

文章编号: 1004-0609(1999)03-0465-04

微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金的 工艺与性能^①

周 健 程吉平 袁润章 章韵瑾 邱进宇
(武汉工业大学 材料复合新技术国家重点实验室, 武汉 430070)

摘 要: 采用微波烧结新技术研究了 WC-Co 细晶硬质合金的烧结工艺与性能, 并同常规烧结工艺进行了比较。结果表明: 微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金在 1300 °C 的烧结温度下保温 10 min 时, 可达到 99.8% 的相对密度; 烧结温度降低, 烧结时间大幅度缩短, 且制品的显微晶粒尺寸只有常规烧结的一半; 抗弯强度、矫顽磁力、硬度有较大幅度提高。

关键词: 微波烧结; 钴钨硬质合金; 工艺; 性能

中图分类号: TF124.5, TM154.3

文献标识码: A

微波烧结是近十年来发展起来的一种新型烧结技术^[1~3], 它同常规加热方式完全不同。常规加热是依靠发热体将热能通过对流、传导或辐射方式传递至被加热物使其达到某一温度, 热量从外向内, 烧结时间也较长, 很难得到细晶, 因为细粉在长时间烧结过程中会长大, 为防止烧结中晶粒长大, 一般在配料中加入少量晶粒生长抑制剂, 这使得工艺复杂化^[4]; 而微波烧结是依靠材料本身吸收微波能转化为材料内部分子的动能和势能, 材料内外同时均匀加热, 这样材料内部热应力可以减少到最小程度, 其次在微波电磁能作用下, 材料内部分子或离子的动能增加, 使烧结活化能降低, 扩散系数提高, 可以进行低温快速烧结, 使细粉来不及长大就被烧结^[3, 5, 6]。只有细的晶粒才能使材料同时具备高强、高硬、高韧, 微波烧结无疑是制备细晶材料的有效手段^[7]。

目前, 微波烧结材料品种大都局限在 Al_2O_3 和 ZrO_2 等陶瓷及复合陶瓷^[8~10]。尚未

见微波烧结硬质合金的公开报道。本文利用微波烧结这种新技术, 研究了微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金的工艺特点及性能。

1 试验条件与方法

试验装置示意图如图 1 所示, 微波频率为 2450 MHz, 功率在 0~1 kW 连续可调, 在微波源和腔体之间接一定向耦合器, 用以测定入射和反射功率, 以便判断系统的谐振和耦合情况, 烧结腔体采用改进的 TE_{103} 单模腔, 温度控制采用光导纤维温度计与控制系统相联的办法。为满足 WC-Co 硬质合金的烧结要求, 腔体为真空(达 $4.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$) 状态。

为了研究微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金的特性, 并使其与常规烧结方法具有可比性, 本研究选用中南工业大学粉末冶金厂提供的 WC-Co 细晶混合粉料, 平均粒度为 0.5 μm , 组份为 92% WC, 8% Co, 混料后成型, 成型后的

① “八六三”高技术资助项目 715-24-04-01 收稿日期: 1998-10-20; 修回日期: 1999-05-20

周 健(1967-), 男, 副教授

试件(6 mm × 6 mm × 45 mm), 一部分在该厂用真空烧结炉进行常规烧结, 一部分进行微波烧结。

常规烧结与微波烧结工艺如表 1。

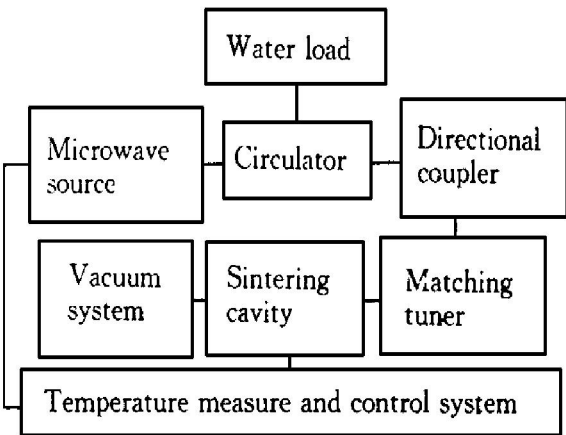


图 1 微波烧结 WC-Co 系统结构示意图

Fig. 1 Schematic of microwave system for sintering WC-Co

表 1 常规烧结与微波烧结工艺对比

Table 1 Technology comparison of conventional and microwave sintering

Sintering condition	Conventional sintering	Microwave sintering
Sintering atmosphere	Vacuum	Vacuum
Heating rate/($^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$)	15~ 20	200~ 250
Sintering temperature/ $^{\circ}\text{C}$	1 460 $\pm$ 5	Decided by experiment
Preservation time/h	1	Decided by experiment

烧结后磨削, 抛光成 3 mm × 4 mm × 36 mm 试条, 按 GB3851-83 标准进行抗弯实验, 按 GB3849-83 标准进行 HRA 硬度试验, 按 GB3850-83 标准进行密度测定, 并将测得的密度值与按照合金成分计算的理论密度值相比, 得出相对密度值, 在 HCG-1 型矫顽磁力机上进行矫顽磁力测定, 用 SX- 40 型扫描电镜对断口作微观结构分析。

2 结果与分析

2.1 微波烧结工艺对材料相对密度的影响

微波烧结工艺参数对材料密度的影响如图

2 和图 3 所示。从图 2 和图 3 可见, 微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金在一定保温时间下(10 min) 1 100 $^{\circ}\text{C}$ 时样品基本上没有致密化, 随着烧结温度提高, 样品的致密化迅速增加, 到 1 300 $^{\circ}\text{C}$ 时达到 99. 8% 的相对密度, 之后则基本上没有变化。试验中还发现, 1 350 $^{\circ}\text{C}$ 以上时, 样品有不同程度的局部熔融现象。且在一定温度下(1 300 $^{\circ}\text{C}$) 随时间延长而迅速致密化, 10 min 后, 进一步延长保温时间, 材料的相对密度基本无变化, 这说明在 1 300 $^{\circ}\text{C}$ 时 WC 与 Co 达到共晶温度, 此时 Co 完全转变为液相。

样品的局部熔融现象是由于在高温下局部

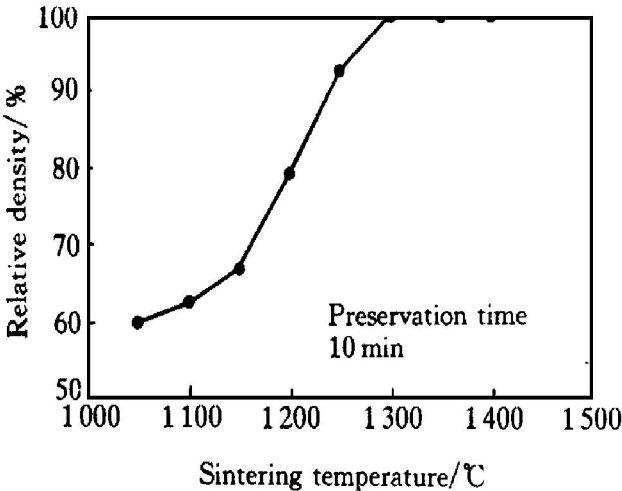


图 2 微波烧结温度与硬质合金相对密度的关系

Fig. 2 Relation of WC-Co cemented carbide's relative density with sintering temperature in microwave sintering

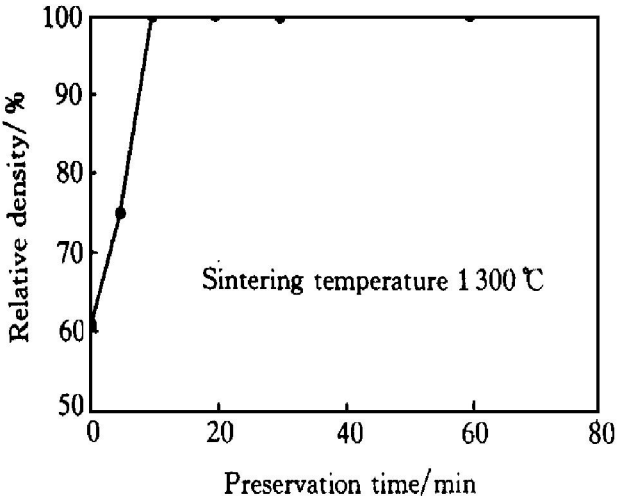


图 3 微波烧结保温时间与硬质合金相对密度的关系

Fig. 3 Relation of WC-Co cemented carbide's relative density with holding time of microwave sintering

产生放电击穿所致。在微波烧结 WC-Co 微细粉时，随着温度升高，WC 在 Co 中的溶解度增大，因为液相的出现，在液体表面张力的作用下，导致碳化钨颗粒向更加紧密的方向移动，使坯体中孔隙大小和数量迅速减少，出现碳化钨颗粒重新排列，烧结体迅速收缩，形成 WC 骨架和强烈的毛细管作用，促使熔融的粘结相迅速分散，使金属钴快速地润湿碳化钨，从而形成相应的网络结构。温度过高，晶粒会长大，易在网结处产生钴的聚集，形成局部的块状金属导体，从而在微波场下产生局部剧烈的放电现象。由于微波烧结的选择性，局部的放电使微波能量更集中于放电区域，导致局部放电区的熔融，这与网状结构导体整体放电时不形成微波能量集中是不同的。为克服局部放电，需控制微波功率以控制烧结温度。

2.2 硬质合金的性能及显微结构

对在 1 300 ℃保温 10 min 时微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金样品进行性能和平均晶粒度测试，同常规烧结的硬质合金性能比较见表 2。

表 2 常规烧结与微波烧结硬质合金性能
Table 2 Property of cemented carbide in conventional and microwave sintering

Property	Microwave sintering	Conventional sintering
Relative density/ %	99.8	99.8
Average grain size/ μm	0.8	1.5
Hardness HRA	91.2	90.6
Bending strengh/ MPa	2 200	1 796
Coercive force/ (kA·m ⁻¹)	14.0	11.08

微波烧结和常规烧结 WC-Co 硬质合金的 SEM 显微结构见图 4 和图 5。

综上所述，对于同一批 WC-Co 硬质合金生坯样品，微波烧结的制品比常规烧结的制品的平均晶粒度要小 1/2 左右，这是因为微波烧结温度低、时间短，使晶粒来不及长大就已被烧结的结果，同时由于微波的均匀加热特性使 WC-Co 晶粒更加均匀细小，使材料的硬度、抗

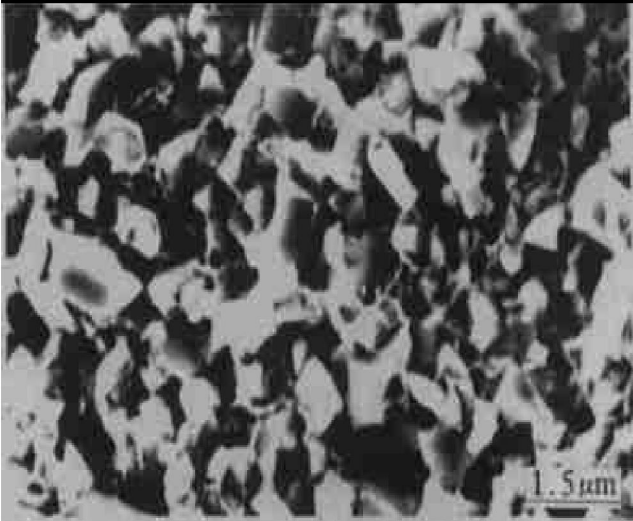


图 4 微波烧结 WC-Co 细晶硬质合金的 SEM 图
(烧结温度 1 300 ℃，保温时间 10 min)

Fig. 4 SEM microstructure of WC- Co fine grain cemented carbide in microwave sintering (1 300 ℃, 10 min)

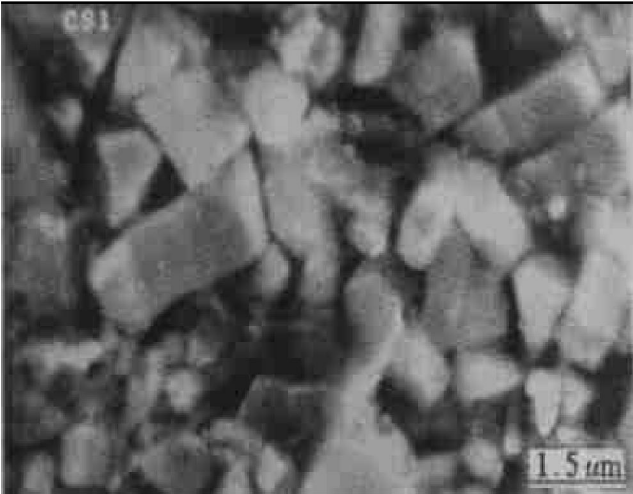


图 5 常规烧结 WC-Co 细晶硬质合金的 SEM 图
(烧结温度 1 460 ℃，保温时间 60 min)

Fig. 5 SEM microstructure of WC- Co fine grain cemented carbide in conventional sintering (1 460 ℃, 60 min)

弯强度和矫顽磁力均获提高。

由于硬质合金中的粘结相是铁磁性物质，因而使合金具有一定磁性，磁力主要与结合量及分散度有关，钴相的分散程度随碳化钨晶粒变细而提高，矫顽磁力也会相应增大。因此，在其它条件相同的情况下，矫顽磁力可作为间接衡量 WC-Co 晶粒大小的参数，微波烧结制品的矫顽磁力增加与显微晶粒尺寸细小一致。

3 结论

(1) 微波烧结细晶 WC-Co 硬质合金在降低烧结温度的同时, 可大幅度缩短烧结时间, 从而实现高效节能。

(2) 微波烧结含钴 8% 的 WC-Co 硬质合金, 在 1300 °C 保温 10 min 即可达到 99.8% 的相对密度, 且制品具有良好的性能。

(3) 同一批 WC-Co 硬质合金生坯试件的对比试验表明, 微波烧结制品的平均晶粒度要降低 1/2 左右, 抗弯强度、硬度、磁力均有较大幅度提高。

REFERENCES

1 Sutton W H. Ceram Bull, 1989, 68(2): 376.

- 2 Zhang Jinsong(张劲松), Cao Lihua(曹丽华), Yang Yongjin(杨永进) *et al.* Mater Riew(材料导报), 1994, 2: 34.
- 3 Hu Xiaoli(胡晓力), Chen Kai(陈楷) and Yin Hong(尹虹). China Ceram(中国陶瓷), 1995, 31(1): 29.
- 4 Bertil A. Metal Powder Report, 1991, 46(12): 36.
- 5 Xie Zhipeng(谢志鹏), Huang Yong(黄勇), Wu Su(吴苏) *et al.* J Chin Ceram Soc(硅酸盐学报), 1995, 23(1): 7.
- 6 Cai Jie(蔡杰). Vacuum Electro(真空电子技术), 1994, 4: 52.
- 7 Sutton W H. MRS Bull, 1993, 11: 22.
- 8 Feng Shiming(冯士明), Qian Ru(钱茹) and McColm I J. Ceram Studies J(陶瓷研究), 1997, 12(4): 3.
- 9 Bai Shulin(白树林). Chin J Mater Res(材料研究学报), 1996, 10(1): 109.
- 10 Clark D E, Folz D C, Schulz R L *et al.* MRS Bull, 1993, 11: 41.

Property and technology of WC-Co fine grain cemented carbide in microwave sintering

Zhou Jian, Cheng Jiping, Yuan Runzhang, Zhang Yunjin, Qiu Jinyu

State Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing,

Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, P. R. China

Abstract: Using the microwave sintering new technology, the technology and property of WC-Co fine grain cemented carbide in microwave sintering was studied and compared with conventional sintering technology. The results show that microwave sintered WC-Co fine grain cemented carbide can reach 99.8% relative density in 1300 °C sintering temperature and 10 min preservation. The microwave sintering not only can reduce sintering temperature and shorten sintering time in large range, but also can decrease micro-grain size of products over less one-half and increase bending strength, coercive force and hardness in large range compared with conventional sintering.

Key words: microwave sintering; WC-Co cemented carbide; technology; properties

(编辑 彭超群)