



N° 894.920

Classif. Internat.:

Mis en lecture le: 05-05-1983

c22c/c22F

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 5 novembre 1982 à 14 h. 55
au greffe du Gouvernement provincial d'Anvers;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite : CARMET COMPANY
Two Oliver Plaza, P.O. Box 456, Pittsburgh, Pennsylvania
15230 (Etats-Unis d'Amérique),

repr. par Mr. M. Bockstael à Anvers,

T. 49-D

un brevet d'invention pour: Eléments en carbure cémenté à micrograins
(Inv. : J.A. Campbell et F.R. Scheel)

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet
déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 6 novembre 1981,
n° 318.785 au nom de J.A. Campbell et F.R. Scheel dont
elle est l'ayant cause.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 5 mai 1983

PAR DÉLÉGATION SPECIALE:
Le Directeur

L. SALPETEUR

694.920

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET BELGE

formulée par

Société dite : CARMET COMPANY

pour

Eléments en carbure cémenté à micrograins.

(Inventeurs : John A. CAMPBELL et Frank R. SCHEEL)

comme

BREVET D'INVENTION

Priorité de la demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique sous le Serial n° 318 785 le 6 novembre 1981 aux noms de JOHN A. CAMPBELL et FRANK R. SCHEEL dont la Société susdite est l'ayant droit.

La présente invention concerne des éléments en carbure cémenté et particulièrement des éléments en carbure de tungstène cémenté, utilisant du nickel comme liant métallique et comprenant un inhibiteur de croissance de grains pour assurer au carbure une structure à micrograins. Comme exemples d'éléments en carbure cémenté, on peut citer les outils d'emboutissage comme les poinçons, les bagues, les matrices de forme et d'autres éléments d'étirage utilisés pour la fabrication de boîtes sans joint en deux pièces. L'outillage d'emboutissage doit avoir une bonne dureté et doit être résistant à la corrosion par les lubrifiants synthétiques.

L'outillage d'emboutissage utilisé pour fabriquer des boîtes sans joints en deux pièces est actuellement en carbure de tungstène cémenté et on utilise du cobalt comme liant métallique. Pendant son fonctionnement, l'outillage est lubrifié avec un lubrifiant à base minérale ou de pétrole. A cause de la dépense et des problèmes écologiques liés à l'élimination de tels lubrifiants, il est souhaitable d'utiliser des lubrifiants synthétiques lors de la fabrication des boîtes sans joint en deux pièces. Cependant, l'outillage de carbure de tungstène cémenté-cobalt présente une usure excessive, car le carbure cémenté n'est pas résistant à la corrosion par les lubrifiants synthétiques. Par conséquent, l'outillage d'emboutissage fabriqué à partir d'alliages carbure de tungstène cémenté-cobalt a une durée de vie nettement plus courte, compte tenu de son usure relativement rapide. Une telle diminution de la durée de vie de l'outillage est inacceptable dans l'industrie de la fabrication des boîtes, car elle oblige à interrompre une chaîne de fabrication produisant, par exemple, de l'ordre de 1000 boîtes par minute pour remplacer les outils usés et une telle interruption dans la production coûte cher.

Les alliages de carbure de tungstène cémenté sont utilisés pour diverses opérations de coupe, d'usinage et de profilage et les alliages de base se composent de carbure de tungstène et d'un liant métallique de cobalt, nickel et/ou fer. On peut ajouter une petite quantité de carbure de vanadium à l'alliage de base au carbure de tungstène pour empêcher la croissance de grains de carbure durant le frittage. Le brevet des Etats-Unis d'Amérique

n° 3 165 822 signale, par exemple, que l'on peut utiliser entre 2 et 25% de nickel comme liant métallique dans un alliage de carbure de tungstène, qui peut contenir du carbure de vanadium.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2 731 710

5 décrit des alliages de carbure de tungstène cémenté comprenant jusqu'à 12% de nickel, comme liant métallique, et un deuxième carbure. Ce brevet signale que la dimension des grains du carbone de tungstène dans les alliages connus est comprise entre 0,5 et 10 microns, en général entre 3 et 8 microns, mais ce brevet concerne 10 des compositions de carbure cémenté contenant des macrograins dont la dimension est de l'ordre de 25 à 250 microns. Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° Re 22 073 décrit un alliage comprenant entre 3 et 22% de nickel, le complément pouvant être constitué de carbure de tungstène et d'un peu de carbure de vanadium.

15 L'invention concerne des éléments en carbure de tungstène cémenté comprenant, en poids, 88% de carbure de tungstène, 12% de nickel et environ 0,1% de carbure de vanadium, dans lesquels le carbure est sous forme de micrograins. Le terme micrograin s'entend dans la présente invention pour indiquer que tous les grains 20 de carbure ont une dimension inférieure au micron. Les éléments en carbure de tungstène présentent une bonne résistance à la corrosion par les lubrifiants synthétiques et ils sont particulièrement adaptés pour servir d'outillage d'emboutissage dans la fabrication 25 des boîtes sans joint en deux pièces, car ils possèdent une surface dure, exempte de microporosité, et présentent une bonne résistance à l'usure.

Le carbure de tungstène cémenté selon l'invention contient, en poids, 88% de carbure de tungstène, 12% de nickel et environ 0,1% de carbure de vanadium. Le carbure de tungstène a une 30 dimension de grains extrêmement faible, tous les grains ayant une taille inférieure au micron. Les grains fins de carbure de tungstène sont obtenus par traitement de la poudre de carbure de tungstène de la façon décrite ci-après et frittage d'un lingot par pression 35 à partir de la poudre dans des conditions empêchant la croissance des grains. De plus, le carbure de vanadium, qui est introduit dans la composition, agit comme inhibiteur de croissance de grains pendant le frittage.

Le carbure de tungstène cémenté à micrograins de composition indiquée ci-dessus présente à la fois une bonne dureté et une bonne résistance à la corrosion, qui sont essentielles lorsqu'il sert à la fabrication des outils de coupe utilisés pour la fabrication des boîtes sans joints en deux pièces dans le cas où l'on utilise un lubrifiant synthétique entre les outils et le métal à façonner. Le carbure de tungstène à micrograins ayant la composition ci-dessus présente dans un tel environnement des propriétés d'usure nettement meilleures qu'un carbure de tungstène à gros grains utilisant du cobalt comme liant métallique. Un deuxième avantage de cet alliage réside dans le fait que le nickel est moins cher que le cobalt.

On a préparé deux lots expérimentaux ayant la composition en poids suivante :

15	Carbure de tungstène	88%
	Nickel	12%
	Carbure de vanadium	0,1%
	Carbone	0,03%
Le carbure de tungstène a une dimension de particules (tamis Fisher) comprise entre 1,55 et 2,02 microns.		
20	Le produit est broyé pendant 5 h dans un broyeur contenant de l'hexane et 40 kg de billes de carbure. La poudre résultante est séchée et mélangée avec 2% de cire et pressée en barres. Les barres sont frittées à 1400°C pendant 1 h sous vide.	
25	Les barres frittées en carbure cémenté ont les propriétés physiques suivantes :	

		LOT 1	LOT 2
	Dureté moyenne (R_A)	88,4	88,1
	Densité (g/ml)	14,30	14,35
30	Résistance à la rupture en direction transversale (MPa)	2228,5	2109,0
	Microporosité	inférieure à A1, peu de B, C3	inférieure à A1, peu de B, C2-3
35	Retrait (315 MPa)	17,8%	17,8%

A partir de la poudre, on fabrique également deux matrices d'emboutissage. Ces matrices sont testées par immersion dans une huile synthétique soluble dans l'eau (S.H. Mack PTL 540, L.L. 112; PTL 540/H₂O = 1/4) ayant un pH neutre. Les matrices ne présentent pas de trace d'attaque corrosive.

On prépare un troisième lot qui est fritté selon l'invention. Ce lot a la composition en poids suivante :

	Carbure de tungstène	88%
	Nickel	12%
10	Carbure de vanadium	0,2%
	Carbone	0,02%

Le carbure de tungstène a une dimension de particules de 1,63 micron.

Le produit est broyé pendant 5 h dans un broyeur à boulets et, après séchage, on le mélange avec 2% de cire et on comprime des échantillons d'essai sous 315 MPa. Les échantillons sont débarrassés de la cire dans une atmosphère d'hydrogène et frittés sous vide pendant 1 h à 1470°C.

Les échantillons de carbure cémenté ont les propriétés physiques suivantes :

	Dureté moyenne (R _A)	89,5
	Densité (g/ml)	14,46
	Résistance à la rupture en direction transversale	2840,1 MPa
25	Microporosité	moins de Al, peu de B
	Retrait (315 MPa)	18,1%

Le carbure a une microstructure de micrograins.

On a comparé un carbure de tungstène cémenté selon l'invention avec deux carbures de tungstène cémentés utilisant 15% de cobalt comme liant métallique. L'un des carbures contenant du nickel comme liant métallique comprenait 1% de carbure de chrome comme inhibiteur de croissance de grains. On a effectué des essais de corrosion durant 5 jours à la température ordinaire en immergeant des échantillons des trois carbures dans l'huile S.H. Mack PTL 540, L.L. 112 (solution à 25% dans l'eau distillée). On n'observe pas de corrosion visible pour le carbure cémenté contenant le liant (nickel) selon l'invention. Après 40 jours d'immersion, le carbure contenant le

cobalt présente une plus grande corrosion que le carbure contenant le cobalt plus le carbure de chrome.

Toutefois, les deux carbures contenant du cobalt comme liant métallique présentent de la corrosion. On pense que la combinaison du liant nickel et du carbure à structure de micrograins conduit à une dureté comparable à celle obtenue avec le cobalt, à une corrosion diminuée et à une résistance à l'usure augmentée.

La surface de l'outil d'emboutissage en carbure de tungstène cémenté utilisé pour façonner des boîtes sans joint en deux pièces est polie, pour obtenir une surface lisse, avec du diamant. Le carbure cémenté doit donc être exempt de microporosité, d'excès de carbone et de phases ayant un défaut de carbone, qui ont un effet défavorable sur le poli de la surface. On utilise le nickel comme liant métallique pour le carbure de tungstène selon l'invention parce qu'il donne moins de carbone en solution que le cobalt et parce qu'il est bon catalyseur pour le craquage de la cire, ce qui est important car la cire de paraffine est utilisée comme liant de presse et comme lubrifiant pour la poudre de carbure cémenté. Les conditions de traitement sont plus critiques pour un carbure cémenté ayant comme liant du nickel que pour un carbure cémenté qui utilise du cobalt comme liant.

La transformation de la poudre de carbure ayant une composition selon l'invention en éléments est effectuée selon le procédé suivant. A partir de la poudre débarrassée de la cire, on fabrique d'abord un lingot (par compression hydrostatique). Le lingot est préfritté dans une atmosphère décarburante d'ammoniac ayant un point de rosée meilleur que -28,8°C; les conditions optimales sont 700°C pendant 2 h. Le lingot est ensuite amolli jusqu'à obtention de la taille et de la forme de la partie verte désirée. L'élément est fritté jusqu'à densité totale. On fait le vide dans le four de frittage et on le remplit d'hydrogène jusqu'à une pression partielle de 512,8 mbar (381 mm Hg). On élève la température à 600°C, on évacue l'hydrogène du four, puis on élève la température à 1300°C sous vide; à ce moment, on introduit dans le four du propane sous une pression partielle de 512,8 mbar. On maintient la pression de propane pendant 30 min puis on fait le vide dans le four

et on le porte à une température maximale de 1450°C pendant 1 h. Les cycles de préfrittage et de frittage assurent l'équilibre nécessaire en carbone dans le carbure. L'élément fritté est refroidi sous vide et on le traite à chaud isostatiquement à 1300°C pendant 1 h sous 5 une pression d'argon de 1 054,5 kg/cm², de façon à éliminer la porosité interne.

Quand on les traite de la façon décrite ci-dessus, les éléments en carbure cémenté, qui contiennent du nickel comme liant métallique et qui ont une dimension de grain inférieure au 10 micron, ont une bonne dureté, une bonne résistance à la corrosion par les lubrifiants synthétiques et une bonne résistance à l'usure lors de l'utilisation comme outils d'emboutissage. On pense que la résistance à la corrosion et à l'usure de l'outillage d'emboutissage fabriqué à partir de carbure cémenté résulte de l'effet synergique 15 du liant métallique (nickel) et de la dimension de grains extrêmement petite.

Bien entendu, diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art aux dispositifs ou procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs 20 sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

- 1 - Elément en carbure dur cémenté fritté par traitement thermique, caractérisé en ce qu'il consiste en 88% en poids de carbure de tungstène, 12% en poids de nickel et environ 0,01% en 5 poids de carbure de vanadium, ledit carbure ayant une dimension de grain maximale inférieure à 1 micron et ledit élément possédant une bonne résistance à la corrosion par les lubrifiants synthétiques.
- 2 - Elément en carbure dur cémenté selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit élément est un outil d'emboutissage pour la fabrication de boîtes en fer sans joint en deux pièces. 10
- 3 - Elément en carbure dur cémenté selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit traitement thermique dudit élément consiste à friter un lingot de poudre de carbure de tungstène, nickel et carbure de vanadium dans une atmosphère décarburante, 15 à une température maximale d'environ 700°C pendant environ 2 h, puis à friter à des températures progressivement croissantes jusqu'à une pointe de température d'environ 1450°C.
- 4 - Elément en carbure dur cémenté selon la revendication 3, caractérisé en ce que ledit frittage consiste à chauffer 20 à 600°C dans un four rempli d'hydrogène sous une pression partielle de 512,8 mbar, à dégazer le four et augmenter la température jusqu'à 1300°C, puis à recharger le four avec du propane jusqu'à une pression partielle de 512,8 mbar que l'on maintient pendant 30 min, à dégazer le four et à augmenter la température jusqu'à 1450°C pendant 1 h. 25
- 5 - Elément en carbure dur cémenté selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'il comprend le façonnage doux du lingot fritté à la taille et à la forme dudit élément.
- 6 - Elément en carbure dur cémenté selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit élément est formé par 30 compression hydrostatique d'un lingot de poudre de carbure de tungstène, nickel et carbure de vanadium, préfrittage dudit lingot à environ 700°C dans une atmosphère décarburante, façonnage doux dudit lingot préfritté à la forme et à la taille dudit élément et frittage dudit lingot à des températures progressivement croissantes 35 jusqu'à environ 1450°C.

394920

9

7.- Eléments en carbure cémenté à micrograins, substantiellement tels que décrits précédemment.

p.pon de : Société dite : CARMET COMPANY
Anvers le 5 novembre 1982.

p.pon de : Bureau des Brevets et des
Marques M.F.J. Bockstaal S.A.

