

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
C22C 1/04 (2006.01)



## [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200610021337.6

[43] 公开日 2007年1月24日

[11] 公开号 CN 1900331A

[22] 申请日 2006.7.7

[21] 申请号 200610021337.6

[71] 申请人 四川大学

地址 610065 四川省成都市一环路南一段24号

[72] 发明人 熊 计 曹 鼎 郭智兴

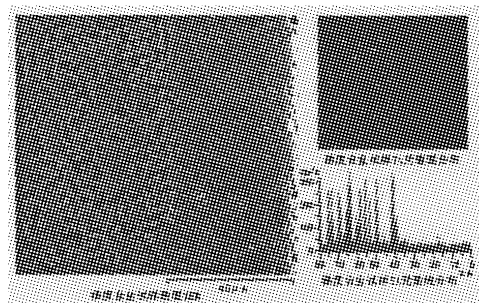
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

### [54] 发明名称

添加超细 Ti(C,N) 粉末以一步烧结法制备脱 β 相梯度硬质合金

### [57] 摘要

具有表面脱立方相梯度结构的硬质合金基体(简称脱 β 相梯度合金)由于其表面无立方相的韧性材料起到了涂层时阻止高温应力裂纹扩散到基体材料的作用,从而保证了涂层刀具的优良性能。其制备方法为:在含 Ti 的 P 类硬质合金原料粉末中加入超细粒度的 Ti(C,N) 粉末,按一定工艺得到可压制粒料,压制成型,在真空烧结炉中按一定的工艺路线进行真空烧结,通过实现 N, Ti 元素的迁移,形成脱 β 相梯度合金。Ti(C,N) 粉末的含量为:2%~10%,其平均粒度为 0.1~0.5 μm,烧结温度为:1380~1480℃。脱 β 相梯度层厚度为 10~40 μm。



- 
1. 一种脱 $\beta$ 相梯度硬质合金的制备方法，其特征是粉末原料中添加超细粒度 Ti(C,N)粉末，使用一步烧结的工艺来制备。
  2. 根据权利要求1所述的超细粒度的 Ti(C,N)粉末，其特征在于：Ti(C,N)粉末中 C,N 元素的原子比例为 0:1, 0.5:0.5 和 0.7:0.3；粉末的平均粒度为 0.1~0.5 $\mu\text{m}$ ；Ti(C,N)粉末在原料粉末中的重量比例为 2%~10%。
  3. 根据权利要求1所述的烧结工艺，其特征在于：烧结中不充氮气气氛保护，在真空中一次性烧结完成得到梯度合金。

添加超细 Ti (C, N) 粉末以一步烧结法制备脱 β 相梯度硬质合金

## 技术领域

本发明涉及脱 β 相梯度结构硬质合金的制备工艺。

## 背景技术

随着高速精密加工业的快速发展, 优良的涂层刀具越来越成为市场的迫切需求。化学气相沉积 (CVD) 涂层是应用最多的切削刀具涂层技术。但是 CVD 涂层的发生温度一般在 800℃ 以上, 因此容易因高温应力而在涂层和基体材料间产生裂纹, 从而严重降低涂层刀具的寿命。具有表面脱立方相梯度结构的硬质合金基体 (简称脱 β 相梯度合金) 是用于 CVD 刀具涂层的优质基体材料。脱 β 相梯度合金刀具基体用于涂层处理时, 由于其表面无立方相的韧性材料起到了阻止高温应力裂纹扩散到基体材料的作用, 从而保证了涂层刀具的优良性能。

脱 β 相梯度硬质合金普通的制备方法是在含 Ti 的 P 类硬质合金原料粉末中添加 N 元素, 添加方式可以多种, 比如: TiN, TiC<sub>x</sub>N<sub>x</sub> 等等。其含 N 粉末的粒度为中等粒度以上 (>0.8 μm)。接着, 对混合料进行球磨处理等工序制成可压制粉料, 再进行压制而制成所需形状的刀具压坯。最后进行烧结处理, 在烧结过程中, 先在充一定压力氮气保护的气氛下烧结至 1380℃ 左右, 然后降温, 再真空烧结至 1400℃ 左右得到梯度合金。国外出版的《难熔金属与硬质合金》杂质 2002 年第 20 期上的“碳含量对于硬质合金表面脱氮碳化物层形成的影响”一文公开了一种以添加 TiC<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub> 制备脱 β 相梯度硬质合金的方法, 该方法采用的主要工艺是:

TiC<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub> 在系统中的重量百分比为: 7.6%

以两步的方式烧结合金, 第一步充氮气, 氮气压力为: 50mbar; 第一步烧结温度为 1390℃, 第二步的烧结温度为 1450℃。该方法的缺点是: 分两步烧结, 而且第一步烧结至一定温度后必须充氮保护。

## 发明内容

本发明的目的是要提供一种与现有技术相比工艺更简易, 生产成本更低, 性能更优越的脱 β 相梯度硬质合金的制备方案。

为了解决脱 β 相梯度硬质合金必须充氮保护且分两步烧结的难题, 本发明研究出新型添加超细粒度 Ti (C, N) 粉末, 并以一步烧结法制备脱 β 相梯度硬质合金, 以此方法制得的合金致密度好, 合金抗弯强度高, 涂层后的抗弯强度下降值比较小。

## 附图说明

图 1 是本发明添加入合金的 Ti(C,N)超细粉末的 SEM 图片;

图 2 是本发明制得的脱 β 相梯度硬质合金的 SEM 照片;

图 3 是本发明制得的脱 β 相梯度硬质合金的 SEM 照片和其表面 Ti 元素的面分布和线分布。

## 具体实施方式

方法: 按预定的数量关系准确称取几种原料粉末, 其组分 (重量比例) 如下:

Co 粉: 7%~12%

(Ti,W)C 粉末: 3%~12%

WC 粉末: 75%~85%

Ti(C,N)粉末： 2%~10%

其中 Ti(C,N)粉末的平均粒度为 0.1~0.5 $\mu\text{m}$ ，如图 1，其 C,N 原子比例为几个：0：1，0.5：0.5 和 0.7：0.3，Ti(C,N)粉末在原料粉末中的重量比例为 2%~10%。然后将其分别加入球磨桶中混合均匀，球磨桶内装有一定数量的硬质合金球。湿磨介质为酒精。球磨时间为 36~48 小时。接着干燥湿磨混合料，然后再掺胶，所用的原料为橡胶和汽油，掺胶的目的是为了改善混合料成型时的成型性，使制品具有一定的强度和密度并能保持一定的几何形状与尺寸。接着再对掺胶料进行干燥，目的是脱去掺胶时加入的溶剂汽油以便于制粒和成型。再是制粒工序，其作用是改善混合料的流动性和对压模的填充性能。将制粒后的混合料用压机压制成压坯。最后，采用不充氮保护和连续烧结的方式以一定烧结制度在真空烧结炉中进行烧结，烧结温度为：1380 $^{\circ}\text{C}$ ~1480 $^{\circ}\text{C}$ 。冷却后开炉得到试样，如图 2，3。所得脱  $\beta$  相梯度层厚度为 10~40 $\mu\text{m}$ 。涂层前脱  $\beta$  相梯度合金抗弯强度为 1790~1980  $\text{N}/\text{mm}^2$ 。

本发明的特点是：在现有工艺中加入超细粒度的 Ti(C,N)粉末，采用一步真空烧结的工艺方法制备的脱  $\beta$  相梯度硬质合金。实践表明：采用上述超细粒度的 Ti(C,N)粉末添加制得的脱  $\beta$  相梯度硬质合金具有致密度好，抗弯强度高，与涂层的结合好，切削性能好等优点。

为了更清楚的比较和说明此新型脱  $\beta$  相梯度硬质合金制备方法与普通方法制备合金的差异，比较了几种方案制备梯度合金的梯度形成状况和性能差异：

方案 1 在 P 类硬质合金原料中加入普通粒度 1.2 $\mu\text{m}$ Ti(C,N)粉末，其余以与本方法相同的工艺制备合金，以 CVD 工艺在所得合金表面涂层，涂层材料为 Ti(C,N)。

方案 2 在 P 类硬质合金原料中加入普通粒度 1.2 $\mu\text{m}$ Ti(C,N)粉末，以两步方式烧结，并且第一步充氮气保护的方法制备合金，以 CVD 工艺在所得合金表面涂层，涂层材料为 Ti(C,N)。

方案 3 以本申请方法制备梯度合金，以 CVD 工艺在所得梯度合金表面涂层，涂层材料为 Ti(C,N)。

	梯度状况	合金抗弯强度 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )	涂层后抗弯强度 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )
方案 1	梯度不明显	1780	1520
方案 2	梯度明显，厚度为 10~20 $\mu\text{m}$	1880	1610
方案 3	梯度明显，厚度为 10~40 $\mu\text{m}$	1950	1830



图1

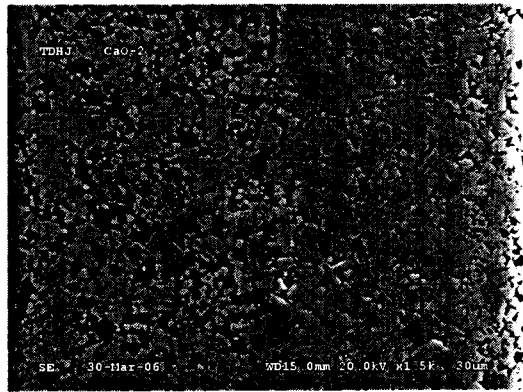


图2

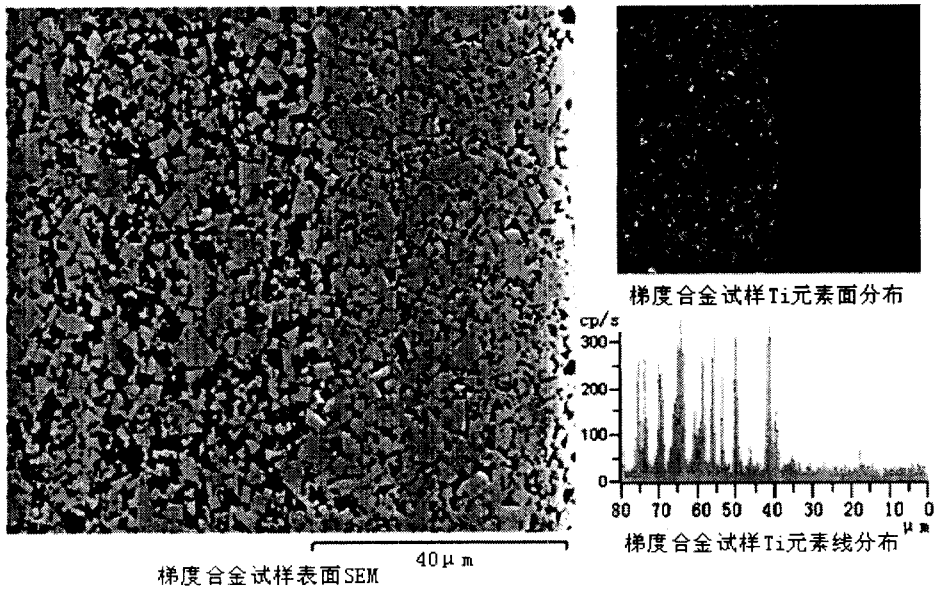


图3