



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101748305 A

(43) 申请公布日 2010.06.23

(21) 申请号 201010000785.4

(22) 申请日 2010.01.20

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130000 吉林省长春市人民大街 5625
号

(72) 发明人 马贤锋 刘建伟 汤华国 赵伟

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 魏晓波 逯长明

(51) Int. Cl.

C22C 1/05 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法,包括:将钨铝合金粉、碳粉和钴粉混合均匀,得到粉末混合料;将所述粉末混合料在 400MPa ~ 500MPa 的压力下压制成型得到压坯;将所述压坯在 1350℃ ~ 1550℃、真空度小于 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结,得到碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。采用本发明提供的方法制备碳化钨铝硬质合金烧结体可将反应时间缩短至 2 ~ 3 个小时,进而降低生产成本,制备的碳化钨铝-钴硬质合金烧结体相对密度较高,可达到 98% 以上,其中的碳化钨铝相和钴相均匀分布,且具有很高的显微硬度和弯曲强度。

1. 一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法,其特征在于,包括:
 - a)、将钨铝合金粉、碳粉和钴粉混合均匀,得到粉末混合料;
 - b)、将所述粉末混合料在 400Mpa ~ 500Mpa 的压力下压制成型得到压坯;
 - c)、将所述压坯在 1350℃ ~ 1550℃、真空度小于 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结,得到碳化钨铝 - 钴硬质合金烧结体。
2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 a) 中钨铝合金粉和碳粉的混合比例按摩尔比计为:1 : 1.01 ~ 1.03。
3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 b) 中压制成型的压力为 430Mpa ~ 470Mpa。
4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 c) 中的真空度为 1×10^{-4} ~ 1×10^{-3} Pa。
5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 c) 中烧结温度为 1400℃ ~ 1500℃。
6. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 c) 中烧结时间为 50min ~ 130min。
7. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 a) 中钨铝合金粉的粒度为 230 目 ~ 400 目。
8. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 a) 中碳粉的粒度为 230 目 ~ 400 目。
9. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤 a) 中钴粉的粒度为 230 目 ~ 400 目。
10. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,还包括:
 - d)、将步骤 c) 碳化钨铝 - 钴硬质合金烧结体进行抛光处理。

一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及金属材料,具体涉及一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法。

背景技术

[0002] 碳化钨(WC)是一种由碳原子嵌入钨的金属晶格中形成的填隙化合物。由于碳原子并没有改变原有金属钨晶格的结构,所以碳化钨既拥有与钨相近的高熔点和高耐磨性,还具备了可以和金刚石相媲美的硬度。但是纯碳化钨脆性很大,为了解决脆性问题,用铝原子替代部分钨原子在碳化钨晶格中的位置,就制得了碳化钨铝((WA1)C)。碳化钨铝在拥有碳化钨优良性能的基础上兼具了铝的质轻、延展性好、抗氧化性好等特点,同时解决了碳化钨脆性大的问题。因此,碳化钨铝广泛应用于机械加工、玻璃切割、锻模、轧辊、油井及矿山的开凿钻具、电触点材料等领域。

[0003] 传统的碳化钨铝硬质合金烧结体是以碳化钨粉末为原料,采用粉末冶金烧结工艺制备,但由于碳化钨铝硬质合金的熔点极高,因此对烧结条件的要求较为苛刻。为了降低烧结条件,现有技术中有采用以钴粉末作为烧结剂制备碳化钨铝合金烧结体的方法,如中国专利 CN100406599 公开了一种碳化钨铝合金烧结体,其制备方法为:取碳化钨铝合金粉末与钴粉混合,在温度为 $1300^{\circ}\text{C} \sim 1600^{\circ}\text{C}$ 、真空度为 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-1}$ 、压力为 $10\text{Mpa} \sim 37.5\text{Mpa}$ 的条件下热压烧结 30min 得到碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0004] 这种工艺的缺陷在于,碳化钨铝粉末制备较为困难,制备时间长,由此造成制备碳化钨铝硬质合金烧结体的整体反应时间较长,生产成本低;并且采用热压烧结制备烧结体时,钴在压力的作用下流动性增加,因此易造成钴相和碳化钨铝相分部不均匀,进而降低了烧结体的性能,烧结过程中,真空度较低,钴易被氧化,使烧结体出现氧化裂纹,烧结体内也易形成气孔,从而导致最终制得的合金脆性较大,硬度降低。

发明内容

[0005] 本发明解决的技术问题在于,提供一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法,采用该方法制备碳化钨铝硬质合金烧结体可以缩短反应时间,降低生产成本,并且制备的合金烧结体具有均匀的力学性能和较高的硬度。为了解决以上技术问题,本发明提供的碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法包括:

[0006] a)、将钨铝合金粉、碳粉和钴粉混合均匀,得到粉末混合料;

[0007] b)、将所述粉末混合料在 $400\text{Mpa} \sim 500\text{Mpa}$ 的压力下压制成型得到压坯;

[0008] c)、将所述压坯在 $1350^{\circ}\text{C} \sim 1550^{\circ}\text{C}$ 、真空度小于 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 的条件下烧结,得到碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0009] 优选的,所述步骤 a) 中钨铝合金粉和碳粉的混合比例按摩尔比计为 $1 : 1.01 \sim 1.03$ 。

[0010] 优选的,所述步骤 b) 中压制成型的压力为 $440\text{Mpa} \sim 460\text{Mpa}$ 。

[0011] 优选的,所述步骤 c) 中的真空度为 $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

- [0012] 优选的,所述步骤 c) 中的烧结温度为 1400℃~1500℃。
- [0013] 优选的,所述步骤 c) 中的烧结时间为 50min~130min。
- [0014] 优选的,所述步骤 a) 中钨铝合金粉的粒度为 230 目~400 目。
- [0015] 优选的,所述步骤 a) 中碳粉的粒度为 230 目~400 目。
- [0016] 优选的,所述步骤 a) 中钴粉的粒度为 230 目~400 目。
- [0017] 优选的,还包括:d)、将步骤 c) 碳化钨铝-钴硬质合金烧结体进行抛光处理。
- [0018] 本发明提供一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法,本发明是直接以钨铝合金粉、碳粉和钴粉为原料制备合金烧结体,即钴是在合成碳化钨铝之前加入,在烧结过程中,碳能还原被氧化的钴粉,防止钴粉氧化,提高制品的机械性能。由于钴的塑性较好,在与钨铝粉和碳粉混合时,钴粉发生强烈的塑性变形,表面积增大,表面能也相应增大,故钴会吸引周围的钨铝粉末和碳粉末,形成以钴为中心的微聚团,进而钨铝和碳的接触面接增加,提高烧结过程中钨铝和碳的反应速度,即在烧结过程中,钴既起到粘接剂的作用,还能加速钨铝合金粉和碳粉的反应速度。并且本发明是采用真空液相烧结,在烧结过程中对压坯不施加外部压力,依靠液相烧结时的毛细力使压坯均匀收缩。按照本发明提供的技术方案制备碳化钨铝合金烧结体可将制备时间缩短至 2~3 个小时,进而降低了生产成本,并且制备的碳化钨铝-钴硬质合金烧结体相对密度达到 98% 以上,其中的碳化钨铝相和钴相均匀分布,且具有很高的显微硬度和弯曲强度。

附图说明

- [0019] 图 1 为本发明实施例 1 制备的碳化钨铝-钴硬质合金的 X 射线衍射图。

具体实施方式

[0020] 为了进一步了解本发明,下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述,但是应当理解,这些描述只是为进一步说明本发明的特征和优点,而不是对本发明权利要求的限制。

[0021] 本发明实施例公开了一种碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法,包括:

[0022] a)、将钨铝合金粉、碳粉和钴粉混合均匀,得到粉末混合料;

[0023] b)、将所述粉末混合料在 400Mpa~500Mpa 的压力下压制成型得到压坯;

[0024] c)、将所述压坯在 1350℃~1550℃、真空度小于 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结,得到碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0025] 按照本发明,对于钨铝合金粉的制备方法,本发明对此并无特别限制,可以使用中国专利 CN1328890A 公开的方法制备,具体例子可以为,将钨粉与钴粉按比例混合后加入高能球磨罐中,在氩气保护下密封,合成钨铝合金粉。对于金属钴的来源,本发明对此并无特别限制。

[0026] 按照本发明,钨铝合金粉与碳粉的混合比例按摩尔比计优选为 1:1.01~1.03,更优选为 1:1.02,即碳粉的量按碳化钨铝中碳的量计过量 2%。加入碳粉的量过高易造成烧结过程中游离碳过多,降低制品的抗弯曲强度。混料过程中,钨铝合金粉和碳粉的总质量与钴粉质量比优选为 6~20:1,更优选为 8~15:1。

[0027] 按照本发明,优选采用粒度为 230 目~400 目的钨铝合金粉、碳粉和钴粉,采用粒

度较高的原料粉末,可以增大钨铝合金和碳的接触面积,提高烧结过程中钨铝和碳的反应速度。

[0028] 对于混合方法,可以使用本领域技术人员熟知的方法,对此本发明无特别限制。如将混合粉末在球磨机、型混合器、锥形混合器、酒桶式混合器和螺旋混合器等将粉末或混合料机械地掺和均匀。混料可以采用本领域技术人员熟知的干法混料和湿法混料方法。湿法混料液体介质可以为液体介质可以为酒精、丙酮、水等。本发明优选湿法混料,所述液体介质优选为酒精。按照本发明,优选将钨铝合金粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,由于钴的塑性较好,在球磨过程中钴会发生强烈的塑性变形,致使其表面积急剧增大,表面能也相应增加,钴会吸引周围的钨铝和碳,形成以钴为中心的微聚团,故钨铝合金和碳的接触几率和接触面积将大大增加,从而提高了烧结过程中钨铝和碳的反应速率。

[0029] 将原料粉末混合均匀后,将粉末混合料在模具内压制成型,即将混合好的粉末放入钢制模具中,通过模冲对所述混合粉末加压,得到压坯。所述模冲的压力为 400MPa ~ 500MPa,优选为 430MPa ~ 470Mpa,更优选为 440MPa ~ 460Mpa,优选将所述压坯保压 2min ~ 5min。

[0030] 制成压坯后,将压坯放入石墨模具中,在 1350℃ ~ 1550℃ 下,优选为 1400℃ ~ 1500℃ 下加热所述石墨模具,加热时间为 40min ~ 140min,优选为 50min ~ 130min。在烧结过程中,控制真空度小于 1×10^{-3} Pa,优选为 1×10^{-4} Pa ~ 1×10^{-3} Pa。烧结过程中,碳能还原被氧化的钴粉,防止钴粉氧化,提高制品的机械性能。并且在混合过程中,钴会吸引周围的钨铝和碳,形成以钴为中心的微聚团,增大钨铝合金和碳的接触几率和接触面积将大大增加,故钨铝和碳在烧结时的反应速率较快。高真空液相烧结时,在毛细管力的作用下压坯均匀收缩,钴相和碳化钨铝相可以均匀的分布,得到颗粒大小均匀、致密均匀、力学性能好的硬质合金。

[0031] 可以将烧结后得到的碳化钨铝 - 镍硬质合金进行抛光、打磨、锻造等工序后得到各类产品。

[0032] 为了进一步了解本发明,下面结合实施例对本发明提供的碳化钨铝硬质合金烧结体的制备方法进行描述。

[0033] 实施例 1

[0034] 1、取 28.0g $W_{0.9}Al_{0.1}$ 粉、2.0g 碳粉和 3.0g 钴粉,所述 $W_{0.9}Al_{0.1}$ 粉、碳粉和钴粉的粒度均为 350 目,将所述 $W_{0.9}Al_{0.1}$ 粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0035] 2、将混合后的粉末在 450MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0036] 3、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1500℃、真空度为 1×10^{-4} Pa 的条件下烧结 60min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝 - 钴硬质合金烧结体。

[0037] 将所述碳化钨铝 - 钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 98%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 2185Kg/cm³、2183Kg/cm³、2186Kg/cm³,弯曲强度分别为 1493Mpa、1490Mpa、1492Mpa。

[0038] 取样进行 X 射线分析结果,如图 1 所示,生成的碳化钨铝在烧结过程中结构稳定,没有分解,结晶程度高,也没有与钴形成金属间化合物。

[0039] 实施例 2

[0040] 1、取 27.6g $W_{0.75}Al_{0.25}$ 粉末、2.4g 碳粉末和 3.0g 钴粉,所述 $W_{0.75}Al_{0.25}$ 粉、碳粉和钴粉的粒度均为 300 目,将所述所述 $W_{0.75}Al_{0.25}$ 粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0041] 2、将混合后的粉末在 450MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0042] 3、将压坯在放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1470℃、真空度为 1×10^{-4} Pa 的条件下烧结 80min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0043] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 98%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1995Kg/cm³、1992Kg/cm³、1994Kg/cm³,弯曲强度分别为 1452Mpa、1455Mpa、1453Mpa,性能均匀。X 射线分析结果表明只有碳化钨铝相和钴相,且碳化钨铝和钴没有形成金属间化合物。

[0044] 实施例 3

[0045] 1、取 26.9g $W_{0.5}Al_{0.5}$ 粉末、3.1g 碳粉末和 3.0g 钴粉,所述 $W_{0.5}Al_{0.5}$ 粉、碳粉和钴粉的粒度均为 300 目,将所述所述 $W_{0.5}Al_{0.5}$ 粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0046] 2、将混合后的粉末在 460MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0047] 3、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1430℃、真空度为 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结 100min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0048] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 98%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1705Kg/cm³、1700Kg/cm³、1703Kg/cm³,弯曲强度分别为 1277Mpa、1275Mpa、1280Mpa,性能均匀。X 射线分析结果表明只有碳化钨铝相和钴相,且碳化钨铝和钴没有形成金属间化合物。

[0049] 实施例 4

[0050] 1、取 25.3g $W_{0.25}Al_{0.75}$ 粉末、4.7g 碳粉末和 3.0g 钴粉,所述 $W_{0.25}Al_{0.75}$ 粉、碳粉和钴粉的粒度均为 300 目,将所述所述 $W_{0.25}Al_{0.75}$ 粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0051] 2、将混合后的粉末在 450MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0052] 3、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1410℃、真空度为 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结 120min,放入石墨模具中。

[0053] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 99%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1460Kg/cm³、1462Kg/cm³、1460Kg/cm³,弯曲强度分别为 1248Mpa、1250Mpa、1246Mpa,性能均匀。X 射线分析结果表明只有碳化钨铝相和钴相,且碳化钨铝和钴没有形成金属间化合物。

[0054] 实施例 5

[0055] 1、取 24.0g $W_{0.14}Al_{0.86}$ 粉末、6.0g 碳粉末和 3.0g 钴粉,所述 $W_{0.14}Al_{0.86}$ 粉、碳粉和钴粉的粒度均为 300 目,将所述所述 $W_{0.14}Al_{0.86}$ 粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0056] 2、将混合后的粉末在 450MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0057] 3、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1400℃、真空度为 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结 120min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0058] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 99%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1480Kg/cm³、1482Kg/cm³、1481Kg/cm³,弯曲强度分别为 1184Mpa、1186Mpa、1183Mpa,性能均匀。X 射线分析结果表明只有碳化钨铝相和钴相,且碳化钨铝和钴没有形成金属间化合物。

[0059] 实施例 6

[0060] 1、取 28.0gW_{0.9}Al_{0.1}粉、1.8g 碳粉和 1.5g 钴粉,所述 W_{0.9}Al_{0.1}粉、碳粉和钴粉的粒度均为 250 目,将所述 W_{0.9}Al_{0.1}粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0061] 2、将混合后的粉末在 410MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0062] 3、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1370℃、真空度为 1×10^{-4} Pa 的条件下烧结 50min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0063] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 98%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1235Kg/cm³、1230Kg/cm³、1237Kg/cm³,弯曲强度分别为 1180Mpa、1183Mpa、1182Mpa。

[0064] 实施例 7

[0065] 1、取 27.6gW_{0.75}Al_{0.25}粉末、2.5g 碳粉末和 5.0g 钴粉,所述 W_{0.75}Al_{0.25}粉、碳粉和钴粉的粒度均为 350 目,将所述所述 W_{0.75}Al_{0.25}粉、碳粉和钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0066] 2、将混合后的粉末在 480MPa 下压制成型后保压 4min 得到压坯。

[0067] 3、将压坯在放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉在 1530℃、真空度为 1×10^{-3} Pa 的条件下烧结 125min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0068] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,相对密度为 98%,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是 1569Kg/cm³、1561Kg/cm³、1565Kg/cm³,弯曲强度分别为 1243Mpa、1242Mpa、1247Mpa,性能均匀。X 射线分析结果表明只有碳化钨铝相和钴相,且碳化钨铝和钴没有形成金属间化合物。

[0069] 比较例 1

[0070] 1、取 28.2gW_{0.75}Al_{0.25}粉末、3.5gC 碳粉,所述 W_{0.75}Al_{0.25}粉、碳粉和钴粉的粒度均为 300 目,将所述 W_{0.75}Al_{0.25}粉和碳粉放入球磨混合机混合均匀后装入石墨坩埚,再放入固相反应炉内,在真空度为 1×10^{-3} Pa 的条件下升温至 1600℃,每保温 7 小时将粉末取出球磨 40 分钟,保温 14 小时制得 W_{0.75}Al_{0.25}粉末。

[0071] 2、取 30g(W_{0.5}Al_{0.5})C 粉与 3.0g 钴粉在球磨混合机中进行湿法混合,液体介质为酒精。

[0072] 3、将混合后的粉末在 450MPa 下压制成型后保压 3min 得到压坯。

[0073] 4、将压坯放入石墨模具中,将所述模具放入真空烧结炉中加热,真空度为 1×10^{-2} Pa,烧结时对压坯施加35.5Mpa的压力,烧结温度为1500℃,烧结时间为60min,烧结完毕后将模具室温冷却,冷却后脱模,制得碳化钨铝-钴硬质合金烧结体。

[0074] 将所述碳化钨铝-钴硬质合金烧结体抛光,取样测试,测量烧结体不同位置,显微硬度分别是1835Kg/cm³、1760Kg/cm³、1927Kg/cm³,弯曲强度分别为1421Mpa、1347Mpa、1587Mpa,硬质合金烧结体力学性能不均匀。

[0075] 由上述结果可知,采用本发明提供的方法制备碳化钨铝硬质合金烧结体可将反应时间缩短至2~3个小时,制备的碳化钨铝-钴硬质合金烧结体相对密度较高,可达到98%以上,其中的碳化钨铝相和钴相均匀分布,且具有很高的显微硬度和弯曲强度。

[0076] 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以对本发明进行若干改进和修饰,这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

[0077] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。

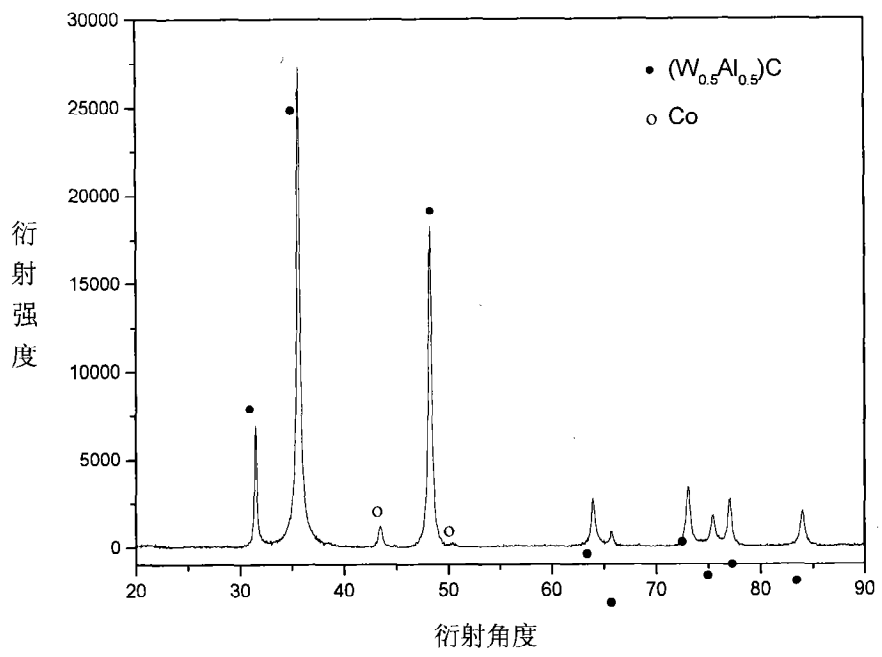


图 1