



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011177.8

[43] 公开日 2005 年 4 月 13 日

[11] 公开号 CN 1605412A

[22] 申请日 2004. 10. 26

[21] 申请号 200410011177.8

[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 5625 号

[72] 发明人 马贤锋 鄢俊敏 赵 伟 汤华国
祝昌军 蔡曙光 赵 波

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称 碳缺位型碳化钨铝烧结体的制备方法

[57] 摘要

本发明属于碳缺位型碳化钨铝烧结体的制备方法，烧结原料为铝取代量为 50% 的碳缺位型碳化钨铝，化学式为 $(W_{0.50}Al_{0.50})C_{1-x}$ ， $x = 0.01 - 0.50$ ，粉末，在压力为 270 - 500MPa 的情况下压制成直径为 1cm 的圆柱形坯体，再将此坯体装入高压模具中，最后将装好坯体的模具放入高压烧结设备中，在压力为 3 - 5.5Gpa，温度为 1300 - 1700℃ 的条件下，保温 5 - 30 分钟即可得到碳缺位型碳化钨铝的不含粘结相的致密烧结体。

1、一种碳缺位型碳化钨铝的烧结体制备方法，将经高温固相反应制备的 $(W_{0.5}Al_{0.5})C_{1-x}$ ， $x=0.01-0.5$ ，固溶体粉末作为烧结先驱体，其特征在于在压力为 270-500MPa 的情况下压制成直径为 1cm 的圆柱形坯体，再将此坯体装入高压模具中，最后将装好坯体的模具放入高压烧结设备中，在压力为 3-5.5Gpa，温度为 1300-1700°C 的条件下，保温 5-30 分钟即可得到碳缺位型碳化钨铝的不含粘结相的致密烧结体。

2、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于高压模具组装描述如下：首先将叶蜡石匣体下端的孔洞用导电圈堵住，然后依次放入钛片和石墨片；其次将压制成型的样品坯体装入石墨导热管中，导热管上下空出部分用六方氮化硼填充；然后将装好样品的石墨导热管放入叶蜡石匣体，最后再在叶蜡石匣体上端空出部分依次放入石墨片、钛片和导电圈既可。

3、如权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于烧结体的相对密度均达到 99% 以上，硬度值随碳缺位量的增加，既 x 值的增加，呈抛物线型变化，当 x 值为 0.35 时，硬度值达到最高为 $2700 \pm 50 \text{kg/mm}^2$ 。

碳缺位型碳化钨铝烧结体的制备方法

技术领域

本发明属于碳缺位型碳化钨铝烧结体的制备方法。

背景技术

碳化钨铝是指部分 Al 原子进入 WC 晶格中钨的格位而形成的置换固溶体。中国专利（申请号 01129544.9）给出了纳米碳化钨铝（化学式为 $(W_{1-x}Al_x)C$ ）的制备方法。碳缺位型碳化钨铝则是指在碳化钨铝的晶胞中存在部分碳空位而形成的缺位式固溶体。该缺位式固溶体具有 WC 的六方晶体结构，晶胞参数与 WC 接近，同时具有密度小、材料成本低等优点

实现粉末材料的高致密烧结是碳缺位型碳化钨铝应用的关键。缺位型碳化钨铝的熔点与碳化钨的（2800℃）接近，属高硬度、难烧结粉体。所以此类化合物的烧结大多采用添加烧结剂以降低烧结温度的办法来得到其致密烧结体。如碳化钨的烧结，多采用钴或镍作粘结剂，烧结温度随粘结剂含量的增加而降低，例如当钴的含量为 3-25wt% 时，烧结温度大约为 1350-1480℃。为解决缺位型碳化钨铝的无粘结剂烧结，我们采用在烧结过程中加高压的办法，利用压力可提高烧结驱动力、增加反应截面、降低烧结温度、缩短烧结时间、增加烧结体致密度的特点，实现了碳化钨铝缺位式固溶体的不含粘结相的烧结，得到了高致密、高硬度的

碳缺位碳化钨铝烧结体。

发明内容

本发明的目的是提供一种碳缺位型碳化钨铝烧结体的制备方法。

本发明的烧结原料为铝取代量为 50% 的碳缺位型碳化钨铝，化学式为 $(W_{0.50}Al_{0.50})C_{1-x}$ ， $x=0.01-0.50$ ，粉末，其制备方法如下：采用机械合金化合成方法制备的 $W_{0.50}Al_{0.50}$ 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 $(W_{0.50}Al_{0.50})C_{1-x}$ ， $x=0.01-0.50$ 称量，碳过量 0—2%，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 1400℃，反应进行 50—100 小时即可得到最终产物 $(W_{0.50}Al_{0.50})C_{1-x}$ 。

本发明的工艺过程是将经高温固相反应生成的碳化钨铝缺位式固溶体粉末 $(W_{0.50}Al_{0.50})C_{1-x}$ ， $x=0.01-0.5$ 各称取 3 克，再分别在压力为 270—500MPa 的情况下压制成直径为 1cm 的圆柱体。然后将这些预压成形的坯体组装到高压模具中，最后将装好坯体的模具放入高压烧结设备中，在压力为 3—5.5GPa，温度为 1300—1700℃ 的条件下，保温 5—30 分钟即可得到碳缺位型碳化钨铝的不含粘结相的致密烧结体。烧结体的相对密度均达到 99% 以上。对烧结体进行打磨、刨光，然后进行显微维氏硬度测试，结果显示，此系列样品的硬度值随碳缺位量的增加，既 x 值的增加，呈抛物线型变化。首先在 x 值小于 0.35 时，硬度随碳含量的增加而增加；当 x 值为 0.35 时，硬度值达到最高为 $2700 \pm 50 \text{kg/mm}^2$ ；此后当碳含量继续降低，硬度值开始略有下降，但 x 值为 0.5 时，硬度仍高达 $2300 \pm 50 \text{kg/mm}^2$ ，与碳化钨的硬度值接近。

附图说明

附图 1 是制备碳缺位型碳化钨铝烧结体的高压模具组装顺序示意图。

图中 1 是钛片； 2 是导电圈； 3 是石墨片； 4 是石墨导热管； 5 是叶蜡石匣体； 6 是六方氮化硼； 7 是压制成型的样品坯体。

本发明的高压模具组装结合附图 1 描述如下：首先将叶蜡石匣体下端的孔洞用导电圈 2 堵住，然后依次放入钛片 1 和石墨片 3；其次将压制成型的样品坯体 7 装入石墨导热管 4 中，导热管上下空出部分用六方氮化硼 6 填充；然后将装好样品的石墨导热管放入叶蜡石匣体 5，最后在叶蜡石匣体上端空出部分依次放入石墨片 3、钛片 1 和导电圈 2 既可。

本发明的特点是通过高温高压烧结方法来获得无粘结相、高致密、高硬度的碳缺位型碳化钨铝烧结体。本方法的优点是可实现缺位型碳化钨铝的无粘结剂烧结，且烧结温度低、时间短、致密度高。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。

具体实施方式

实施例 1：将 3 克 $(W_{0.5}Al_{0.5})C_{0.99}$ 粉末，纯度大于 98%，在 270MPa 压力预压成形，样品经组装放入高压腔体中，在压力为 3GPa，温度为 1700℃ 的条件下，烧结 5 分钟。烧结体的密度为 $9.344g/cm^3$ ，相对密度达 99.6%；维氏硬度为 $1450 \pm 50kg/mm^2$ 。

实施例 2：称取 3 克 $(W_{0.5}Al_{0.50})C_{0.85}$ 粉末，纯度同前，在 300MPa 压力下

压制成直径为 1cm 圆柱体, 样品经组装放入高压腔体中, 在压力为 4GPa, 温度为 1600℃的条件下, 烧结 10 分钟。烧结体的密度为 9.192g/cm³; 相对密度达 99.4%; 维氏硬度为 2200±50kg/mm²。

实施例 3: 称取 3 克 (W_{0.5}Al_{0.5})C_{0.7} 粉末, 纯度同前, 在 450MPa 压力下预压成如实施例 1 的圆柱形坯体, 样品经组装放入高压腔体中, 在压力为 5GPa, 温度为 1500℃的条件下, 烧结 20 分钟。烧结体的密度为 9.085g/cm³, 相对密度达 99.8%; 维氏硬度为 2500±50kg/mm²。

实施例 4: 称取 3 克 (W_{0.5}Al_{0.5})C_{0.65} 粉末, 纯度同前, 在 500MPa 压力下预压成如实施例 1 的圆柱形坯体, 样品经组装放入高压腔体中, 在压力为 4.5GPa, 温度为 1400℃的条件下, 烧结 20 分钟。烧结体的密度为 9.037g/cm³, 相对密度达 99.8%; 维氏硬度为 2700±50kg/mm²。

实施例 5: 称取 3 克 (W_{0.5}Al_{0.5})C_{0.5} 粉末, 纯度同前, 在 400MPa 压力下预压成形, 然后装入高压模具, 再将此模具置入高压烧结炉中, 在压力为 5.5GPa, 温度为 1300℃的条件下, 烧结 30 分钟。烧结体的密度为 8.884g/cm³, 相对密度达 99.7%; 维氏硬度为 2300±50kg/mm²。

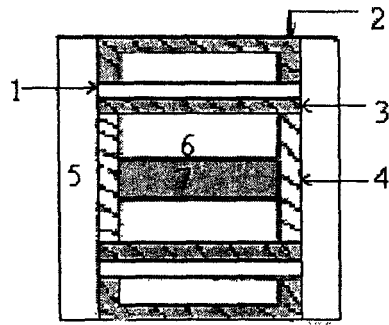


图 1