头

**中图分类号:**P634.4<sup>+</sup>1;TF123 **文献标识码:**A **文章编号:**1672-7428(2012)05-0078-03

**Effect of Ball-milling Time on Microstructure and Properties of Fe-based Matrix Material/SHEN Li-na<sup>1</sup>, LI Shu-hui<sup>2</sup>, RUAN Hai-long<sup>1</sup>, OUYANG Zhi-yong<sup>1</sup>** (1. Beijing Institute of Exploration Engineering, Beijing 100083, China; 2. Guangxi Fourth Geological Team, Nanning Guangxi 530031, China)

**Abstract:** The Fe-based matrix powder preconditioning was prepared by ball-milling method. The effects of milling time on microstructure and sintering properties of the powder were systematically investigated by means of SEM, XRD, Rockwell hardness tester and universal testing machine. The results show that with the increase of the milling time, the micro-particles are well dispersed and uniformly distributed, and crystal size of powder is decreased continuously. When the milling time is up to a proper time, dynamic balance state forms between grain growth and grain size decrease, meanwhile sintering properties are the highest. When the milling time exceeds 12h, the sintering properties of the powder reduce, and the powder is easy to aggregate.

**Key words:** ball-milling time; Fe-based matrix; sintering properties; diamond bit

## 0 引言

热压金刚石钻头是破碎岩石的有效工具,热压铁基胎体在金刚石钻头制造业的应用不但大大降低了金刚石钻头的生产成本,且取得了一定的钻进效果。铁基胎体采用铁合金粉为主要成分,以663-Cu为粘结金属,添加少量的碳化物形成元素等材料。应用效果表明,这是一种成本低、钻进时效高的金刚石钻头,是目前钻进坚硬、致密岩石的一种较有效的钻头<sup>[1]</sup>。

物料经球磨处理得到细化,可以归结为机械力化学的作用。近年来,机械力化学技术获得了很大发展,被广泛用于制备超微及纳米粉末、纳米复合材料、弥散强化合金结构材料、金属精炼、矿物和废物处理以及合成新相等。在机械力化学技术中,影响化学反应过程的工艺因素有球磨温度、球磨时间、球径、球料比、过程控制剂等。本实验仅研究高能球磨过程中球磨时间对粉末的粒度分布、结构以及显微形貌等性能的影响。

球磨法处理铁基胎体合金粉末是金刚石钻头制造的重要手段。球磨时间是影响胎体材料结构和性能的主要因素之一。一般来说,球磨时间越长,粉料就会越细,然而实际情况是:(1)长时间球磨不可避免地要引入大量的杂质;(2)随着球磨时间的延长,球磨效率降低,使原料颗粒更加细化,其比表面积增加,粉料表面能升高,吸附性增强,很容易使颗粒团聚而形成大的二次颗粒,使成品性能极度恶化。因此,系统深入的研究球磨时间对铁基胎体性能的影响,确定合理的球磨时间,对于控制材料结构,优化材料性能,降低金刚石钻头制造成本具有重要意义。

## 1 试验方法

**实验样品:**进口预合金Fe基胎体粉+WC粉末(平均粒度为10 μm),纯度≥99.9%。

将原料配粉末经球磨机混合1、3、6、12 h,磨球磨罐均使用硬质合金制造,球磨气氛为空气。之后,放入高强度、高纯度和高致密化的石墨模具中进行

收稿日期:2011-11-01; 修回日期:2012-02-28

**作者简介:**沈立娜(1985-),女(汉族),天津武清人,北京探矿工程研究所工程师,材料科学与工程专业,硕士,从事金刚石钻头的优化设计工作,北京市海淀区学院路29号探工楼207室,shenlinas@yahoo.com.cn。

热压烧结。烧结设备为 RYJ-2000 型热压机, 烧结温度为 900 ℃, 保温时间为 4 min, 自然冷却。

球磨机的合理转速对研磨效率有影响, 而转速又与球磨机的直径有关。但是工艺不同, 其转速也有所差别, 对于干磨而言, 其最佳转速为临界转速的 70% ~ 85%, 而临界转速为:

$$N_c = 42.356 / \sqrt{D_i} \quad (\text{r/min})$$

式中:  $D_i$ ——球磨机的有效直径, m。

因此, 最佳转速为  $(29.65 \sim 36.00) / \sqrt{D_i}$  (r/min), 球磨机直径为 128 mm, 经计算取转速为 90 r/min。

利用 SEM 分析球磨时间对铁基胎体显微结构的影响, 对所烧结的试样分别测定胎体材料的硬度 (HR-150A 型洛氏硬度机)、抗冲击韧性 (JB6 抗冲击韧性测定仪) 和抗弯强度 (WDW-100 型微机万能试验机), 分析球磨时间对胎体烧结性能的影响。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 球磨时间对胎体粉末显微结构的影响

球磨时间的长短直接影响着球磨产品的质量。一般来说, 将粗颗粒物料磨至 10 μm 是较为容易的, 时间也比较短, 但将 10 μm 的物料磨至亚微米级甚至纳米级超细粉末, 球磨时间往往需要延长几倍或者更长。但是, 随着球磨时间的延长, 球耗、能耗等成本相应增加, 球磨机的生产能力下降。因此, 实际生产中必须确定合适的球磨时间。

为了研究球磨时间对胎体粉末粒度、均匀度的影响, 利用 JSM-6400 型扫描电镜得到不同球磨时间条件下铁基胎体粉末的扫描电镜照片见图 1。

由图 1 中可以看出, 随着球磨时间的增加, 胎体粉末颗粒的粒径不断细化, 并且分布越来越均匀。合金粉末经历反复的锻延、断裂、冷焊合以及重焊等过程, 剧烈塑性变形引起晶格畸变, 产生加工硬化, 伴生大量位错, 从而形成小的位错胞, 当位错胞的亚晶粒晶格取向达到一定程度时, 亚晶粒转化为晶粒, 所以产生了晶粒细化<sup>[2,3]</sup>。在球磨初期, 如 1 h 时 (图 1a), 粉末在球磨的打击下主要发生塑性变形和相互冷焊, 多呈现为大小不均的块状或松散不规则粒状; 随着球磨时间的延长, 块状颗粒逐渐分散, 外形趋于球状, 如图 1(b) 2 h 时。长时间球磨使得各种元素粉末相互嵌入, 颗粒与颗粒之间, 颗粒与磨球、球罐内壁之间的撞击概率趋于一致, 各处变形逐渐均匀, 所以胎体粉末分布愈加均匀。当球磨时间

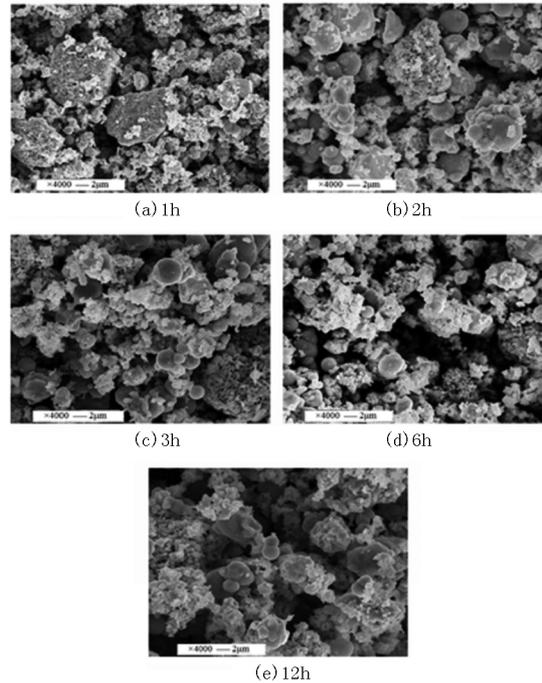


图 1 球磨时间对铁基胎体显微结构的影响

为 3 h 时, 胎体粉末粒径的细化和团聚基本达到动态平衡, 平均粒径约为 1 ~ 2 μm, 球磨 3 h 的显微组织形貌与 6 h 基本一样, 但 3 h 时的粉末颗粒比较密实, 见图 1(c)。经 12 h 球磨后, 团聚程度加重, 如图 1(e) 所示; 另一方面, 当晶粒尺寸下降到一定程度后, 位错易滑移到晶界以降低晶体内能, 位错在晶粒内堆积困难, 故晶粒细化速度迟缓<sup>[4]</sup>。因此, 继续延长球磨时间对提高胎体粉末的质量具有不利影响。

### 2.2 球磨时间对胎体烧结性能的影响

胎体粉末的粒径、均匀度必然影响着烧结后的性能。对于金刚石钻头为进一步确定球磨时间对胎体烧结性能的影响, 对不同球磨时间条件下铁基胎体材料烧结后的抗冲击韧性、硬度和抗弯强度如图 2 所示。

图 2 数据表明, 随着球磨时间的延长, 烧结试样的抗冲击韧性、硬度和抗弯强度都呈现增大的趋势, 但是 3 h 之后反而有所降低。试样球磨 1 h 时 (图 1a), 胎体粉末还没有完全细化和均匀化分布, 因此力学性能最低。随着球磨时间的延长, 粉末逐渐细化、均匀, 位错强化以及晶界强化机制对材料的强化作用明显<sup>[5]</sup>, 因此材料的抗冲击韧性、硬度、抗弯强度得到显著提高。当球磨时间 12 h 以后, 胎体粉末的团聚作用明显, 很可能过分团聚长大成为二次颗粒, 使得材料性能降低。

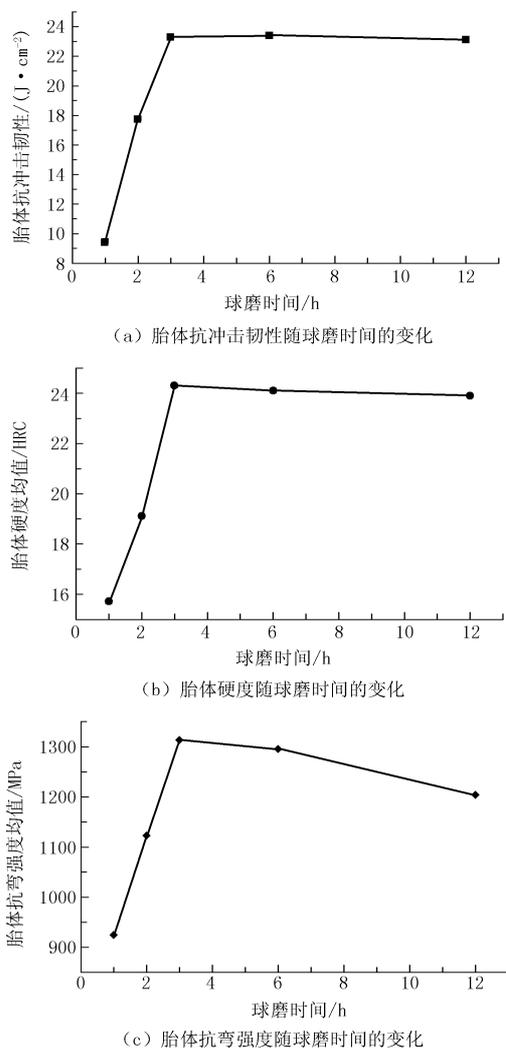


图2 球磨时间对铁基胎体烧结性能的影响

### 3 结论

(1)随着球磨时间的延长,胎体粉末粒度逐渐变小。

(2)随着球磨时间的延长,胎体粉末晶粒逐渐细化,颗粒趋于球形,均匀度亦得到提高。但球磨时间过长,易发生团聚。

(3)随着球磨时间的延长,胎体材料的抗冲击韧性、硬度、抗弯强度均升高。对于本试验所采用的铁基胎体,在球磨3 h时,胎体的烧结性能达到最高。再进一步延长球磨时间,胎体性能有所降低。

(4)在性能较好的前提下考虑到生产效率和成本,本文研究选用3 h作为最佳球磨时间。

### 参考文献:

- [1] 杨凯华,潘秉锁. 金刚石地质钻头的现状与发展[J]. 超硬材料工程,2009,(21):40-45.
- [2] Wu Yating, Shen Bin, Lui Lei, et al. Artificial neural network modeling of plating rate and phosphorus content in the coatings of electroless nickel plating[J]. Journal of Materials Processing Technology,2008,(205):207-213.
- [3] MAURICE D, COURTNEY T H. Modeling of mechanical alloying: part. Deformation coalescence and fragmentation mechanisms[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 1994, 25A(1):147-158.
- [4] 周超,李国平,罗运军. 球磨时间对 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al 纳米复合材料性能的影响[J]. 固体火箭技术,2010,(33):445-448.
- [5] 金永平,郭斌,王尔德. 机械球磨 3% C-Cu 复合粉末的微观组织[J]. 材料科学与工艺,2008,16(5):704-707.

## 中石化首个页岩气项目启动

《中国矿业报》消息(2012-05-22) 中石化首个页岩气产能建设项目近日启动。据悉,该项目近期目标是,到2012年底在涪陵地区建成页岩气年产能3~5亿m<sup>3</sup>/年,2013年达到10亿m<sup>3</sup>/年。

5月上旬,中石化涪陵区块页岩油气勘探开发产能建设项目联席会在成都勘探南方分公司举行,中石化油田事业部相关负责人在会上要求6月上旬正式开钻。该项目由中石化旗下江汉油田、勘探南方分公司共同完成,其中江汉油田主要负责产能建设,勘探南方分公司主要负责勘探评价。

中石化勘探南方分公司通过前期的勘探、研究,明确了涪陵地区侏罗系自流井组大安寨段是页岩油气勘探的有利层段,并通过钻探,福石1井、涪页HF-1井等多口井在大安寨段上部灰岩均钻遇良好油气显示。据研究,大安寨段上部灰岩段在区内分布面积积达516km<sup>2</sup>,其中,兴隆101井-福石

1井井区勘探程度较高,是一期产能建设区。

据了解,中石化与国外石油公司在页岩气资源方面的勘探研究合作正在进行。2010年通过旗下的华东分公司与英国BP公司在贵州凯里区块合作,并与雪佛龙公司在贵州隆里区块合作。目前,这两个区块都在风险勘探阶段。2011年,中石化旗下的勘探南方分公司与埃克森美孚公司在川西南的五指山区块,开始联合地质研究。

据悉,中国石油在页岩气勘探开发领域也成绩斐然。截至2012年3月22日,中国石油西南油气田公司已经产出页岩气580万m<sup>3</sup>,其中440万m<sup>3</sup>的页岩气已经输入到管道中实现了商用,也是第一家试水商用的公司。四川长宁-威远区块也被列入了国家级页岩气示范区。

资料显示,我国陆域页岩气地质资源为134.42万亿m<sup>3</sup>,可采资源为25.1万亿m<sup>3</sup>。