



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

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

(11)



1-0053877

(51)^{2020.01} C22C 1/05; C22C 29/08; B22F 5/00

(13) B

(21) 1-2021-01572

(22) 20/09/2019

(86) PCT/EP2019/075352 20/09/2019

(87) WO 2020/074241 16/04/2020

(30) 18200028.1 12/10/2018 EP

(45) 25/11/2025 452

(43) 26/07/2021 400A

(73) H.C. STARCK TUNGSTEN GMBH (DE)

Landsberger Str. 98, 80339 Muenchen, Germany

(72) SAEUBERLICH, Tino (DE); MEESE-MARKTSCHIEFFEL, Juliane (DE);

OELGARDT, Carina (DE); POETSCHKE, Johannes (DE).

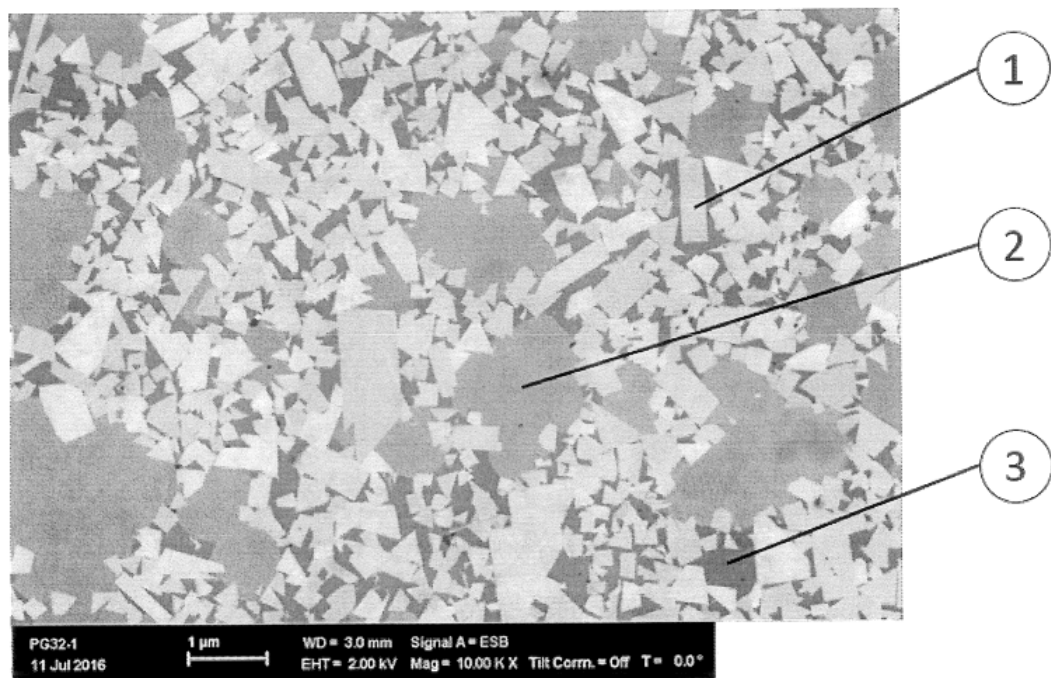
(74) Công ty TNHH dịch vụ sở hữu trí tuệ DREWMARKS (DREWMARKS CO.,LTD.)

(54) CACBUA GẮN KẾT, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CACBUA GẮN KẾT VÀ LINH
KIỆN THU ĐƯỢC BẰNG CÁCH TẠO RA CACBUA GẮN KẾT

(21) 1-2021-01572

(57) Sáng chế đề cập đến carbua gắn kết, quy trình điều chế carbua gắn kết và linh kiện thu được bằng cách tạo ra carbua gắn kết. Sáng chế đề cập cụ thể đến kim loại cứng có kích thước nano hoặc siêu mịn, bao gồm carbua vonfram, pha carbua kim loại bổ sung có cấu trúc tinh thể lập phương và pha kim loại kết dính. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất kim loại cứng đã nêu và việc sử dụng kim loại cứng này để sản xuất công cụ và các bộ phận mài mòn. Sáng chế còn đề cập đến các linh kiện được sản xuất từ kim loại cứng được mô tả.

[Fig.1]



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến carbua gắn kết có kích thước nano hoặc siêu mịn bao gồm carbua vonfram, pha carbua kim loại bổ sung có cấu trúc tinh thể lập phương, và pha kim loại kết dính, sáng chế đề cập quy trình điều chế chúng và sử dụng chúng để sản xuất công cụ và các bộ phận bị mài mòn. Ngoài ra, sáng chế đề cập đến linh kiện được tạo ra từ carbua gắn kết được mô tả.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Carbua gắn kết là vật liệu hỗn hợp ma trận kim loại trong đó các vật liệu rắn ở dạng các hạt nhỏ được gắn kết với nhau bằng ma trận kim loại. Carbua gắn kết được sử dụng chủ yếu trong các ứng dụng trong đó yêu cầu vật liệu có độ chịu mài mòn và độ cứng cao đồng thời thể hiện độ bền cao. Do đó, carbua gắn kết được sử dụng, ví dụ, làm vật liệu cắt cho các công cụ (như công cụ tiện, máy khoan và công cụ phay) và làm chất nền chịu mài mòn, ví dụ, trong các công cụ cải tạo hoặc đột lỗ. Tuy nhiên, carbua gắn kết thông thường có nhược điểm là có độ bền đứt gãy rất thấp, điều này làm hạn chế đáng kể khả năng ứng dụng của chúng. Thông thường, có thể tăng độ bền đứt gãy bằng cách tăng hàm lượng kim loại kết dính, tuy nhiên, dẫn đến giảm độ cứng. Lý tưởng nhất là công cụ làm bằng carbua gắn kết phải có độ cứng cao đồng thời có độ bền đứt gãy cao.

US 5.593.474 mô tả khối thiêu kết của vật liệu composit bao gồm nhiều vùng của carbua kim loại thứ nhất; và nhiều vùng của carbua kim loại thứ hai, carbua kim loại thứ nhất có kích thước hạt lớn hơn carbua kim loại thứ hai.

DE 10 2004 051 288 đề cập đến đối tượng hoặc đề xuất bột vật liệu rắn đa tinh thể với độ cứng được cải thiện trong khi độ dai vẫn được duy trì. Mục đích này đạt được bởi bột vật liệu cứng đa tinh thể bao gồm các hạt vật liệu cứng đa tinh thể, được tạo ra từ các tinh thể carbua, nitrit và/hoặc carbonitrit của các kim loại chuyển tiếp thuộc nhóm 4, 5 và 6 (nhóm titan, vanadi và crom) của bảng tuần hoàn.

WO 2017/186468 đề cập đến carbua gắn kết bao gồm pha hạt vật liệu rắn và pha kim loại kết dính phân bố không đồng nhất, trong đó hạt vật liệu rắn có kích thước hạt

trung bình trong khoảng từ 1 nm đến 1000 nm, và kim loại kết dính phân bố không đồng nhất đã nêu tồn tại ở dạng các đảo kết dính trong carbua gắn kết có kích thước trung bình từ 0,1 μm đến 10 μm và khoảng cách trung bình giữa các đảo kết dính lân cận từ 1 μm đến 7 μm .

EP 1 526 189 mô tả carbua gắn kết bao gồm WC, pha kết dính dựa trên Co, Ni hoặc Fe và pha gamma trong đó pha gamma có kích thước hạt trung bình nhỏ hơn 1 μm . Pha gamma đã nêu được điều chế từ các carbua hỗn hợp đã được tổng hợp trước ở dạng (Me, W)C.

CN 103540823 mô tả chế phẩm carbua gắn kết bao gồm WC từ 40 đến 50% theo trọng lượng, carbua vanadi từ 5 đến 10% theo trọng lượng, carbua crom từ 3 đến 8% theo trọng lượng, carbua titan từ 5 đến 9% theo trọng lượng, carbua tantali từ 6 đến 11% theo trọng lượng, carbua niobi từ 2 đến 5% theo trọng lượng, và coban từ 12 đến 18% theo trọng lượng. Kích thước hạt của WC nói trên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,8 μm .

EP 1 557 230 đề cập đến khối carbua gắn kết bao gồm coban từ 10 đến 12% theo trọng lượng, carbua tantal nhỏ hơn 3% theo trọng lượng, từ carbua niobi từ 1 đến 5,5% theo trọng lượng và carbua titan từ 3 đến 5% theo trọng lượng, cân bằng với WC. WC đã nêu có kích thước hạt từ 0,4 - 1,5 μm , đặc biệt từ 0,8 - 1,5 μm .

US 4.698.266 bộc lộ công cụ cắt bao gồm WC tối đa 70% theo trọng lượng và pha chất kết dính coban từ 5 đến 10% theo trọng lượng, phần còn lại của chế phẩm được tạo thành bởi carbua kim loại được chọn từ nhóm bao gồm TiC, TaC, NbC, HfC và hỗn hợp của chúng. Kích thước hạt trung bình của WC nói trên là từ 0,9 đến 1,3 μm .

Ngay cả khi một số phương pháp tiếp cận giải pháp đã được đưa ra trong tình trạng kỹ thuật, vẫn không có giải pháp thương mại nào cho các carbua gắn kết có cả độ cứng và độ kháng mài mòn cao và độ bền đứt gãy cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất loại carbua gắn kết có sự kết hợp cải thiện giữa độ cứng và độ bền đứt gãy, và tốt hơn là có thể tiếp cận theo cách đơn giản.

Đáng ngạc nhiên, các tác giả đã phát hiện ra rằng mục đích này đạt được bằng cách cung cấp carbua gắn kết có kích thước nano hoặc siêu mịn dựa trên carbua vonfram, bao gồm thêm pha carbua kim loại có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng.

Do đó, sáng chế trước tiên đề cập đến carbua gắn kết, bao gồm

- a) pha carbua vonfram có kích thước hạt trung bình từ 0,05 đến 0,5 μm ;
- b) pha carbua kim loại bổ sung; và
- c) pha kim loại kết dính,

trong đó pha carbua kim loại bổ sung nói trên có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng, và trong đó tỷ lệ của pha carbua kim loại bổ sung nói trên trong carbua gắn kết nói trên là ít nhất 4% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết, và trong đó kích thước hạt trung bình được xác định bằng kỹ thuật chặn tuyến tính theo ISO 4499-2.

Việc chuyển đổi từ phần trăm thể tích sang phần trăm trọng lượng hoặc chuyển đổi từ phần trăm trọng lượng sang phần trăm thể tích, được thực hiện theo các công thức sau:

$$m_i = v_i \cdot \rho_i \cdot \frac{1}{\sum (v_i \cdot \rho_i)}$$

$$v_i = \frac{m_i}{\rho_i} \cdot \frac{1}{\sum \left(\frac{m_i}{\rho_i} \right)}$$

trong đó m_i thể hiện tỉ lệ theo khối lượng, v_i thể hiện tỉ lệ theo thể tích, và ρ_i thể hiện khối lượng riêng của thành phần tương ứng.

Carbua gắn kết theo sáng chế là carbua gắn kết có kích thước nano hoặc siêu mịn, có phân loại được thực hiện theo ISO 4499-2.

Trong phạm vi của sáng chế, "carbua gắn kết" mô tả vật liệu composit thiêu kết. Pha carbua kim loại bổ sung đã nêu, có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng, tức là ở 25 °C trong phạm vi của sáng chế, sau đây được gọi chung là "carbua kim loại khối lập phương".

Carbua gắn kết theo sáng chế có độ cứng cao và độ bền đứt gãy cao. Vấn đề là độ bền đứt gãy giảm khi độ cứng của carbua gắn kết tăng lên, tức là vật liệu trở nên giòn và

dễ vỡ, xảy ra trong carbua gắn kết thông thường, đã không được quan sát thấy trong trường hợp carbua gắn kết theo sáng chế. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết, có thể coi các đặc tính tích cực của carbua gắn kết theo sáng chế, cụ thể là do sự kết hợp giữa kích thước hạt nhỏ của carbua vonfram và sự có mặt của pha carbua kim loại khối lập phương. Do đó, carbua vonfram được sử dụng trong carbua gắn kết theo sáng chế có kích thước hạt trung bình từ 0,05 đến 0,5 μm , tốt nhất là từ 0,05 đến 0,23 μm , tốt hơn là từ 0,05 đến 0,09 μm , được xác định bằng kỹ thuật chặn tuyến tính theo theo ISO 4499-2.

Theo phương án ưu tiên hơn, pha carbua kim loại có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng được chọn từ nhóm bao gồm carbua titan, carbua tantali, carbua niobi, carbua hafni, carbua zirconi, hỗn hợp của chúng và carbua hỗn hợp của các hợp chất này.

Tốt hơn là pha carbua kim loại được sử dụng trong carbua gắn kết theo sáng chế có kích thước hạt trung bình từ 0,3 đến 4,0 μm , tốt hơn là từ 0,5 đến 1,5 μm , được xác định bằng kỹ thuật chặn tuyến tính theo ISO 4499-2.

Đáng ngạc nhiên là các tác giả đã phát hiện ra rằng có thể đạt được mối quan hệ đặc biệt có lợi giữa độ cứng và độ bền đứt gãy nếu các pha carbua kim loại có trong carbua gắn kết theo sáng chế được phân bố đồng nhất. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó pha carbua kim loại chứa trong carbua gắn kết được phân bố lặp lại theo chu kỳ với khoảng cách trung bình từ 0,5 đến 10 μm , tốt hơn là từ 1 đến 3 μm . Khoảng cách trung bình đã nêu có thể được xác định bằng phân tích tuyến tính (kỹ thuật chặn tuyến tính) trên ảnh hiển vi điện tử của các mặt cắt, và liên quan đến khoảng cách từ tâm hạt đến tâm hạt. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết, sự phân bố đặc biệt đồng nhất của pha carbua kim loại trong carbua gắn kết theo sáng chế được cho là, ngoài ra, do việc sử dụng bột carbua vonfram có kích thước hạt đã đề cập ở trên.

Điều này được thấy là có lợi nếu bột có kích thước hạt cụ thể được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu cho carbua vonfram và carbua kim loại khối lập phương, trong đó "nguyên liệu ban đầu" trong phạm vi của sáng chế có nghĩa là bột không nung. Do đó, theo phương án được ưu tiên, bột carbua vonfram có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,05 đến 0,30 μm , tốt hơn là từ 0,05 đến 0,25 μm , tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,2 μm , được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu. Kích thước hạt trung bình d_{BET} được tính toán từ

diện tích bề mặt cụ thể của vật liệu ban đầu được xác định theo BET (diện tích bề mặt BET) bằng cách chuyển đổi nó theo công thức $d_{\text{BET}} = 6/(\text{diện tích bề mặt BET} \times \text{mật độ})$. Diện tích bề mặt cụ thể có thể được xác định bằng phương pháp BET theo tiêu chuẩn DIN ISO 9277. Mật độ tương ứng với mật độ vật lý của chất rắn tinh khiết và có thể được trích xuất từ các tài liệu, mật độ của carbua vonfram thường được công bố là $15,7 \text{ g/cm}^3$.

Là nguyên liệu ban đầu cho carbua kim loại khối lập phương, tốt nhất nên sử dụng bột carbua kim loại khối lập phương có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,3 đến 5 μm , tốt hơn là từ 0,4 đến 1 μm , được xác định theo diện tích bề mặt BET của nguyên liệu ban đầu, và bằng cách chuyển đổi theo công thức $d_{\text{BET}} = 6/(\text{diện tích bề mặt BET} \times \text{mật độ})$. Mật độ vật lý của carbua khối lập phương tương ứng sẽ được sử dụng như mật độ đã nêu. Các giá trị có thể được trích xuất từ tài liệu.

Theo phương án được ưu tiên, kim loại kết dính là hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm coban, sắt, niken và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa, kim loại kết dính là coban. Theo phương án được ưu tiên hơn nữa, kim loại kết dính là hỗn hợp bao gồm sắt, coban và niken, trong đó tỷ lệ của các kim loại tương ứng trong hỗn hợp lớn hơn 1% theo khối lượng.

Đáng ngạc nhiên, các tác giả phát hiện ra rằng việc bổ sung duy nhất các carbua kim loại khối lập phương như mô tả ở trên không ảnh hưởng đến sự phát triển của hạt trong quá trình sản xuất, do đó các chất ức chế sự phát triển của hạt có thể được tùy chọn thêm vào carbua gắn kết theo sáng chế để giảm sự phát triển của hạt trong quá trình sản xuất chúng. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó carbua gắn kết còn bao gồm các chất ức chế phát triển hạt, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm carbua vanadi, crom carbua, hỗn hợp của chúng và carbua hỗn hợp của các hợp chất này. Tỷ lệ chất ức chế sự phát triển của hạt trong carbua gắn kết tốt nhất là từ 0,05 đến 6% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết.

Trong phạm vi của sáng chế, các tác giả tìm ra rằng sẽ có lợi nếu tỷ lệ carbua vonfram trong carbua gắn kết theo sáng chế không vượt quá tỷ lệ 95% theo thể tích. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó tỷ lệ của carbua vonfram trong carbua gắn kết theo

sáng chế là từ 40 đến 80% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết. Bằng cách này, có thể đảm bảo đủ độ cứng và độ bền đứt gãy của carbua gắn kết.

Hơn nữa, các tác giả đã tìm ra rằng sẽ có lợi khi hạn chế tỷ lệ kim loại kết dính trong carbua gắn kết. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó tỷ lệ kim loại kết dính trong carbua gắn kết theo sáng chế không quá 40% theo thể tích, tốt hơn là từ 10 đến 32% theo thể tích, tương ứng dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết.

Đáng ngạc nhiên là các tác giả nhận thấy rằng độ cứng của carbua gắn kết có thể tăng lên trong khi độ bền đứt gãy vẫn được duy trì, nếu tỷ lệ thể tích của pha carbua kim loại bổ sung trong carbua gắn kết theo sáng chế chiếm ít nhất 4% theo trọng lượng. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó tỷ lệ của pha carbua kim loại bổ sung là từ 4 đến 30% theo thể tích, tốt hơn là từ 10 đến 20% theo thể tích, hoặc từ 25 đến 37% theo thể tích, tương ứng dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết.

Trong phương án được ưu tiên đặc biệt, carbua gắn kết theo sáng chế có thành phần sau:

i) pha carbua vonfram từ 40 đến 90% theo thể tích; và

ii) pha kim loại kết dính từ 10 đến 32% theo thể tích; và

cân bằng: pha carbua kim loại bổ sung;

trong đó tỷ lệ của pha carbua kim loại bổ sung ít nhất là 4% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết, và trong đó phần trăm thể tích nói trên tương ứng dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết và tính tổng đến 100% theo khối lượng, tùy ý xem xét các thành phần khác, chẳng hạn như chất ức chế phát triển hạt.

Carbua gắn kết thông thường có nhược điểm là mặc dù độ cứng được tăng lên bằng cách giảm hàm lượng kim loại kết dính, nhưng độ bền đứt gãy lại giảm. Đồng thời, sự tăng độ dẫn nhiệt không mong muốn có thể xảy ra. Đáng ngạc nhiên là các tác giả đã phát hiện ra rằng carbua gắn kết theo sáng chế có tính dẫn nhiệt thuận lợi. Trong phương án được ưu tiên, carbua gắn kết theo sáng chế có độ dẫn nhiệt nhỏ hơn 50 W/m*K, tốt hơn là nhỏ hơn 40 W/m*K, được xác định bằng kỹ thuật chớp lazer ở 40 °C.

Ngoài khả năng dẫn nhiệt thuận lợi, carbua gắn kết theo sáng chế còn được đặc trưng bởi độ bền đứt gãy được cải thiện. Do đó, phương án được ưu tiên trong đó carbua gắn kết theo sáng chế có độ bền đứt gãy hơn $8,0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, được xác định từ các lần hiển thị độ cứng Vickers theo phương pháp Palmquist như được mô tả tài liệu Shetty et al., Journal of Materials Science 20 (1985), pp. 1873 to 1882.

Sáng chế còn đề cập đến quy trình điều chế carbua gắn kết theo sáng chế, bao gồm:

i) cung cấp hỗn hợp bột, bao gồm

a) bột carbua vonfram có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,05 đến 0,3 μm , tốt hơn là từ 0,05 đến 0,25 μm , tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,2 μm ;

b) bột carbua kim loại bổ sung có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng (25 °C) và có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,3 đến 5 μm ; và

c) bột kim loại kết dính; và

ii) tạo và thiêu kết hỗn hợp.

Kích thước hạt trung bình d_{BET} được xác định như mô tả ở trên từ diện tích bề mặt BET và chuyển đổi theo công thức $d_{\text{BET}} = 6/(\text{diện tích bề mặt BET} \cdot \text{mật độ})$.

Tỷ lệ bột carbua kim loại khối lập phương bổ sung nói trên trong hỗn hợp bột được chọn để carbua gắn kết thu được có tỷ lệ ít nhất 4% theo thể tích của pha carbua kim loại khối lập phương, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết.

Tốt hơn là nên sử dụng các loại bột kim loại kết dính như đã nêu ở trên.

Theo phương án được ưu tiên, việc tạo thành và thiêu kết hỗn hợp này được thực hiện để thu được khối carbua gắn kết. Ví dụ, khối carbua gắn kết có thể là một linh kiện.

Theo phương án được ưu tiên, quá trình thiêu kết trong phạm vi của quy trình theo sáng chế được thực hiện ở nhiệt độ từ 1150 đến 1550 °C. Bằng cách này, carbua gắn kết theo sáng chế có thể tiếp cận được bằng quy trình có thể được thực hiện một cách đơn giản trong công nghiệp.

Trong phạm vi của sáng chế, điều đáng ngạc nhiên là, để điều chế carbua gắn kết theo sáng chế, không cần sử dụng carbua hỗn hợp đã tổng hợp trước có dạng (Me, W) C,

nhu được mô tả trong phần tình trạng kỹ thuật. Thay vào đó, carbua gắn kết theo sáng chế có thể được điều chế từ các carbua kim loại nguyên chất hoặc hỗn hợp của chúng.

Đặc biệt, carbua gắn kết theo sáng chế là thích hợp để sử dụng trong các lĩnh vực ứng dụng yêu cầu độ cứng cao và đồng thời có độ bền đứt gãy tốt. Do đó, sáng chế này còn liên quan đến việc sử dụng carbua gắn kết theo sáng chế để sản xuất các công cụ. Tốt hơn là, các công cụ này là các công cụ có các cạnh cắt xác định và không xác định, và các công cụ để gia công tất cả các loại vật liệu.

Sáng chế còn đề cập đến linh kiện thu được từ việc tạo thành carbua gắn kết theo sáng chế. Tốt hơn là, linh kiện được chọn từ nhóm bao gồm máy khoan, máy cắt carbua rắn, vật chèn chỉ mục, lưỡi cưa, khuôn định hình, vòng đệm, quả đầm đùn, khuôn dập và các bộ phận mài mòn.

Sáng chế này được giải thích thêm bằng các ví dụ sau đây, mà hoàn toàn không được hiểu là hạn chế ý tưởng của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện ảnh hiển vi điện tử quét của carbua gắn kết theo sáng chế

Mô tả chi tiết sáng chế

Ví dụ 1:

Như là bột ban đầu, bột WC có giá trị d_{BET} là 90 nm, bột kim loại coban có giá trị d_{BET} là 205 nm, bột TiC có giá trị d_{BET} là 610 nm, bột TaC có giá trị d_{BET} là 370 nm, bột Cr_3C_2 có giá trị d_{BET} là 430 nm, và bột VC có giá trị d_{BET} là 350 nm được sử dụng. 200 g hỗn hợp gồm WC 62.7% theo thể tích (77% theo trọng lượng), Co với lượng 15,9% theo thể tích (11% theo trọng lượng), TiC với lượng 12,9% theo thể tích (5% theo trọng lượng), TaC với lượng 4,4% theo thể tích (5% theo trọng lượng), Cr_3C_2 với lượng 1,9% theo thể tích (1% theo trọng lượng), và VC với lượng 2,2 % theo thể tích (1% theo trọng lượng) được nghiền thành n-heptan trong máy nghiền bi trong 48 giờ. Sự phân tán của carbua gắn kết thu được được làm khô và ép đơn trục với lực ép 300 MPa thành các mẫu thử hình chữ nhật có mật độ xanh > 50% mật độ dự kiến đối với vật rắn (mật độ lý thuyết). Các mẫu thử nghiệm được nén chặt trong chân không ở nhiệt độ 1450 °C và với thời gian giữ 30 phút đến trên 95% so với mật độ lý thuyết, sau đó được

nén chặt lần cuối trong môi trường argon ở cùng nhiệt độ (công nghệ Sinter-HIP) . Các mẫu thử được chứng minh là hoàn toàn đặc dưới kính hiển vi quang học. Độ xốp theo ISO 4505 tương ứng với > A02, B00, C00. Độ cứng Vickers được xác định là 1770 HV10 và độ bền đứt gãy (K1C) được tính bằng cách đo chiều dài vết nứt và sử dụng công thức của Shetty ((Shetty 1985 - Indentation fracture of WC-Co cermets, xem tài liệu tham khảo ở trên) là $9,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Độ dẫn nhiệt (TC) được xác định là $29 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ (đo ở 40°C bằng kỹ thuật đèn chớp laze).

Bảng 1 cho thấy các đặc tính được xác định so với carbua gắn kết có thành phần không có bổ sung carbua kim loại khối lập phương, nhưng với hàm lượng kim loại kết dính có thể so sánh được.

Ví dụ 2:

Như là bột ban đầu, bột WC có giá trị d_{BET} là 90 nm, bột kim loại coban có giá trị d_{BET} là 205 nm, bột TiC có giá trị d_{BET} là 610 nm, bột TaC có giá trị d_{BET} là 370 nm, bột Cr_3C_2 có giá trị d_{BET} là 430 nm, và bột VC có giá trị d_{BET} là 350 nm được sử dụng. 200 g hỗn hợp gồm WC 68,9% theo thể tích (80,6% theo trọng lượng), Co với lượng 16% theo thể tích (10,6% theo trọng lượng), TiC với lượng 4% theo thể tích (2,6% theo trọng lượng), TaC với lượng 7% theo thể tích (4,3% theo trọng lượng), Cr_3C_2 với lượng 1,9% theo thể tích (0,9% theo trọng lượng), và VC với lượng 2,2 % theo thể tích (1% theo trọng lượng) được nghiền thành n-heptan trong máy nghiền bi trong 48 giờ. Sự phân tán của carbua gắn kết thu được được làm khô và ép đơn trục với lực ép 300 MPa thành các mẫu thử hình chữ nhật có mật độ xanh > 50% mật độ dự kiến đối với vật rắn (mật độ lý thuyết). Các mẫu thử nghiệm được nén chặt trong chân không ở nhiệt độ 1450°C và với thời gian giữ 30 phút đến trên 95% so với mật độ lý thuyết, sau đó được nén chặt lần cuối trong môi trường argon ở cùng nhiệt độ (công nghệ Sinter-HIP) . Các mẫu thử được chứng minh là hoàn toàn đặc dưới kính hiển vi quang học. Độ xốp theo ISO 4505 tương ứng với > A02, B00, C00. Độ cứng Vickers được xác định là 1690 HV10 và độ bền đứt gãy (K1C) được tính bằng cách đo chiều dài vết nứt và sử dụng công thức của Shetty ((Shetty 1985 - Indentation fracture of WC-Co cermets, xem tài liệu tham khảo ở trên) là $9,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Độ dẫn nhiệt (TC) được xác định là $39 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ (đo ở 40°C bằng kỹ thuật đèn chớp laze).

Bảng 1 cho thấy các đặc điểm được xác định so với các đặc điểm từ ví dụ 1.

Bảng 1: Thành phần và độ cứng đạt được, độ bền đứt gãy và độ dẫn nhiệt của carbua gắn kết kích thước nano hoặc siêu mịn có hàm lượng kim loại kết dính là $16 \pm 0.2\%$ theo thể tích, có và không bổ sung carbua kim loại khối (MeC) lần lượt là 17 và 11% theo thể tích.

Ví dụ so sánh	Không có MeC	WC	Co	TiC	TaC	Cr ₃ C ₂	VC	
	% theo trọng lượng	89,1	10	0	0	0,6	0,3	Độ cứng 1783 ± 20 HV10 K _{1C} 8.9 MPa*m ^{1/2} TC 50 W/m*K
	% theo thể tích	81,7	16,2	0	0	1,3	0,8	
Ví dụ 1	17% theo thể tích MeC	WC	Co	TiC	TaC	Cr ₃ C ₂	VC	Độ cứng 1770 ± 20 HV10 K _{1C} 9.5 MPa*m ^{1/2} TC 29 W/m*K
	% theo trọng lượng	77	11	5	5	1	1	
	% theo thể tích	62,7	15,9	12,9	4,4	1,9	2,2	
Ví dụ 2	11% theo thể tích MeC	WC	Co	TiC	TaC	Cr ₃ C ₂	VC	Độ cứng 1690 ± 20 HV10 K _{1C} 9.7 MPa*m ^{1/2} TC 39 W/m*K
	% theo trọng lượng	80,6	10,6	2,6	4,3	0,9	1	
	% theo thể tích	68,9	16	4	7	1,9	2,2	

Ví dụ 3:

Như là bột ban đầu, bột WC có giá trị d_{BET} là 90 nm, bột kim loại coban có giá trị d_{BET} là 205 nm, bột TiC có giá trị d_{BET} là 610 nm, bột TaC có giá trị d_{BET} là 370 nm, bột Cr₃C₂ có giá trị d_{BET} là 430 nm, và bột VC có giá trị d_{BET} là 350 nm được sử dụng. 200 g hỗn hợp gồm WC 68,5% theo thể tích (79,1% theo trọng lượng), Co với lượng 10% theo thể tích (6,5% theo trọng lượng), TiC với lượng 10,1% theo thể tích (3,7% theo trọng lượng), TaC với lượng 9% theo thể tích (9,6% theo trọng lượng), Cr₃C₂ với lượng 1,2% theo thể tích (0,6% theo trọng lượng), và VC với lượng 1,2% theo thể tích (0,5% theo trọng lượng) được nghiền thành n-heptan trong máy nghiền bi trong 44 giờ. Sự phân tán của carbua gắn kết thu được được làm khô và ép đơn trục với lực ép 300 MPa thành các mẫu thử hình chữ nhật có mật độ xanh > 50% mật độ dự kiến đối với vật rắn (mật độ lý thuyết). Các mẫu thử nghiệm được nén chặt trong chân không ở nhiệt độ 1460 °C và với thời gian giữ 30 phút đến trên 95% so với mật độ lý thuyết, sau đó được nén chặt lần cuối trong môi trường argon ở cùng nhiệt độ (công nghệ Sinter-HIP). Các mẫu thử được chứng minh là hoàn toàn đặc dưới kính hiển vi quang học. Độ xốp theo

ISO 4505 tương ứng với > A02, B00, C00. Độ cứng Vickers được xác định là 2020 HV10 và độ bền đứt gãy (K_{1C}) được tính bằng cách đo chiều dài vết nứt và sử dụng công thức của Shetty ((Shetty 1985 - Indentation fracture of WC-Co cermets, xem tài liệu tham khảo ở trên) là 8,5 MPa*m^{1/2}. Độ dẫn nhiệt được xác định là 35 W/m*K (đo ở 40 °C bằng kỹ thuật đèn chớp laze).

Bảng 2 cho thấy các đặc tính được xác định so với carbua gắn kết có thành phần không có bổ sung carbua kim loại khối lập phương, nhưng với hàm lượng kim loại kết dính có thể so sánh được.

Bảng 2: Thành phần và độ cứng đạt được, độ bền đứt gãy và độ dẫn nhiệt của carbua gắn kết kích thước nano hoặc siêu mịn có hàm lượng kim loại kết dính là 10 ± 0.2% theo thể tích, có và không bổ sung carbua kim loại khối (MeC).

Ví dụ so sánh	Không có MeC	WC	Co	TiC	TaC	Cr ₃ C ₂	VC	độ cứng 2010 ± 20 HV10
	% theo trọng lượng	93,1	6	0	0	0,6	0,3	K _{1C} 8.0 MPa*m ^{1/2}
	% theo thể tích	87,9	10	0	0	1,3	0,8	TC 61 W/m*K
Ví dụ 3	19 % theo thể tích MeC	WC	Co	TiC	TaC	Cr ₃ C ₂	VC	độ cứng 2020 ± 20 HV10
	% theo trọng lượng	79,1	6,5	3,7	9,6	0,6	0,5	K _{1C} 8.5 MPa*m ^{1/2}
	% theo thể tích	68,5	10,0	10,1	9,0	1,2	1,2	TC 35 W/m*K

Như có thể thấy từ bảng 1 và 2, các carbua gắn kết theo sáng chế theo các ví dụ có độ bền đứt gãy được cải thiện hơn so với các carbua gắn kết thông thường, và độ dẫn nhiệt thấp hơn mà không ảnh hưởng xấu đến độ cứng Vickers của các carbua gắn kết theo sáng chế trong phạm vi dung sai được chấp nhận ± 20 HV10.

Fig.1 cho thấy hình ảnh hiển vi điện tử quét của carbua gắn kết theo sáng chế, cho thấy sự phân bố lặp lại định kỳ của pha carbua kim loại bổ sung với khoảng cách trung bình khoảng 1 đến 3 μm. Hình ảnh được ghi lại trên kính hiển vi điện tử với đầu báo EsB có điện áp gia tốc 2 kV và độ phóng đại 10.000 x.

Các ký hiệu tham chiếu

1 - pha carbua vonfram

2 - pha carbua kim loại khối lập phương

3 - pha kim loại kết dính

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Carbua gắn kết, bao gồm

- a) pha carbua vonfram có kích thước hạt trung bình từ 0,05 đến 0,5 μm ;
- b) pha carbua kim loại bổ sung; và
- c) pha kim loại kết dính,

trong đó pha carbua kim loại bổ sung nói trên có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng, và trong đó tỷ lệ của pha carbua kim loại bổ sung nói trên trong carbua gắn kết nói trên là ít nhất 4% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết, và trong đó kích thước hạt trung bình được xác định bằng kỹ thuật chặn tuyến tính theo ISO 4499-2,

khác biệt ở chỗ carbua gắn kết có độ bền đứt gãy hơn 8,0 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, được xác định từ các lần hiển thị độ cứng Vickers theo phương pháp Palmquist như được mô tả trong tài liệu Shetty et al., Journal of Materials Science 20 (1985), trang 1873 đến 1882,

khác biệt ở chỗ pha carbua kim loại bổ sung đã nêu trong carbua gắn kết là trong sự phân bố lặp lại định kỳ với khoảng cách trung bình từ 0,5 đến 10 μm như được xác định bằng phân tích tuyến tính kỹ thuật chặn tuyến tính trên ảnh hiển vi điện tử của các mặt cắt.

2. Carbua gắn kết theo điểm 1, khác biệt ở chỗ pha carbua kim loại bổ sung đã nêu được chọn từ nhóm bao gồm carbua titan (TiC), carbua tantali (TaC), carbua niobi (NbC), carbua hafni (HfC), carbua zirconi, hỗn hợp của chúng, và carbua hỗn hợp của các hợp chất này.

3. Carbua gắn kết theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ pha carbua kim loại bổ sung đã nêu có kích thước hạt trung bình từ 0,3 đến 4 μm , tốt hơn là từ 0,5 đến 1,5 μm , được xác định bằng kỹ thuật chặn tuyến tính theo ISO 4499- 2.

4. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ pha carbua kim loại bổ sung đã nêu trong carbua gắn kết là trong sự phân bố lặp lại định kỳ với khoảng cách trung bình từ 1 đến 3 μm , như được xác định bằng phân tích tuyến tính (kỹ thuật chặn tuyến tính) trên ảnh hiển vi điện tử của các mặt cắt.

5. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ là bột carbua vonfram có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,05 đến 0,3 μm , tốt hơn là từ 0,05 đến 0,25 μm , tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,2 μm , được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu, như được xác định theo diện tích bề mặt BET bằng cách chuyển đổi nó theo công thức $d_{\text{BET}} = 6/(\text{diện tích bề mặt BET} \times \text{mật độ})$.

6. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ là bột carbua kim loại có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,3 đến 5 μm , tốt hơn là từ 0,4 đến 1 μm , được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu, như được xác định theo diện tích bề mặt BET, và bằng cách chuyển đổi theo công thức $d_{\text{BET}} = 6/(\text{diện tích bề mặt BET} \times \text{mật độ})$.

7. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ là pha kim loại kết dính đã nêu được chọn từ nhóm bao gồm sắt, coban, niken và hỗn hợp của chúng.

8. Carbua gắn kết theo điểm 7, khác biệt ở chỗ pha kim loại kết dính đã nêu là hỗn hợp bao gồm sắt, coban và niken, trong đó hàm lượng tương ứng của các thành phần này lớn hơn 1% theo khối lượng.

9. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ carbua gắn kết đã nêu còn bao gồm các chất ức chế sự phát triển của hạt, tốt hơn là những chất được chọn từ nhóm bao gồm carbua vanadi, carbua crom, hỗn hợp của chúng và carbua hỗn hợp của các hợp chất đó.

10. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ pha carbua vonfram đã nêu trong carbua gắn kết chứa từ 40 đến 90% theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của carbua gắn kết.

11. Carbua gắn kết theo ít nhất một trong các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ carbua gắn kết đã nêu có độ dẫn nhiệt nhỏ hơn 50 W/m*K, được xác định bằng kỹ thuật chớp lazer tại 40 °C.

12. Quy trình điều chế carbua gắn kết theo một hoặc nhiều điểm từ 1 đến 11, bao gồm các bước:

i) cung cấp hỗn hợp bột, bao gồm

a) bột carbua vonfram có cỡ hạt trung bình d_{BET} từ 0,05 đến 0,3 μm ;

b) bột carbua kim loại bổ sung có cấu trúc tinh thể lập phương ở nhiệt độ phòng (25 °C) và có kích thước hạt trung bình d_{BET} từ 0,3 đến 5 μm ; và

c) bột kim loại kết dính; và

ii) tạo và thiêu kết hỗn hợp.

13. Quy trình theo điểm 12, khác biệt ở chỗ bước thiêu kết đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ từ 1150 đến 1550 °C.

14. Linh kiện, khác biệt ở chỗ là thu được bằng cách tạo ra carbua gắn kết theo một hoặc nhiều điểm từ 1 đến 11.

15. Linh kiện theo điểm 14, khác biệt ở chỗ linh kiện đã nêu là mũi khoan, dao cắt carbua rắn, vật chèn chỉ mục, lưỡi cưa, khuôn định hình, vòng đệm, quả trám đùn, khuôn dập và các bộ phận mài mòn.

- 1/1 -

[Fig.1]

