

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
C22C 29/08
C22C 1/05



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03121395.2

[43] 公开日 2003 年 9 月 3 日

[11] 公开号 CN 1439736A

[22] 申请日 2003.3.28 [21] 申请号 03121395.2

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号

[72] 发明人 马贤峰 鄢俊敏 汤华国 赵伟
祝昌军

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称 碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法

[57] 摘要

一种碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法，将经机械合金化法制备的 $W_{1-x}Al_x$ 二元合金作为反应前驱体，与粒度小于 300 目，纯度大于 95% 的碳粉，按合金组分 $W_{1-x}Al_xC$ 称量，碳过量 6 - 10%，球磨混匀后装入石墨坩埚内，再放入固相反应炉中，在真空或还原气氛、惰性气氛下升温至 1300 - 1600℃，升温速度为 45℃/分钟，保温时间为 10 - 120 小时；反应期间，每隔 5 - 10 小时将样品取出球磨 30 - 60 分钟。产物结晶态好，合成过程杂质污染少。较之机械合金化法制备碳化钨铝，此方法最大的优点在于耗时少，生产过程无噪音，设备、工艺简单，适合规模化生产。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1、一种碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法，将经机械合金化法制备的 $W_{1-x}Al_x$ 二元合金作为反应前驱体，与碳粉按合金组分 $W_{1-x}Al_xC$ 称量，碳过量 6-10%，球磨混匀后装入石墨坩埚内，再放入固相反应炉中，真空下升温至 1300-1600℃，保温时间为 10-120 小时。

2、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述碳粉粒度小于 300 目，纯度大于 95%。

3、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，固相反应炉中为还原气氛。

4、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，固相反应炉中为惰性气氛。

5、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，固相反应炉的升温速度为 45℃/分钟。

6、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，在固相反应炉中进行反应期间，每隔 5-10 小时将样品取出球磨 30-60 分钟。

碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法

技术领域

本发明属于碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法。

背景技术

$W_{1-x}Al_xC$ 指部分 Al 原子进入 WC 晶格中钨的格位而形成的新型硬质合金。 $W_{1-x}Al_xC$ 较之纯 WC，具有密度小，材料成本低等优点。该材料有望在机械加工工具、玻璃切割、锻模、拉模、轧辊、油井钻具、矿山钻具、开凿钻具及电触点材料等方面得到应用。

中国专利（申请号 01129544.9）报导了碳化钨铝的制备方法，该方法采用 W、Al、C 粉为原料，通过机械合金化方法，在非平衡态合成过程得到了合金粉末。该方法虽然能在室温下合成 $W_{1-x}Al_xC$ 纳米粉末，但是长时间球磨过程会带入较多的杂质。而且该方法还存在耗时长（150 小时以上）、设备复杂、噪音大、不易批量生产等缺点。

发明内容

本发明的目的是提供一种碳化钨铝固溶体粉末的高温固相反应制备方法。

本发明的合成原料为碳粉和钨铝合金粉，钨铝合金粉末是采用中国专利（申请号 01129545.7）报导的机械合金化合成方法制备的，由于钨铝合金具有单质钨的结构，而 W 与 C 的高温固相反应合成 WC 的技术早已

很成熟，这就为钨铝合金在高温下碳化而得到 $W_{1-x}Al_xC$ 固溶体提供了可能。

本发明的工艺过程是将经机械合金化法制备的 $W_{1-x}Al_x$ 二元合金作为反应先驱体，与粒度小于 300 目，纯度大于 95% 的碳粉，按合金组分 $W_{1-x}Al_xC$ 称量，碳过量 6-10%，球磨混匀后装入石墨坩埚内，再放入固相反应炉中，在真空或还原气氛、惰性气氛下升温至 1300-1600℃，升温速度为 45℃/分钟，保温时间为 10-120 小时；反应期间，每隔 5-10 小时将样品取出球磨 30-60 分钟，以此来加快固相反应速度。反应进行 5 小时后，各样品经粉末 x 射线衍射实验，证实均出现反应中间产物。此中间产物为具有六方 W_2C 结构的 $(W_{1-x}Al_x)_2C$ 。随着反应时间的推移， W_2C 结构相的峰逐渐变低，反应进行 10-120 小时即可得到最终产物 $W_{1-x}Al_xC$ 。产物经粉末 x 射线衍射证实为具有六方对称性的 WC 结构。产物的 x 射线衍射峰尖锐，无杂峰，结晶态良好，见附图 1。

本发明的特点是能通过高温固相反应制备硬质合金碳化钨铝固溶体粉末，产物结晶态好，合成过程杂质污染少。较之机械合金化法制备碳化钨铝，此方法最大的优点在于耗时少，生产过程无噪音，设备、工艺简单，适合规模化生产。

具体实施方式

实施例 1：将 $W_{0.95}Al_{0.05}$ 合金粉，纯度大于 97%，与碳粉，粒度小于 300 目，纯度大于 95%，按 $W_{0.95}Al_{0.05}C$ 称量，C 过量 6%，原料总量为 15 克，球磨混匀后装入石墨坩埚，再放入固相反应炉中，在真空条件下

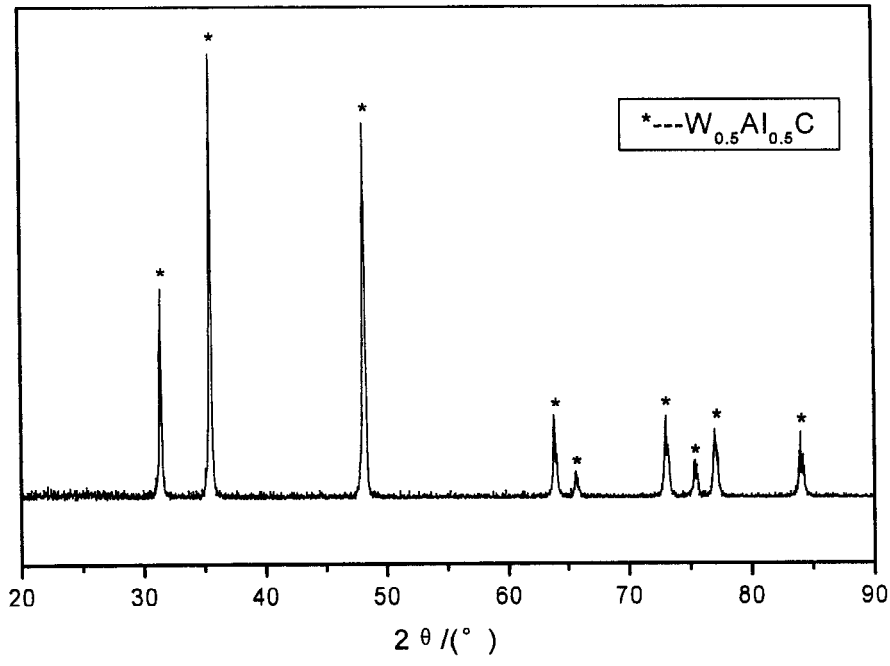
升温至 1600℃。反应 5 小时后则取出，球磨 30 分钟。再反应 5 小时可得产物 $W_{0.95}Al_{0.05}C$ 。

实施例 2：将 $W_{0.75}Al_{0.25}$ 合金粉，纯度同 $W_{0.95}Al_{0.05}$ ，与碳粉，粒度、纯度同前，按 $W_{0.75}Al_{0.25}C$ 称量，C 过量 8%，原料总量同前，球磨混匀后装入石墨坩埚，再放入固相反应炉中，在惰性气体保护下，升温至 1550℃，每保温 7 小时则取出球磨 40 分钟。总保温时间达 14 小时即可得产物 $W_{0.75}Al_{0.25}C$ 。

实施例 3： $W_{0.5}Al_{0.5}$ 合金粉，纯度同 $W_{0.95}Al_{0.05}$ ，与碳粉，粒度、纯度同前，按 $W_{0.5}Al_{0.5}C$ 称量，C 过量 10%，原料总量同前。球磨混匀后装入石墨坩埚，再放入固相反应炉中，在氢气还原气氛保护下，升温至 1450℃。每保温 10 小时则取出球磨 60 分钟，反应 70 小时后得到产物 $W_{0.5}Al_{0.5}C$ 。

实施例 4： $W_{0.25}Al_{0.75}$ 合金粉，纯度同前，与碳粉，纯度、粒度同前，按 $W_{0.25}Al_{0.75}C$ 称量，C 过量 10%，原料总量同前，固相反应条件同 $W_{0.95}Al_{0.05}C$ ，每保温 10 小时则取出球磨 60 分钟，90 小时后可得产物 $W_{0.25}Al_{0.75}C$ 。

实施例 5：将 $W_{0.14}Al_{0.86}$ 合金粉，纯度同前，与碳粉，纯度、粒度同前，按 $W_{0.14}Al_{0.86}C$ 称量，C 过量 10%，原料总量同前，球磨混匀后装入石墨坩埚，再放入固相反应炉中，在惰性气体保护下，升温至 1300℃，每保温 10 小时则取出球磨 60 分钟，反应 120 小时后可得产物 $W_{0.14}Al_{0.86}C$ ，粉末 x 射线衍射特征峰尖锐，无杂峰，结晶态良好。



附图 1