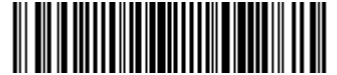




(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0002805

(51) B22F 3/10; B22F 3/15; C22C 29/00; C22C
2016.01 1/05; C22C 1/00

(13) **Y**

(21) 2-2020-00139

(22) 10/04/2020

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/06/2020 387AHI

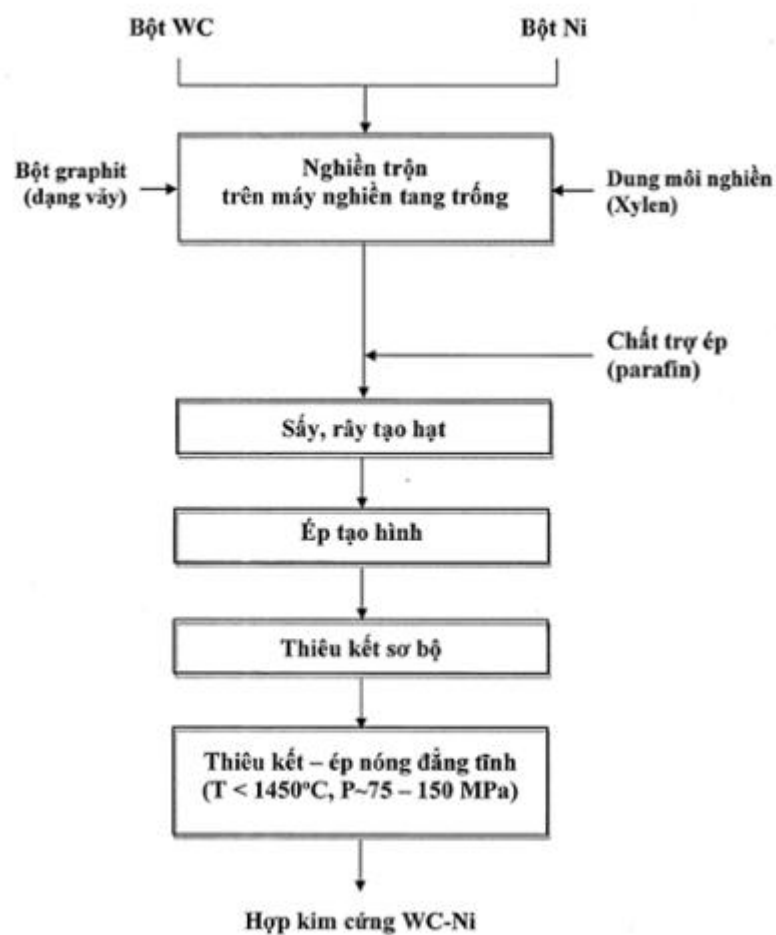
(73) 1. Trung tâm phát triển Công nghệ cao - Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam (VN)
Số 18, đường Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, thành phố Hà
Nội

2. Viện Khoa học Vật liệu - Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam (VN)
Số 18 đường Hoàng Quốc Việt, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Đoàn Đình Phương (VN); Lê Danh Chung (VN); Trần Bảo Trung (VN); Nguyễn Văn
Thao (VN); Lương Văn Dương (VN).

(54) **PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO HỢP KIM CỨNG HỆ WC-NI**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni bằng công nghệ ép nóng đẳng tĩnh bao gồm các công đoạn: a) chuẩn bị nguyên liệu gồm bột WC; bột niken; và bột graphit; b) nghiền toàn bộ hỗn hợp đã chuẩn bị tại bước a) với xylen trong máy nghiền bi tang trống; khi thời gian nghiền đạt 70 giờ thì cho thêm parafin, sau đó nghiền tiếp 2 giờ; c) tạo ra hạt hỗn hợp bằng cách vê viên hỗn hợp thu được ở bước b) thành hạt; d) ép định hình hỗn hợp dạng hạt thu được ở bước c) trong khuôn ép bằng thiết bị ép thủy lực; e) thiêu kết sơ bộ vật liệu ép thu được từ bước d) trong môi trường khí hydro; và f) thiêu kết hợp kim thu được tại bước e) bằng phương pháp ép nóng đẳng tĩnh để thu được hợp kim cứng WC-Ni.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp chế tạo hợp kim cứng (HKC) hệ WC được liên kết bằng niken, nhằm tạo ra hợp kim cứng có mật độ xít chặt hoàn toàn và nâng cao độ bền, độ dai cho hợp kim.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Hợp kim cứng hệ cacbit vonfram được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực kỹ thuật như: ngành gia công kim loại, ngành khai khoáng và nhiều ngành khác do có khả năng chịu mài mòn rất cao. Cùng với sự phát triển của các ngành công nghiệp, sản lượng tiêu thụ hợp kim cứng hàng năm trên thế giới đang ngày càng tăng, dự kiến đến năm 2025 giá trị của hợp kim cứng sản xuất trên toàn thế giới đạt tới 8 tỷ USD.

Cấu trúc của hợp kim cứng hệ WC gồm 2 pha chính: (i) pha chịu mài mòn là các hạt cacbit vonfram (WC) có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 micromet; (ii) pha liên kết là kim loại Co, hoặc Ni, hoặc Fe hoặc hợp kim của những nguyên tố này với một số nguyên tố khác bao quanh các hạt WC, liên kết các hạt WC lại thành khối, tạo độ bền và độ dai cho hợp kim. Hàm lượng của pha WC dao động trong khoảng từ 80 đến 95% khối lượng, hàm lượng pha liên kết dao động trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng hợp kim.

Hợp kim cứng hệ WC thường được chế tạo bằng cách nghiền trộn bột WC với bột kim loại liên kết có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 2 đến 3 micromet, theo tỷ lệ định sẵn bằng máy nghiền bi. Sau đó, hỗn hợp bột này được trộn đều với chất trợ ép, thường là parafin với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2% khối lượng bột. Tiếp theo, hỗn hợp bột trên được tạo hạt và sấy khô bằng máy tạo hạt với cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1 mm, hoặc được sấy khô luân mà không qua công đoạn tạo hạt. Tiếp theo, bột sau khi sấy khô được ép trong khuôn kim loại để tạo hình sản phẩm và được thiêu kết trong chân không hoặc trong khí bảo vệ. Trong công đoạn thiêu kết, chi tiết được nung nóng từ từ đến

khi kim loại liên kết nóng chảy thành thể lỏng, chảy và bao bọc quanh các hạt WC. Khi pha kim loại liên kết chảy lỏng hết và bao bọc các hạt WC, chi tiết được làm nguội từ từ trong lò đến nhiệt độ phòng. Khi đó, các hạt WC được liên kết chặt với nhau bằng kim loại liên kết, tạo thành khối composít WC-kim loại vững chắc.

Đã biết, 95% sản lượng hợp kim cứng trên thế giới thuộc hệ WC-Co do kim loại coban có cơ tính cao, khả năng chịu nhiệt tốt. Ngoài ra, kim loại coban nóng chảy có tính thấm ướt trên bề mặt WC, do đó hợp kim cứng hệ WC được liên kết bằng Co có thể dễ dàng thiêu kết trong chân không, thậm chí trong môi trường khí bảo vệ hydro hoặc argon ở áp suất bình thường.

Cũng đã biết, coban là kim loại có tính chống ăn mòn kém, nên hợp kim cứng WC-Co không thể làm việc trong môi trường xâm thực, dù là xâm thực yếu. Ngoài ra, độ bền và độ dai của hợp kim cứng được liên kết bằng coban không cao. Để giải quyết vấn đề này, trong một số trường hợp, khi hợp kim làm việc trong môi trường ăn mòn, hoặc hợp kim cần có tính dẻo dai cao, kim loại niken sẽ được dùng thay thế coban trong vai trò là kim loại liên kết.

Tuy nhiên, niken nóng chảy lại có tính thấm ướt kém trên bề mặt WC. Vì vậy, khi thiêu kết hợp kim WC-Ni trong chân không hoặc trong môi trường khí bảo vệ ở áp suất thường, hợp kim hay bị bọt khí, rỗ xốp, không đạt được mật độ xít chặt hoàn toàn. Chính điều này làm giảm cơ tính của hợp kim WC-Ni và hạn chế khả năng sử dụng của hệ hợp kim này.

Đã biết, để giải quyết vấn đề khó thiêu kết của hợp kim WC-Ni, ngày nay hợp kim này thường được thiêu kết với sự trợ giúp của áp lực theo công nghệ ép nóng đẳng tĩnh bổ sung, hay còn gọi là công nghệ Sinter – Plus HIP. Bản chất của phương pháp này là đầu tiên hợp kim được thiêu kết trong chân không tại nhiệt độ, mà ở đó niken chảy lỏng. Sau đó, hợp kim vẫn được giữ ở nhiệt độ này và không gian lò được bơm khí argon vào với áp lực nằm trong khoảng từ 5 đến 10 MPa. Dưới tác động của áp lực, niken nóng chảy sẽ điền đầy vào những chỗ trống, tạo cho hợp kim có độ xít chặt hoàn toàn.

Cũng đã biết, nhược điểm của phương pháp này là, phải thiêu kết hợp kim ở nhiệt độ mà ở đó niken ở trạng thái chảy lỏng, thường là trên 1450°C . Theo tác giả Đoàn Đình Phương và những người khác, thì ở nhiệt độ này sẽ xảy ra hiện tượng tạo pha giòn (pha eta) trong hợp kim, làm giảm tính dẻo dai, giảm độ bền của hợp kim (Xem tài liệu: Doan Dinh Phuong et al., Influence of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of WC-8Ni cemented carbide produced by vacuum sintering, Ceramics International, 42, 2016, pp 14937 – 14943) . Hiện tượng hình thành pha giòn eta trong hợp kim WC được cho là do cacbon trong mạng tinh thể WC đã phản ứng với oxit của kim loại liên kết ở nhiệt độ cao, làm cho tinh thể WC thiếu cacbon và hình thành pha giòn $\text{Ni}_2\text{W}_4\text{C}$. Oxit kim loại niken thường hình thành trong quá trình nghiền trộn bột kim loại Ni với WC ở thời gian dài.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích này đề xuất phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni có độ xít chặt hoàn toàn, loại bỏ được pha eta, tăng độ bền, độ dai cho hợp kim.

Để đạt được mục đích nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni, sao cho hợp kim được thiêu kết bằng công nghệ ép nóng đẳng tĩnh, ở nhiệt độ dưới 1450°C , để không hình thành pha giòn, nhưng kim loại niken vẫn có thể bao bọc được các hạt WC nhờ áp lực trên 100 MPa của khí argon được đưa vào. Ngoài ra, khi nghiền trộn bột WC và Ni, một lượng nhỏ graphit từ 0,1 đến 0,5% khối lượng của bột WC+ Ni được đưa vào nghiền trộn cùng hỗn hợp. Nhờ sự chà sát của bi và bột, các mảnh graphit được tách dần từng lớp, trải đều trên bề mặt các hạt WC. Ở nhiệt độ cao, lớp graphit này hoàn nguyên lượng NiO có thể hình thành trong quá trình nghiền trộn, để tạo ra Ni. Nhờ đó, hàm lượng cacbon trong tinh thể WC không bị thiếu hụt, ngăn cản sự hình thành pha giòn $\text{Ni}_2\text{W}_4\text{C}$.

Cụ thể, giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni bao gồm các công đoạn:

a) chuẩn bị nguyên liệu gồm (% khối lượng): bột WC với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 95%; bột niken với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 20%; bột graphit với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5% của bột WC và bột Ni; trong đó bột WC và bột Ni được tính toán sao cho tổng khối lượng hai loại bột này đạt 100%;

b) nghiền toàn bộ hỗn hợp đã chuẩn bị tại bước a) với xylene trong máy nghiền bi tang trống với bi nghiền và tang nghiền đều được chế tạo từ hợp kim cứng hệ WC-Ni, thời gian nghiền là 72 giờ, trong đó xylene được dùng với lượng khoảng 5% khối lượng của hỗn hợp nghiền; khi thời gian nghiền đạt 70 giờ thì cho thêm parafin với lượng từ 1,5 đến 2% khối lượng bột nghiền, sau đó nghiền tiếp 2 giờ;

c) tạo ra hạt hỗn hợp bằng cách vê viên hỗn hợp thu được ở bước b) thành hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1mm bằng máy sấy chân không-tạo hạt, hoặc không tạo hạt mà làm khô hỗn hợp bằng cách để cho bay hơi hết xylene trong thiết bị sấy chân không;

d) ép định hình hỗn hợp dạng hạt thu được ở bước c) trong khuôn ép bằng thiết bị ép thủy lực với lực ép nằm trong khoảng từ 80 đến 100 MPa để tạo ra vật liệu ép;

e) thiêu kết sơ bộ vật liệu ép thu được từ bước d) trong môi trường khí hydro ở nhiệt độ từ 800 đến 850⁰C trong 2 giờ nhằm loại bỏ parafin và hoàn nguyên oxit niken không mong muốn hình thành khi thực hiện các công đoạn từ bước b) đến bước d); và

f) thiêu kết hợp kim thu được tại bước e) bằng phương pháp ép nóng đẳng tĩnh; trong đó, đầu tiên nâng nhiệt từ từ trong chân không đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1430 đến 1450⁰C, tiếp tục giữ vật liệu trong thời gian từ 1 đến 1,5 giờ tại nhiệt độ này và trong chân không; tiếp theo, tiếp tục giữ ở nhiệt độ nói trên và bơm khí argon vào buồng lò cho đến khi đạt được áp suất từ 75 đến

150 Mpa, giữ ở nhiệt độ và áp suất này trong khoảng thời gian 30 phút; sau đó tiếp tục giữ ở áp suất đã bơm nhưng hạ từ từ nhiệt độ xuống đến nhiệt độ phòng để thu được hợp kim cứng hệ WC-Ni.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Giải pháp hữu ích sẽ được mô tả một cách chi tiết có dựa vào các hình vẽ kèm theo, trong đó:

Hình 1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện cấu trúc của hợp kim cứng hệ WC;

Hình 2 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện sự thấm ướt của kim loại coban và niken nóng chảy trên bề mặt WC;

Hình 3 là hình vẽ minh họa cấu tạo của thiết bị ép nóng đẳng tĩnh;

Hình 4 là lưu đồ minh họa cách thức chế tạo hợp kim WC-Ni theo phương pháp đã biết;

Hình 5 là lưu đồ minh họa cách thức chế tạo hợp kim WC-Ni theo phương pháp của giải pháp hữu ích;

Hình 6 là ảnh cấu trúc của hợp kim WC-Ni được chế tạo theo phương pháp đã biết và chế tạo theo phương pháp của giải pháp hữu ích.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Thuật ngữ “% khối lượng” dưới đây, trừ khi có giải thích khác, được hiểu là % của khối lượng của hai thành phần bột WC và bột Ni cấu thành nên hợp kim. Phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni được thực hiện như mô tả dưới đây.

Công đoạn a) là công đoạn chuẩn bị nguyên liệu. Nguyên liệu được dùng để chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni gồm các thành phần dưới đây.

Bột cacbit vonfram (WC) được dùng để chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 95% khối lượng. Nếu lượng WC nhỏ hơn 80% khối lượng thì hợp kim có độ cứng thấp, không đảm bảo khả năng

chống mài mòn, còn nếu lớn hơn 95% khối lượng thì độ bền của hợp kim WC-Ni sẽ thấp, không đảm bảo độ bền tối thiểu đối với hợp kim cứng.

Bột Ni được dùng với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng. Tương tự, nếu lượng Ni nhỏ hơn 5% khối lượng thì hợp kim có độ bền thấp, không đảm bảo độ bền tối thiểu đối với hợp kim, ngược lại nếu lượng bột Ni lớn hơn 20% thì hợp kim sẽ có độ cứng thấp, không đảm bảo khả năng chống mài mòn.

Bột graphit tự nhiên với độ sạch trên 95%, dạng vảy với kích thước trong khoảng từ 1 đến 3 mm, được dùng với lượng trong khoảng từ 0,1 đến 0,5% khối lượng. Nếu hàm lượng graphit dưới 0,1% thì không đủ cacbon để vô hiệu hóa lượng oxit niken hình thành, do đó trong hợp kim sẽ xuất hiện pha giòn eta. Nếu hàm lượng graphit lớn hơn 0,5% thì lượng graphit sẽ dư thừa và tồn tại trong hợp kim dạng cacbon tự do, làm giảm tỷ trọng, giảm độ cứng, độ bền của hợp kim.

Công đoạn b) được thực hiện bằng cách nghiền hỗn hợp gồm WC, Ni và graphit và dung môi xylen với lượng bằng 5% khối lượng trong máy nghiền bi tang trống, thời gian nghiền là 72 giờ. Dung môi xylen này có chức năng bao bọc các hạt nguyên liệu, nhất là bột Ni trong quá trình nghiền, bảo vệ các hạt kim loại không bị oxy hóa. Nếu lượng xylen nhỏ hơn 5% thì khả năng bảo vệ chống oxy hóa giảm, nếu lớn hơn 5% thì làm giảm hiệu quả nghiền trộn, do lực cản của xylen gây ra. Khi thời gian nghiền đạt 70 giờ thì cho thêm parafin với lượng từ 1,5 đến 2% khối lượng bột nghiền, sau đó nghiền tiếp 2 giờ. Parafin có chức năng bao bọc các hạt nguyên liệu trong quá trình nghiền, bảo vệ kim loại không bị oxy hóa khi sấy khô, đồng thời đóng vai trò là chất kết dính để tạo lực hút vật lý giữa các cấu tử, giúp quá trình vê viên tạo hạt ở công đoạn c) và quá trình ép diễn ra thuận lợi. Nếu hàm lượng parafin nhỏ hơn 1,5% thì bột sẽ khó ép, nếu lớn hơn 2% thì sẽ làm cho vật liệu sau khi thiêu kết bị co ngót lớn. Bi nghiền và tang nghiền đều được chế tạo từ hợp kim cứng hệ WC-Ni, tỷ lệ khối lượng bi/bột nghiền trong khoảng từ 6/1 đến 8/1. Tỷ lệ khối lượng bi/bột nói

trên được xác định thông qua thực nghiệm. Nhiệt độ khi nghiền cần giữ ở dưới 45°C để đảm bảo lượng dung môi không bị bay hơi mạnh và hạn chế Ni bị oxy hóa. Thời gian nghiền tối ưu là 72 giờ được xác định bằng thực nghiệm.

Công đoạn c) là công đoạn tạo hạt hỗn hợp bằng cách vê viên hỗn hợp thu được ở bước b) thành hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1mm bằng máy sấy chân không-tạo hạt. Việc tạo hạt hỗn hợp để giúp cho quá trình tiếp bột được dễ dàng khi hỗn hợp được ép thành chi tiết trên máy ép tự động hoặc bán tự động. Nếu vật liệu sau đó được ép thủ công, thì không cần quá trình tạo hạt, mà hỗn hợp thu được ở bước b) chỉ cần sấy trong chân không ở nhiệt độ từ 50 đến 60°C để dung môi xylen bay hết.

Công đoạn d) là công đoạn tạo ra vật liệu ép. Công đoạn này được thực hiện cụ thể như sau:

Hỗn hợp thu được ở công đoạn c) được ép định hình bằng thiết bị ép thủy lực trong khuôn bằng hợp kim cứng WC-Co hoặc trong khuôn bằng thép với lực ép nằm trong khoảng từ 80 đến 100 MPa. Hỗn hợp sau khi đã được ép, được gọi là vật liệu ép, được lấy ra khỏi khuôn. Nếu lực ép nhỏ hơn giới hạn trên thì độ bền tươi của vật liệu ép không đảm bảo, nếu lực ép lớn hơn giới hạn đó thì dễ làm cho vật liệu bị nén quá mức, khi bỏ lực ép sẽ nở ra và làm nứt vỡ vật liệu ép.

Công đoạn e) thiêu kết sơ bộ vật liệu ép được thực hiện như sau:

Vật liệu ép thu được từ bước d) sau khi lấy ra khỏi khuôn ép, được đưa sang lò hoàn nguyên sơ bộ. Lò hoàn nguyên sơ bộ là loại lò có thể điều chỉnh và đặt được chương trình nâng nhiệt, hạ nhiệt từ nhiệt độ phòng đến nhiệt độ 900°C , cho phép làm việc được trong môi trường khí hydro và phải có ngăn ngưng tụ và thu hồi parafin. Sau khi xếp vật liệu ép vào lò, nâng nhiệt chậm từ nhiệt độ phòng lên đến 200°C và giữ ở nhiệt độ này trong thời gian từ 1,0 giờ đến 2,5 giờ để parafin bay ra hết. Thời gian giữ ở nhiệt độ 200°C phụ thuộc vào kích cỡ của vật liệu ép. Nếu vật liệu ép có kích thước lớn, thời gian giữ nhiệt cần dài để parafin có thời gian bay ra hết và ngược lại, nếu vật liệu ép có kích

thước bé thì thời gian giữ nhiệt ngắn. Thời gian này được xác định bằng thực nghiệm đối với mỗi loại kích thước vật ép. Trong quá trình nâng nhiệt và giữ nhiệt ở 200°C , có thể liên tục hút chân không từ buồng lò hoặc bơm khí trơ argon tạo đối lưu trong lò, parafin sẽ theo dòng khí argon ra thiết bị ngưng tụ và được thu hồi lại. Sau thời gian giữ nhiệt ở nhiệt độ 200°C để bay hơi parafin, lò được nâng nhiệt chậm với tốc độ khoảng 7°C/phút đến nhiệt độ từ 800 đến 850°C và giữ ở nhiệt độ này 1 giờ. Kể từ thời gian nâng nhiệt và trong suốt thời gian giữ nhiệt ở nhiệt độ từ 800 đến 850°C , lò phải được bơm khí hydro hoặc hỗn hợp khí argon + 15% hydro. Việc dùng hỗn hợp khí $\text{Ar} + 15\% \text{H}_2$ vì mục đích an toàn. Sau thời gian giữ nhiệt, lò được tắt chế độ nâng nhiệt và để vật liệu nguội cùng lò, nhưng vẫn dùng khí argon để bảo vệ vật liệu cho đến khi vật liệu nguội xuống đến nhiệt độ môi trường. Việc dùng khí hydro là để oxit niken được tạo ra bằng các bước từ a) đến d) được hoàn nguyên thành niken kim loại. Nâng và giữ nhiệt ở nhiệt độ từ 800 đến 850°C là để tạo cho vật liệu có độ bền nhất định, thuận lợi cho quá trình vận chuyển, xếp vào lò ép nóng đẳng tĩnh hoặc có thể gia công sơ bộ vật liệu trước khi thiêu kết chính thức.

Cuối cùng, công đoạn f) là công đoạn thiêu kết hợp kim trong thiết bị ép nóng đẳng tĩnh để tạo ra hợp kim cứng hệ WC-Ni được thực hiện như sau:

Hợp kim thu được tại bước e) được xếp vào lò ép nóng đẳng tĩnh. Sau đó, lò được hút chân không đến 10^{-2} Pa và nâng nhiệt từ từ với vận tốc nằm trong khoảng từ 7 đến 10°C/phút , khi lò đạt nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1430 đến 1450°C , tiếp tục giữ vật liệu tại nhiệt độ này trong thời gian từ 1 đến $1,5$ giờ, trong suốt quá trình nâng nhiệt và giữ nhiệt, lò được giữ ở mức chân không từ 8.10^{-3} đến 1.10^{-2} Pa; tiếp theo, tiếp tục giữ ở nhiệt độ nói trên và bơm khí argon vào buồng lò cho đến khi đạt được áp suất từ 75 đến 150 MPa và giữ ở nhiệt độ và áp suất này trong khoảng thời gian 30 phút; sau đó tiếp tục giữ ở áp suất đã bơm nhưng hạ từ từ nhiệt độ xuống đến nhiệt độ phòng. Sản phẩm thu được sau quá trình này là hợp kim cứng hệ WC-Ni.

Hợp kim cứng hệ WC-Ni thu được theo phương pháp đã đề xuất có độ bền và độ dai cao hơn so với hợp kim cứng được chế tạo theo phương pháp đã biết. Để chứng minh cho điều này, tác giả giải pháp đã tiến hành đo độ cứng, độ dai và độ bền uốn của hợp kim cứng 92%WC + 8%Ni chế tạo theo cả hai phương pháp: phương pháp đã biết và phương pháp theo giải pháp hữu ích. Bảng 1 dưới đây thể hiện tính chất cơ của hai loại hợp kim cứng nói trên.

Bảng 1: Độ cứng, độ dai và độ bền uốn của hai loại HKC 92% WC+8%Ni

TT	Cơ tính	Đơn vị đo	Hợp kim được chế tạo theo phương pháp đã biết (Sinter Plus HIP)	Hợp kim được chế tạo theo giải pháp hữu ích
1	Độ cứng HV30	GPa	12	11,8
2	Độ dai	MPa.m ^{1/2}	18	30
3	Độ bền uốn	MPa	2000	2800
4	Khối lượng riêng	g/cm ³	14,67	14,66

Từ bảng trên thấy rằng, hợp kim cứng hệ WC-Ni được sản xuất bằng phương pháp theo giải pháp hữu ích có độ cứng, khối lượng riêng gần như tương đương, nhưng độ dai và độ bền uốn cao hơn nhiều so với hợp kim cứng được sản xuất bằng phương pháp đã biết. Độ cứng của hợp kim được chế tạo theo phương pháp đã biết cao hơn 2,5% là do trong cấu trúc của hợp kim được chế tạo theo phương pháp đã biết có xuất hiện pha eta, là pha gây giòn và có độ cứng cao hơn.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Phương pháp chế tạo hợp kim cứng theo giải pháp hữu ích được minh họa bằng ví dụ dưới đây.

Chế tạo 10 mẫu hợp kim cứng WC-8Ni có tổng khối lượng 162g với thành phần 92% WC và 8%Ni. Trong đó, 05 mẫu viên hình trụ có kích thước $\phi 12 \times 10$ mm, khối lượng là 16,57 g/mẫu; 05 mẫu dạng thanh kích thước (dài x

rộng x cao) là 30 x 6 x 6 mm, khối lượng là 15,83 g/mẫu. Các bước chế tạo 10 mẫu hợp kim cứng WC – 8Ni trên được tiến hành như sau:

Chuẩn bị nguyên vật liệu dùng để chế tạo 10 mẫu hợp kim cứng WC – 8Ni gồm:

- 149,0 gam bột WC, cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,5 - 4 micromet, xuất xứ Hàn Quốc;

- 13 gam bột niken kim loại, cỡ hạt nằm trong khoảng từ 2 – 3 micromet, xuất xứ Hàn Quốc;

- 0,48 gam bột graphit dạng vảy, có kích thước nằm trong khoảng từ 1 – 3 mm, xuất xứ Yên Bái, Việt Nam;

Như vậy, tổng khối lượng hỗn hợp bột WC + Ni nguyên liệu là 162g, với 92% khối lượng là bột WC, còn lại là bột Ni. Trong khi đó, lượng bột graphit bổ sung vào trong hỗn hợp bột là 0,48 g, chiếm 0,3% khối lượng hỗn hợp bột.

Toàn bộ bột nguyên liệu cùng với 8g dung dịch xylen (chiếm 5 % khối lượng hỗn hợp bột nghiền trộn) và bi nghiền được nạp vào máy nghiền bi tang trống. Tang nghiền của máy có đường kính 100mm và bi nghiền có đường kính từ 3 đến 10 mm được chế tạo bằng hợp kim cứng WC-Ni. Lượng bi nghiền cho vào cùng hỗn hợp bột là 980g, tương ứng với tỷ lệ bi/bột là 6/1. Sau khi đóng tang nghiền, để máy chạy tự động trong 72 giờ. Trước khi kết thúc quá trình nghiền 2 giờ, máy nghiền được dừng, mở nắp và bổ sung thêm 2,4g parafin (khoảng 1,5% khối lượng hỗn hợp bột nghiền trộn) vào hỗn hợp. Sau đó, hỗn hợp được nghiền tiếp trong vòng 2 giờ, khi đạt thời gian nghiền trộn là 72 giờ thì kết thúc quá trình nghiền trộn. Trong suốt quá trình nghiền, nhiệt độ tang nghiền cần được giữ ở dưới 45°C để đảm bảo lượng dung môi không bị bay hơi mạnh và hạn chế Ni bị oxy hóa. Trong trường hợp nhiệt độ tang nghiền vượt quá 45°C, cần có biện pháp hạ nhiệt độ của tang như thổi quạt làm mát, dùng nước mát xả lên tang nghiền, v.v..

Sau khi kết thúc quá trình nghiền, đổ toàn bộ hỗn hợp nghiền trong tang ra khay thép không gỉ, dùng rây tách hỗn hợp bột ra khỏi bi nghiền, sau đó đưa

hỗn hợp bột nghiền vào trong tủ sấy chân không và sấy ở nhiệt độ từ 50 đến 60°C nhằm loại bỏ dung môi xylen. Thời gian sấy khoảng 4 giờ, trong thời gian này, cứ cách 60 phút lại đảo hỗn hợp bột một lần. Hỗn hợp sau sấy khô được đánh toi và rây qua rây có kích thước mắt lưới 0,5 mm để tách những hạt to còn sót lại. Những hạt to này sau đó dùng dụng cụ miết và đánh toi lại một lần nữa để nhận được bột có kích thước dưới 0,5 mm. Như vậy, bột nhận được sau rây có kích thước dưới 0,5 mm, chuẩn bị cho quá trình ép tạo hình.

Bột sau rây được cân để chia ra thành 10 mẫu bột ép. Sử dụng cân kỹ thuật có độ chính xác 10^{-2} để cân 05 mẫu bột có khối lượng 16,57 g/mẫu (để ép mẫu hình trụ) và 05 mẫu bột có khối lượng 15,83 g/mẫu (để ép mẫu dạng thanh).

Khuôn ép mẫu được làm bằng thép hợp kim đã qua nhiệt luyện, đạt độ cứng trên 55 HRC. Đối với khuôn ép mẫu hình trụ, lòng trong áo khuôn có đường kính 13,1mm và cao 40 mm. Đối với khuôn ép mẫu dạng thanh, lòng trong áo khuôn có kích thước (D x R x C) 32,9 x 6,6 x 25 mm.

Mỗi một mẫu bột sau cân ở trên được đổ vào khuôn. Trong quá trình đổ vào khuôn, cần áp dụng kỹ thuật rung gõ áo khuôn để tăng khả năng điền đầy của bột vào trong khuôn. Hệ khuôn được đưa lên máy ép thủy lực và được ép ở áp lực 80 MPa với thời gian giữ lực là 5 giây. Mẫu sau ép được lấy ra khỏi khuôn bằng cách lật ngược khuôn và dùng chày đẩy mẫu ép này ra ngoài.

Tất cả các mẫu sau ép được đặt vào khay thép không gỉ trước khi được đưa vào lò thiêu kết sơ bộ. Khay thép chứa mẫu cần được đặt chính giữa vùng nhiệt của lò thiêu kết sơ bộ nhằm đạt được sự đồng đều về nhiệt trong các mẫu. Ban đầu, lò nâng nhiệt chậm với tốc độ 3°C/phút đến 200°C và trong môi trường chân không. Giữ nhiệt ở 200°C trong 1 giờ. Sau đó, tiến hành nâng nhiệt lên 830°C với tốc độ 7°C/phút trong môi trường khí hydro. Giữ nhiệt 1 giờ ở nhiệt độ 830°C trong môi trường khí hydro. Sau thời gian giữ nhiệt, lò được tắt chế độ nâng nhiệt và để vật liệu nguội cùng lò, đồng thời tắt khí hydro và nạp

khí argon vào trong buồng lò để bảo vệ vật liệu cho đến khi vật liệu nguội xuống đến nhiệt độ môi trường.

Mẫu sau thiêu kết sơ bộ được kiểm tra cảm quan bằng kính lúp có độ phóng đại từ 3 đến 5 lần. Chỉ những mẫu không nhìn thấy vết nứt mới được đưa vào trong lò ép nóng đẳng tĩnh để tiến hành thiêu kết. Trong công đoạn thiêu kết, trước hết, lò được hút chân không đến 10^{-2} Pa. Sau khi đạt chân không, tiến hành nâng nhiệt với vận tốc khoảng $7^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ đến nhiệt độ 1440°C , tiếp tục giữ tại nhiệt độ này trong thời gian từ 1 giờ. Trong suốt quá trình nâng nhiệt và giữ nhiệt, lò được giữ ở mức chân không từ 8.10^{-3} đến 1.10^{-2} Pa. Sau khi giữ nhiệt ở nhiệt độ 1440°C trong môi trường chân không, tiến hành tắt bơm chân không. Ngay sau đó, bơm khí argon vào buồng lò cho đến khi đạt được áp suất từ 100 MPa trong khi vẫn giữ nhiệt độ của lò ở 1440°C . Lò được giữ ở nhiệt độ 1440°C và áp suất 100 MPa trong 30 phút trước khi giảm nhiệt độ dần về nhiệt độ phòng. Áp suất 100 MPa cần được duy trì cho đến khi nhiệt độ của lò giảm xuống dưới 100°C thì tiến hành xả áp về cân bằng với áp suất khí quyển. Sản phẩm thu được sau quá trình này là 05 mẫu hợp kim cứng hệ WC-8Ni viên hình trụ có kích thước $\phi 12 \times 10$ mm, và 05 mẫu hợp kim cứng hệ WC-8Ni dạng thanh kích thước (dài x rộng x cao) là $30 \times 6 \times 6$ mm. Các mẫu sau quá trình ép nóng đẳng tĩnh được tiến hành đo các tính chất như tỷ trọng, độ cứng, độ bền uốn, độ dai và được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2: Tính chất của hợp kim được chế tạo

TT	Cơ tính	Đơn vị đo	Giá trị đo được
1	Độ cứng HV30	GPa	11,83
2	Độ dai	$\text{MPa.m}^{1/2}$	29,5
3	Độ bền uốn	MPa	2780
4	Khối lượng riêng	g/cm^3	14,66

Hiệu quả của giải pháp hữu ích

Lợi ích của giải pháp hữu ích thể hiện ở chỗ, với cùng thành phần nguyên liệu đầu vào, hợp kim cứng hệ WC-Ni được chế tạo theo giải pháp hữu ích có khối lượng riêng, độ cứng gần như tương đương, nhưng độ bền uốn cao hơn 40% và độ dai cao hơn 66 % so với mẫu được chế tạo theo phương pháp đã biết. Với độ bền và độ dai cao hơn, hợp kim cứng được chế tạo theo giải pháp hữu ích có thể làm việc ở tải trọng va đập lớn hơn. Điều này đặc biệt hiệu quả khi dùng hợp kim cứng này để chế tạo khuôn đột dập, dao cắt hoặc một số chi tiết đặc chủng dùng trong công nghiệp quốc phòng như lõi đạn xuyên thép, v.v..

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp chế tạo hợp kim cứng hệ WC-Ni bao gồm các công đoạn:

a) chuẩn bị nguyên liệu gồm (% khối lượng): bột WC với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 95%; bột niken với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 20%; bột graphit với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5% của bột WC và bột Ni, trong đó tổng khối lượng của bột WC và bột Ni là 100%;

b) nghiền toàn bộ hỗn hợp đã chuẩn bị tại bước a) với xylen trong máy nghiền bi tang trống với bi nghiền và tang nghiền đều được chế tạo từ hợp kim cứng hệ WC-Ni, thời gian nghiền là 72 giờ, trong đó xylen được dùng với lượng khoảng 5% khối lượng của hỗn hợp bột nghiền; khi thời gian nghiền đạt 70 giờ thì cho thêm parafin với lượng từ 1,5 đến 2% khối lượng bột nghiền, sau đó nghiền tiếp 2 giờ;

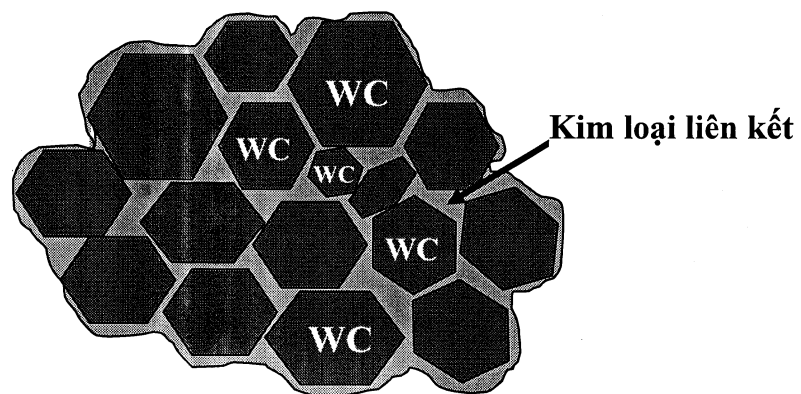
c) tạo ra hạt hỗn hợp bằng cách vê viên hỗn hợp thu được ở bước b) thành hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1mm bằng máy sấy chân không-tạo hạt, hoặc không cần tạo hạt mà chỉ làm khô hỗn hợp bằng cách để cho bay hơi hết xylen trong thiết bị sấy chân không;

d) ép định hình hỗn hợp dạng hạt thu được ở bước c) trong khuôn ép bằng thiết bị ép thủy lực với lực ép nằm trong khoảng từ 80 đến 100 MPa để tạo ra vật liệu ép;

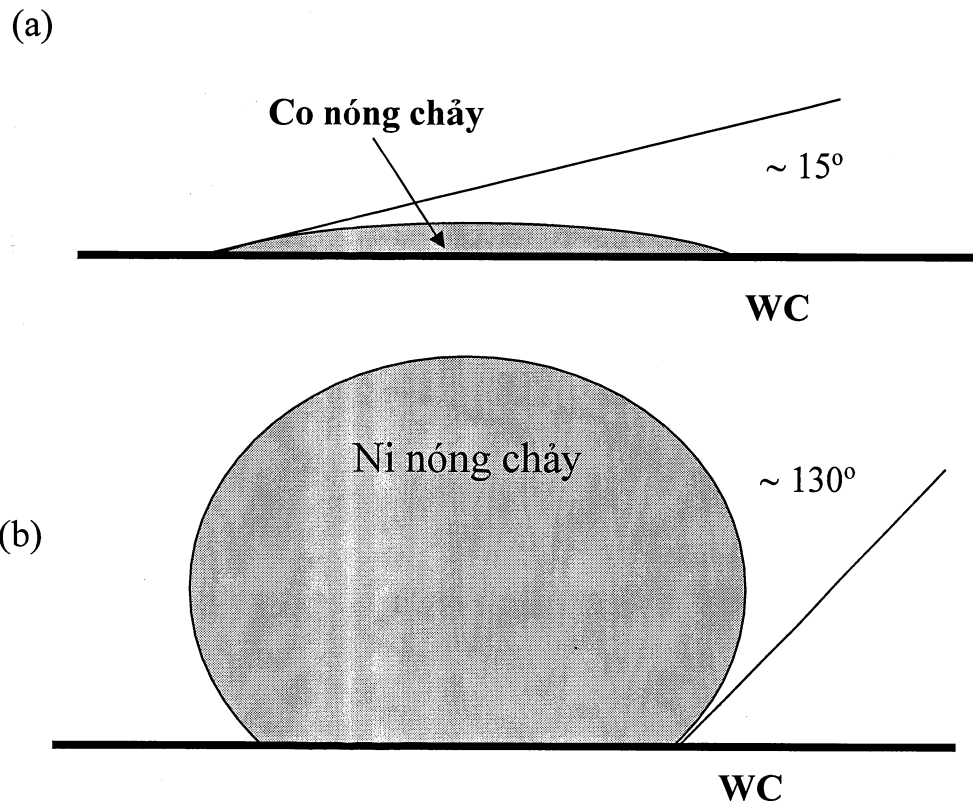
e) thiêu kết sơ bộ vật liệu ép thu được từ bước d) trong môi trường khí hydro ở nhiệt độ từ 800 đến 850°C trong 2 giờ nhằm loại bỏ parafin và hoàn nguyên oxit niken không mong muốn tạo thành khi thực hiện các công đoạn từ bước b) đến bước d); và

f) thiêu kết hợp kim thu được tại bước e) bằng phương pháp ép nóng đẳng tĩnh; trong đó: đầu tiên nâng nhiệt từ từ trong chân không đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1430 đến 1450°C, tiếp tục giữ hợp kim trong thời gian từ 1 đến 1,5 giờ tại nhiệt độ này và trong chân không; tiếp theo, tiếp tục giữ ở nhiệt độ nói trên và bơm khí argon vào buồng lò cho đến khi đạt được áp suất từ 75 đến

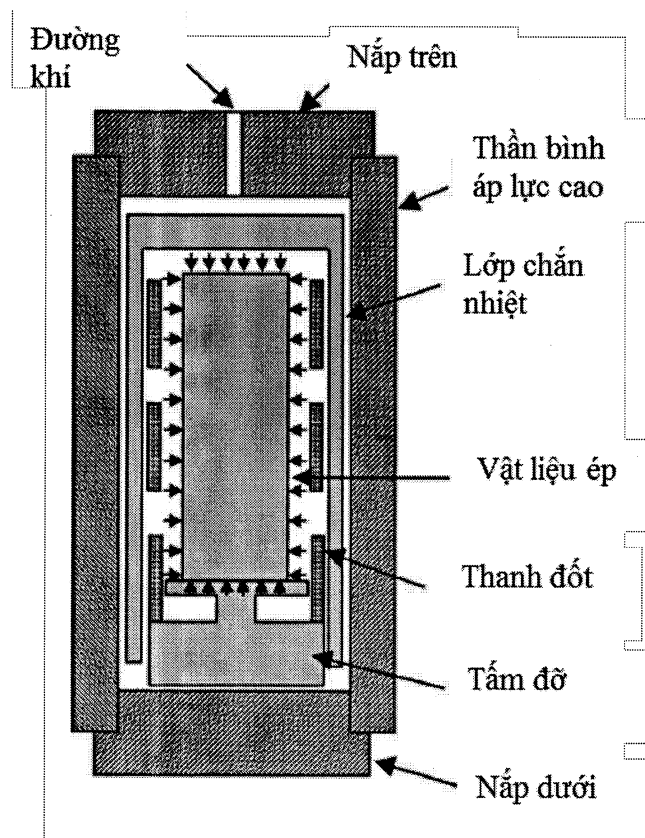
150 Mpa, giữ ở nhiệt độ và áp suất này trong khoảng thời gian 30 phút; sau đó tiếp tục giữ ở áp suất đã bơm nhưng hạ từ từ nhiệt độ xuống đến nhiệt độ phòng để thu được hợp kim cứng hệ WC-Ni.



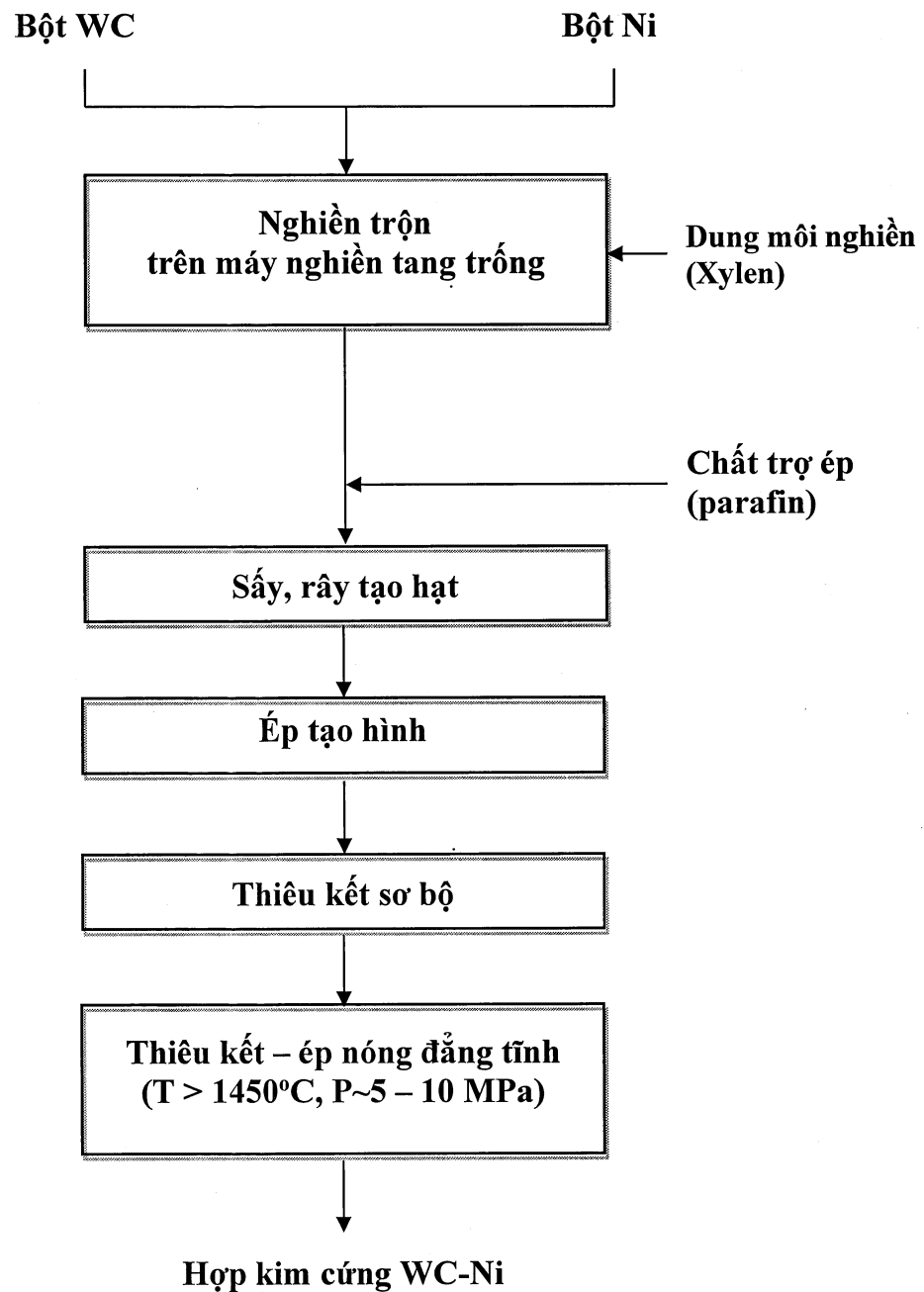
Hình 1/6: Cấu trúc của hợp kim cứng hệ WC



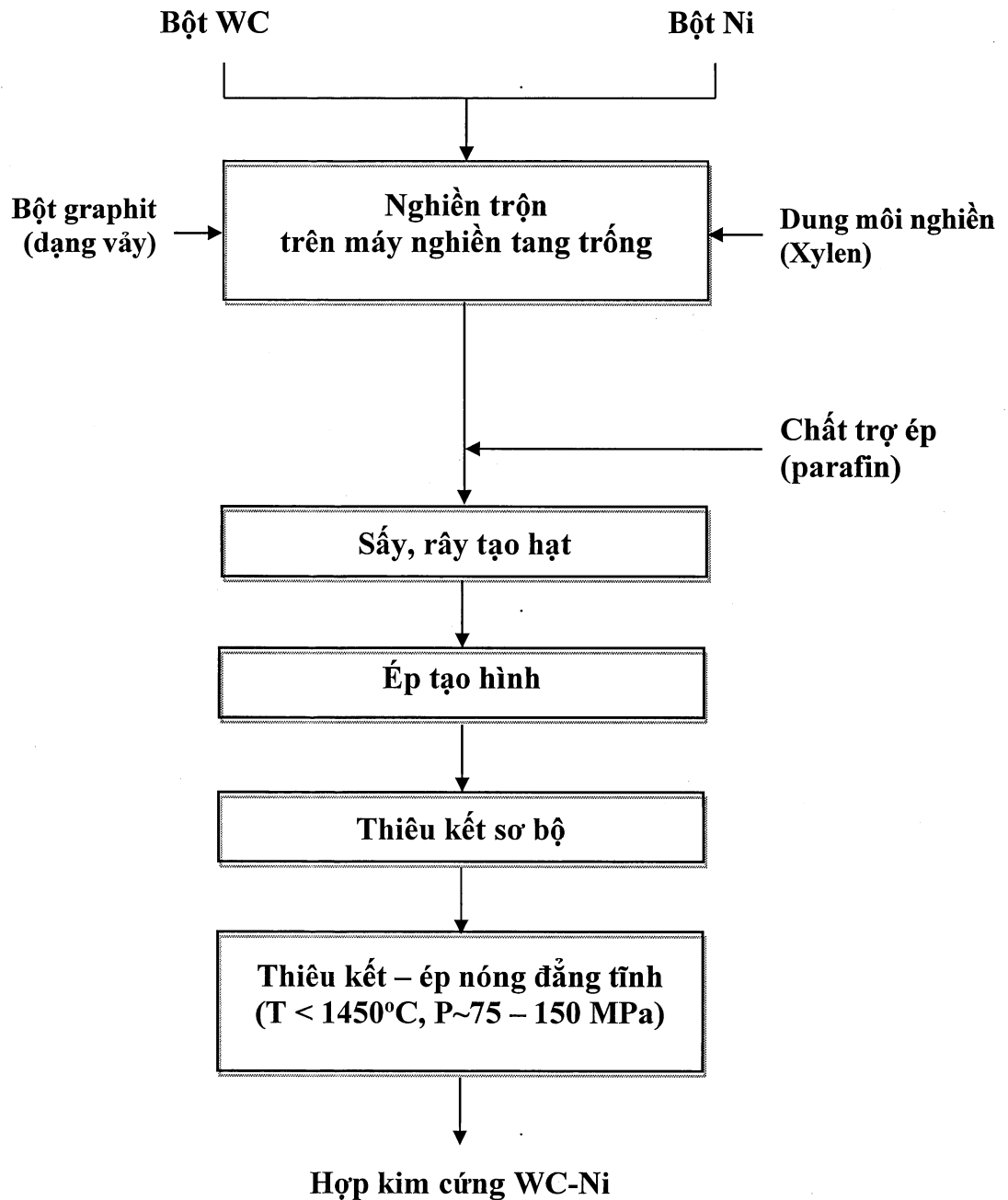
Hình 2/6: Sơ đồ minh họa độ thấm ướt của kim loại Coban (a) và kim loại Niken (b) nóng chảy trên bề mặt WC



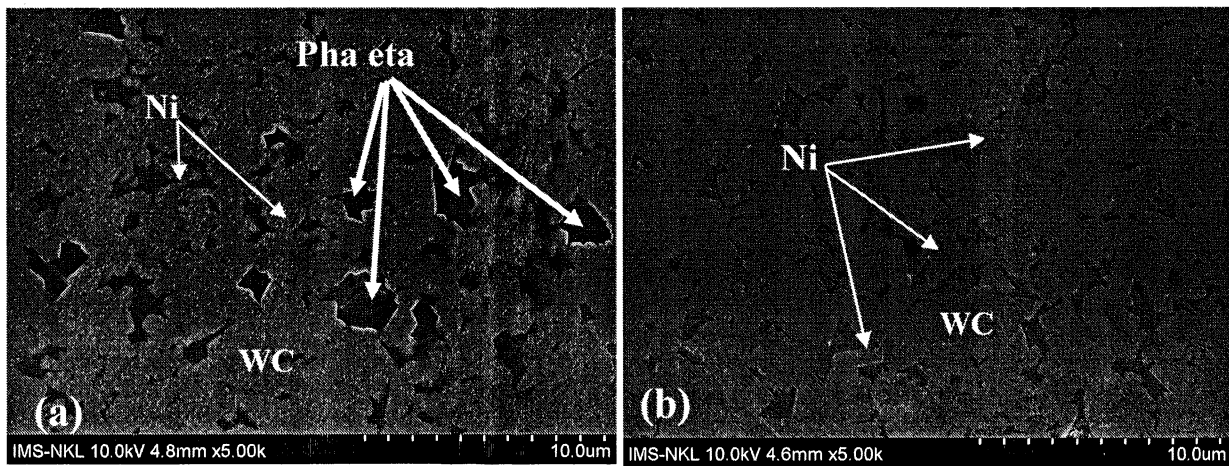
Hình 3/6: Sơ đồ cấu tạo của thiết bị ép nóng đẳng tĩnh



Hình 4/6: Sơ đồ quy trình công nghệ chế tạo hợp kim WC-Ni theo phương pháp đã biết.



Hình 5/6: Sơ đồ quy trình công nghệ chế tạo hợp kim WC-Ni theo phương pháp của giải pháp hữu ích



Hình 6/6: Ảnh cấu trúc của hợp kim WC-Ni chế tạo theo phương pháp đã biết (a) và chế tạo theo giải pháp hữu ích (b)