

CHẾ TẠO VẬT LIỆU KIM LOẠI CÓ TÍNH NĂNG ĐẶC BIỆT BẰNG CÔNG NGHỆ LUYỆN KIM BỘT

**Đoàn Đình Phương, Nguyễn Văn Tích, Nguyễn Văn Luân, Trần Bảo Trung,
Lương Văn Đương, Phạm Đức Thắng, Lê Danh Chung, Nguyễn Văn An, Đỗ Thị Nhung**

Viện Khoa học vật liệu

18 - Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

Email: phuongdd@ims.vast.ac.vn

Tóm tắt:

Báo cáo trình bày các kết quả nghiên cứu ứng dụng công nghệ luyện kim bột để chế tạo vật liệu kim loại có tính năng đặc biệt tại Viện khoa học vật liệu. Trong đó, vật liệu ma sát thiêu kết tổ hợp kim loại - gồm với khả năng chịu nhiệt độ cao, độ mài mòn thấp được chế tạo bằng công nghệ luyện kim bột truyền thống. Hợp kim cứng hệ WC/Co với độ bền và độ dai cao được chế tạo bằng công nghệ thiêu kết - ép nóng đẳng tĩnh bổ sung. Thép crôm hoá bền bằng các hạt ôxít phân tán mịn được nghiên cứu chế tạo bằng phương pháp hợp kim hoá cơ học-ép nóng.

Abstract:

This paper represents the results of research on application of powder metallurgy to fabricate special metallic materials at IMS. Sintered friction metals-ceramic composite material with high temperature resistance and low wear was fabricated by conventional powder metallurgy technique. WC/Co hard alloy with high rupture strength and high toughness was fabricated by Sinter plus HIP method. Mechanical alloying and hot-pressing sintering were used to fabricate oxide dispersion strengthened steel.

I. GIỚI THIỆU

Luyện kim bột là công nghệ đang trên đà phát triển, lĩnh vực công nghệ này đang tiến nhanh hơn bất cứ công nghệ kim loại nào khác. Việc ứng dụng công nghệ luyện kim bột hiện tiếp tục được mở rộng sang nhiều lĩnh vực kỹ thuật. Ngoài ứng dụng để chế tạo chi tiết kết cấu với số lượng lớn, giá thành hạ theo phương pháp near-net-shape, luyện kim bột còn là một phương pháp công nghệ rất hữu hiệu để chế tạo các loại vật liệu mới có cấu trúc và tính năng đặc biệt. Trong đó phải kể đến các loại vật liệu như: bạc trượt, vật liệu lọc, vật liệu từ cứng và từ mềm, vật liệu chịu nhiệt độ cao, vật liệu ma sát, hợp kim cứng, vật liệu chịu mài mòn, hợp kim làm đạn xuyên, vật liệu cắt, vật liệu xốp [1].

Trên cơ sở các trang thiết bị hiện có tại Viện Khoa học vật liệu trong lĩnh vực luyện kim bột và xuất phát từ nhu cầu thực tế, chúng tôi đã lựa chọn một số kỹ thuật trong công nghệ luyện kim bột để chế tạo vật liệu ma sát tổ hợp kim loại - gốm, hợp kim cứng và thép crôm hoá bền bằng các hạt ôxít phân tán mịn. Báo cáo này trình bày một số kết quả nghiên cứu chế tạo và ứng dụng 3 loại vật liệu nói trên.

II. MỘT SỐ KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ ỨNG DỤNG

1. Nghiên cứu công nghệ chế tạo vật liệu ma sát thiêu kết tổ hợp kim loại - gốm bằng kỹ thuật luyện kim bột truyền thống

1.1. Nghiên cứu phát triển vật liệu và công nghệ chế tạo

Vật liệu ma sát là loại vật liệu dùng để chế tạo má phanh ngăn chuyển động của

phương tiện giao thông hay máy móc bằng ma sát trượt. Ngày nay, vật liệu ma sát thường là vật liệu tổ hợp, được chế tạo từ các loại bột rời, bao gồm 3 thành phần chính có tính chất hỗ trợ nhau: (i) thành phần làm tăng ma sát gồm các hạt cứng có gốc ôxit, cacbit, silicat, (ii) thành phần làm giảm ma sát hay còn gọi là chất bôi trơn rắn bao gồm chủ yếu là graphit và các sunfit kim loại, (iii) thành phần liên kết với chức năng chủ yếu là tạo độ bền cho vật liệu như nhựa hữu cơ hoặc kim loại [2].

Đã biết, đối với loại phương tiện máy móc có động năng lớn thì vật liệu ma sát liên kết bằng kim loại chế tạo theo phương pháp luyện kim bột (LKB) được sử dụng thay cho vật liệu ma sát liên kết bằng nhựa hữu cơ do có khả năng bền nhiệt cao hơn. Đối với phương tiện máy móc có động năng rất lớn, vật liệu ma sát thiêu kết nền kim loại có bổ sung thành phần gốm đã được phát triển để đáp ứng yêu cầu làm việc trong điều kiện vận tốc nhanh, tải trọng nặng.

Tại Viện Khoa học vật liệu đã nghiên cứu thành công công nghệ chế tạo vật liệu ma sát tổ hợp kim loại - gốm bằng kỹ thuật LKB và ứng dụng vật liệu chế tạo guốc hãm đầu máy D19E cho ngành đường sắt Việt Nam.

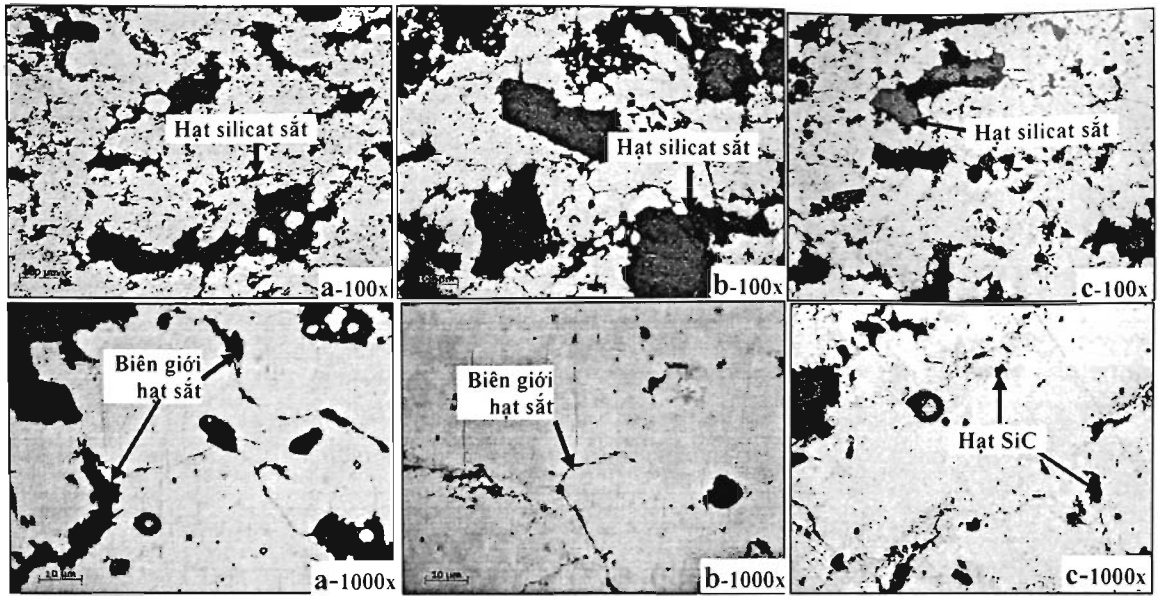
Quá trình chế tạo vật liệu ma sát bằng phương pháp LKB được tiến hành theo trình tự các bước: nghiền → trộn → ép định hình → thiêu kết. Trong đó, bột Fe và bột Cu sau khi nghiền mịn được trộn đều với thành phần bôi trơn rắn và thành phần mài trong máy trộn. Tiếp theo, hỗn hợp bột được ép tạo hình trên máy ép thủy lực. Quá trình thiêu kết được thực hiện trong lò thiêu kết đốt bằng thanh graphit với môi trường bảo vệ là khí nitơ.

Nguyên vật liệu cho việc chế tạo gồm: bột sắt hoàn nguyên kích thước 125 μm , bột đồng điện phân có độ hạt dưới 50 μm ; graphit tự nhiên có cỡ hạt từ 100 đến 200 μm . Hệ gốm được lựa chọn đưa vào vật liệu gốm có silicat sắt và cacbit silic. Trong đó, silicat sắt có thành phần khoáng vật chủ yếu là fayalite ($2\text{FeO}\cdot\text{SiO}_2$), nhiệt độ nóng chảy từ 1180 đến 1200 $^\circ\text{C}$, độ cứng từ 6,5-7 mohs. Cacbit silic (SiC) ở dạng màu xanh có kích thước hạt từ 70 đến 150 μm .

Ảnh hưởng của hàm lượng và kích thước hạt silicat sắt đến độ bền của vật liệu ma sát thiêu kết nền sắt có thành phần cơ bản gồm: 9% graphit, 10% Cu, silicat sắt từ 0 đến 14%, còn lại là sắt đã được khảo sát. Khi không có thành phần silicat sắt, vật liệu có độ bền nén và khả năng bền nóng là cao nhất. Điều này được lý giải là do liên kết kim loại – kim loại trong vật liệu nhiều hơn, làm cho vật liệu có độ bền lớn hơn. Kết quả còn cho thấy, vật liệu ma sát chứa thành phần silicat sắt được đưa vào dưới dạng bột mịn có độ bền nóng thấp, do các hạt gồm tụ đám và bám nhiều trên biên giới hạt kim loại. Khi gốm được đưa vào dưới dạng hạt thô có kích thước từ 150-300 μm , vật liệu sẽ có độ bền nóng cao do biên giới kim loại – kim loại không bị bám nhiều tạp chất. Điều này được thấy rõ hơn qua ảnh cấu trúc của hai mẫu vật liệu tại hình 1a và 1b. Ảnh với độ phóng đại 1000 lần cho thấy, đối với mẫu vật liệu chứa silicat sắt ở dạng bột, biên giới của các hạt sắt thường có các hạt gốm khu trú. Trong khi đó, đối với mẫu vật liệu chứa gốm ở dạng hạt thì biên giới các hạt sắt sạch hơn và đã có thể quan sát thấy Cu tại biên giới hạt. Từ đó cho phép rút ra kết luận: silicat sắt phải được đưa vào vật liệu dưới dạng hạt thô từ 150 đến 300 μm .

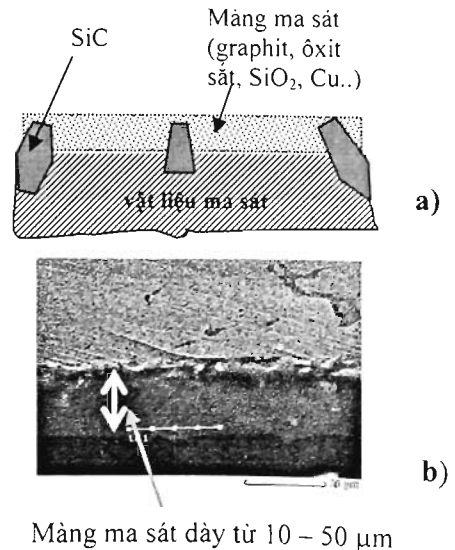
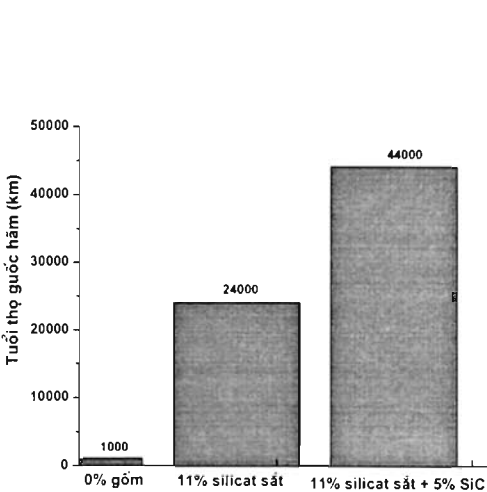
Đã nghiên cứu ảnh hưởng của cacbit silic đến độ bền của vật liệu. Cacbit silic được phân tán mịn trong pha nền (Fe-Cu) dưới dạng các hạt có kích thước từ 3-10 μm . Kết quả cho thấy, với hàm lượng đưa vào pha nền từ 0-6%, cacbit silic không ảnh hưởng nhiều đến độ bền nén và độ bền nóng của vật liệu. Ảnh tổ chức tế vi của vật liệu chứa 5% SiC và 11% silicat sắt (dạng hạt từ 150 đến 300 μm) trên hình 1c chứng tỏ, SiC được phân tán mịn trong pha nền với kích thước hạt dưới 10 μm .

Ảnh hưởng của silicat sắt và SiC lên tuổi thọ của guốc hãm chế tạo bằng vật liệu ma sát thiêu kết có bổ sung thành phần gốm được trình bày trên hình 2. Guốc hãm được chế tạo từ vật liệu ma sát gồm 9% graphit + 8% Cu + bột sắt kim loại, được bổ sung 11% silicat sắt hoặc 11% silicat sắt + 5% SiC. Tuổi thọ của guốc hãm được tính theo số kilomet tàu chạy kể từ khi lắp guốc hãm mới đến khi mòn phải thay ra theo qui trình bảo dưỡng tàu.



Hình 1: Cấu trúc vật liệu ma sát thiêu kết có bổ sung gồm; HVQH; không tâm thực
 a- silicat sắt được bổ sung dưới dạng bột mịn; b- silicat sắt được bổ sung dưới dạng hạt
 c- 11% silicat sắt được dưới dạng hạt, 5% SiC được phân tán mịn trong nền sắt

Từ hình 2 thấy rằng, so với guốc hãm chế tạo bằng vật liệu ma sát không bổ sung gồm, guốc hãm chế tạo bằng vật liệu bổ sung 11% silicat sắt có tuổi thọ cao hơn gấp 24 lần. Sự chênh lệch rất lớn này được cho là do bản thân các hạt silicat sắt đã chảy lỏng và dính bám chặt vào nền kim loại trong quá trình thiêu kết, tạo thành vật liệu tổ hợp mà pha cứng là các hạt gốm còn pha nền mềm là kim loại. Khi bổ sung thêm 5% SiC vào thành phần vật liệu, tuổi thọ guốc hãm đạt 44000 km so với 24000 km của guốc hãm không bổ sung SiC. Điều này có thể được lý giải là do bản thân các hạt SiC đóng vai trò như những hạt cứng phân tán mịn trong pha nền tạo cho vật liệu ít bị mài mòn.



Hình 2: Ảnh hưởng của thành phần và hàm lượng gốm trong vật liệu đến tuổi thọ của guốc hãm trên thực tế

Hình 3: a- Mô hình nguyên lý hình thành màng ma sát khi bổ sung SiC trong thành phần vật liệu
 b- Ảnh SEM lớp màng ma sát hình thành trên bề mặt guốc hãm sau khi sử dụng

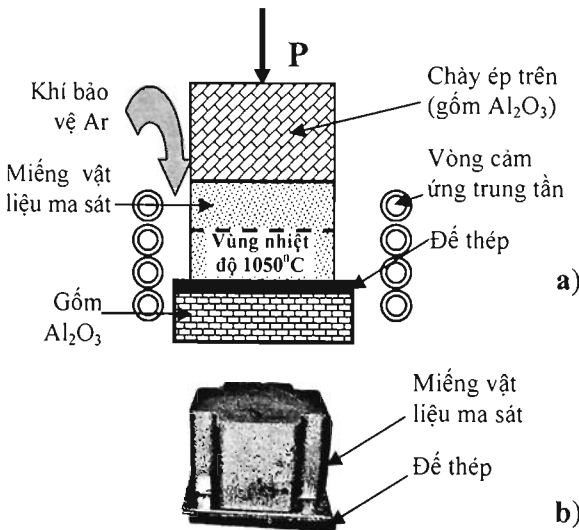
Qua thử nghiệm còn nhận thấy, khi được bổ sung SiC, trên bề mặt guốc hãm rất dễ tạo ra lớp màng ma sát, nguyên lý hình thành lớp màng này được trình bày trên hình 3a. Do các hạt SiC được nền (Fe-Cu) giữ chặt, nên bánh xe sẽ trượt trên vô vân các “trụ” SiC mà không làm mài mòn tiếp guốc hãm. Mặt khác, sản phẩm mài mòn của các thành phần vật liệu mềm hơn như: graphit, Fe, silicat và Cu sẽ được giữ lại giữa các “trụ” SiC, tạo thành lớp màng ma sát dày từ 10 đến 50 μm . Khi đã hình thành, chính lớp màng này sẽ giúp ổn định hệ số ma sát và làm giảm đáng kể sự mài mòn của guốc hãm. Hình 3b là ảnh SEM chụp lớp màng ma sát hình thành trên bề mặt guốc hãm trong quá trình sử dụng đối với vật liệu có bổ sung SiC. Thành phần chủ yếu của màng ma sát theo kết quả phân tích bằng phổ EDS là cacbon (graphit), oxit sắt, SiO_2 và Cu.

1.2. Nghiên cứu công nghệ liên kết vật liệu ma sát thiêu kết với đế thép và ứng dụng

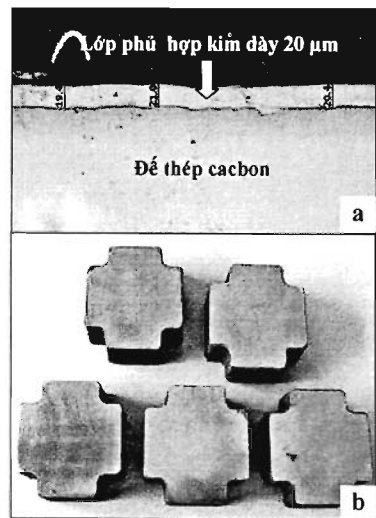
Trong thực tế, việc ứng dụng vật liệu ma sát thiêu kết đòi hỏi phải sở hữu công nghệ liên kết vật liệu ma sát với đế phanh. Trên thế giới, hầu hết vật liệu ma sát thiêu kết đều được liên kết với đế phanh (đế thép) bằng phương pháp hàn đồng mặt phẳng (copper brazing). Chúng tôi đã tự nghiên cứu và phát triển thành công công nghệ hàn vật liệu ma sát thiêu kết với đế thép, hệ thiết bị bao gồm các cơ cấu chính sau:

- Thiết bị nung nhanh bằng dòng cảm ứng trung tần có công suất 50 kW,
- Hệ thống ép thủy lực với lực ép có thể điều chỉnh được đến 150 kN
- Hệ thống thổi khí trơ Ar.

Sơ đồ nguyên lý của phương pháp được trình bày trên hình 4a. Trong đó, đế thép dày 3mm được phủ lớp hợp kim đồng có chiều dày tối thiểu là 20 μm (hình 5a). Miếng vật liệu ma sát được mài phẳng và đánh bóng bề mặt hàn (hình 5b). Đế thép và miếng vật liệu ma sát được định vị (hình 4b) và đặt vào trong vòng cảm ứng. Hệ thống ép thủy lực sẽ duy trì trong suốt quá trình hàn một lực ép P lên bề mặt tiếp xúc giữa miếng vật liệu ma sát và đế thép thông qua chày ép trên. Vòng cảm ứng trung tần được thiết kế sao cho chỉ nung nóng chọn lọc phần hàn mà không nung nóng các phần còn lại của vật liệu. Nhiệt độ bề mặt hàn được nâng tới 1050 $^{\circ}\text{C}$, thời gian lưu giữ ở nhiệt độ 1050 $^{\circ}\text{C}$ và áp lực 3000 N/cm^2 là 120 giây.



Hình 4: a- Sơ đồ nguyên lý thiết bị hàn vật liệu ma sát thiêu kết với đế thép
b- Hình ảnh đế thép và miếng vật liệu ma sát được định vị trước khi nung và ép

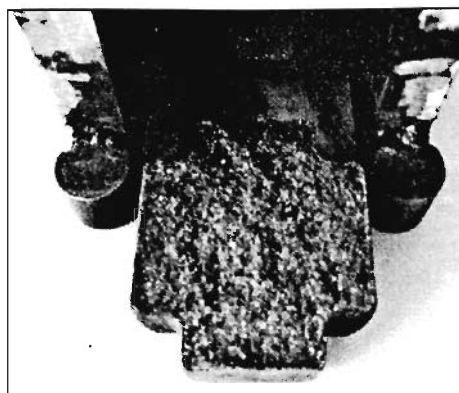


Hình 5: a- Mặt cắt ngang đế thép sau khi phủ lớp hợp kim đồng; HVQH
b- Hình ảnh miếng vật liệu ma sát sau khi mài phẳng bề mặt hàn

Hình 6 là ảnh tổ chức mặt cắt ngang đế thép - vật liệu ma sát sau khi hàn. Từ hình thấy rằng, đế thép và vật liệu ma sát đã được liên kết bằng lớp hợp kim đồng. Độ bền của mối liên kết này lớn hơn độ bền của vật liệu ma sát. Điều này được chứng minh trên hình 7, khi thử nghiệm độ bền cắt giữa đế thép và miếng vật liệu ma sát, vị trí phá hủy xảy ra trong phần vật liệu ma sát, mà không xảy ra tại bề mặt hàn.



Hình 6: Cấu trúc mặt cắt ngang đế thép - vật liệu ma sát sau khi hàn; HVQH; tấm thực Nital



Hình 7: Hình ảnh thử nghiệm độ bền mối liên kết, lớp vật liệu ma sát bị kéo đứt.

Trên cơ sở các nghiên cứu về công nghệ chế tạo vật liệu và công nghệ liên kết vật liệu ma sát với đế thép, chúng tôi đã ứng dụng để chế tạo guốc hãm cho đầu máy tàu hoả D19E. Hình ảnh thử nghiệm được trình bày tại hình 8. Các kết quả theo dõi thử nghiệm trong suốt hơn 1 năm qua cho thấy, guốc hãm chế tạo theo công nghệ do Viện Khoa học vật liệu phát triển hoàn toàn đáp ứng các yêu cầu về khả năng phanh (phản ánh hệ số ma sát), độ bền cơ, tuổi thọ ngay cả khi tàu chạy với vận tốc cao trên tuyến vận tải Bắc - Nam. Chúng tôi cũng đã cung cấp được cho ngành đường sắt hàng nghìn guốc hãm với tuổi thọ tương đương nhưng giá rẻ hơn hàng nhập ngoại.



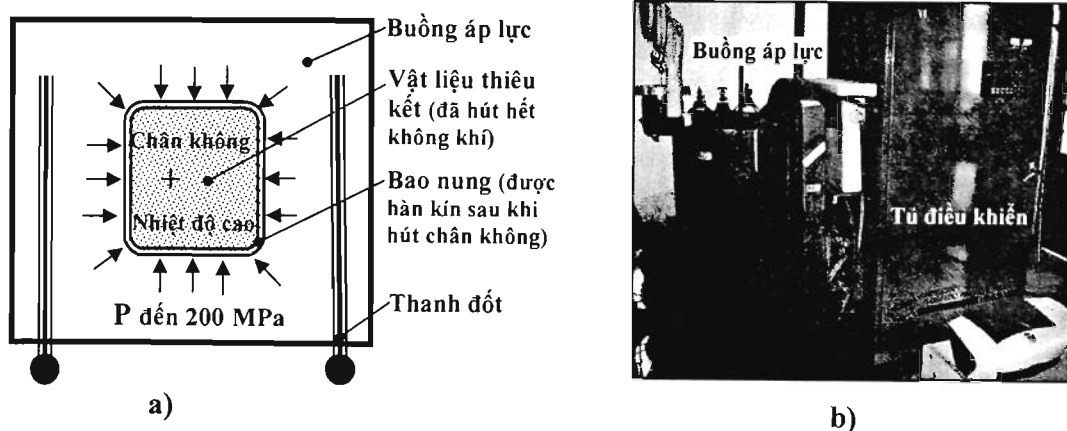
Hình 8: Hình ảnh bánh xe của đầu máy D19E và quả guốc hãm (a), hình ảnh đầu máy (b) và hình ảnh guốc hãm do Viện KHVL chế tạo lắp trên đầu máy để thử nghiệm (c)

2. Nghiên cứu chế tạo hợp kim cứng hệ WC/Co bằng công nghệ luyện kim bột tiên tiến – ép nóng đẳng tĩnh (HIP)

2.1. Giới thiệu về phương pháp ép nóng đẳng tĩnh và hợp kim cứng hệ WC/Co

Ép nóng thuộc nhóm kỹ thuật thiêu kết với sự trợ giúp của áp lực. Đây là những kỹ thuật tiên tiến trong LKB nhằm loại bỏ khuyết tật lỗ rỗng, đưa mật độ vật liệu về ngưỡng mật

độ của vật liệu đặc xít (full density). Có hai phương pháp thường được sử dụng: ép nóng trong khuôn (hot pressing) và ép nóng đẳng tĩnh (hot isostatic pressing- HIP). Sơ đồ nguyên lý ép nóng đẳng tĩnh và thiết bị ép nóng đẳng tĩnh tại Viện KHV L với áp lực ép có thể lên đến 2000 at và nhiệt độ nung đến 2000⁰C được trình bày trên hình 9.



Hình 9: Sơ đồ nguyên lý ép nóng đẳng tĩnh (a) và máy ép nóng đẳng tĩnh tại Viện KHV L (b)

Hợp kim cứng (HKC) hệ cacbit vonfram được chế tạo theo phương pháp luyện kim bột và đang được ứng dụng rất rộng rãi làm vật liệu cắt trong nhiều ngành công nghiệp. Cấu tạo của HKC bao gồm các hạt cacbit siêu cứng WC, tỷ phần từ 80 đến hơn 90% được dính kết bởi kim loại nền, thường là coban. Do nhiệt độ nóng chảy của WC cao hơn nhiều so với nhiệt độ nóng chảy của Co, nên HKC thường được thiêu kết ở nhiệt độ mà tại đó Co đã chảy lỏng. Mặc dù Co thấm ướt rất tốt lên bề mặt các hạt WC, song vẫn tồn tại những lỗ rỗng tế vi trong HKC, những lỗ rỗng này sẽ là những tâm xuất phát vết nứt trong quá trình sử dụng sau này. Các nghiên cứu mới nhất về hợp kim cứng đều tập trung nâng cao độ cứng, độ bền, độ dai và độ chịu mài mòn của hợp kim thông qua các con đường như: làm nhỏ mịn hạt WC đến kích thước vài trăm nanômet hoặc loại bỏ khuyết tật lỗ rỗng, tăng độ dai cho hợp kim bằng phương pháp thiêu kết chân không – ép nóng đẳng tĩnh bổ sung (sinter – plus HIP) [3].

Trong phần này, một số kết quả nghiên cứu bước đầu tại Viện KHV L trong việc xác định ảnh hưởng của ép nóng đẳng tĩnh đến tính chất của HKC được trình bày và bàn luận.

2.2. Kết quả thực nghiệm

Bột WC có kích thước từ 4 đến 10 μm được nghiền trộn với bột Co kim loại có kích thước từ 1 đến 3 μm trong máy nghiền bi. Tỷ lệ WC: Co được tính toán trước để đạt thành phần hợp kim WC-8%Co và WC-10%Co. Thời gian nghiền là 48 giờ, trước khi nghiền 2% parafin được cho vào máy nghiền để hỗ trợ quá trình ép. Tiếp theo, hỗn hợp nghiền được sấy khô trong chân không và rây tạo hạt trước khi ép. Mẫu ép 6x6x30 mm được thiêu kết sơ bộ 1 giờ trong môi trường H₂, sau đó được thiêu kết trong thiết bị ép nóng đẳng tĩnh. Các mẫu sau khi thiêu kết được mài bóng bề mặt, xác định mật độ và đo độ bền uốn theo tiêu chuẩn ASTM. Độ cứng Hv được đo trên mẫu 6x6x5 mm, bề mặt đo được mài bóng bằng bột kim cương, kích thước vết lõm và chiều dài các vết nứt xuất hiện tại các góc của vết lõm hình chóp được đo trên kính hiển vi quang học. Đường cong từ hoá được đo trên mẫu có kích thước 2x2x2 mm cắt ra từ vùng vật liệu ở tâm và ở cạnh của mẫu khối. Kích thước hạt và đặc điểm cấu trúc của hợp kim được quan sát và chụp ảnh trên SEM.

Ảnh hưởng của ép nóng đẳng tĩnh đến cơ tính của hợp kim

Bảng 1 là thành phần và một số thông số cơ tính của các mẫu thiêu kết với các chế độ ép nóng đẳng tĩnh khác nhau. Ngoài độ cứng Hv và độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ASTM, độ dai của hợp kim được tính theo phương pháp Palmqvist [4].

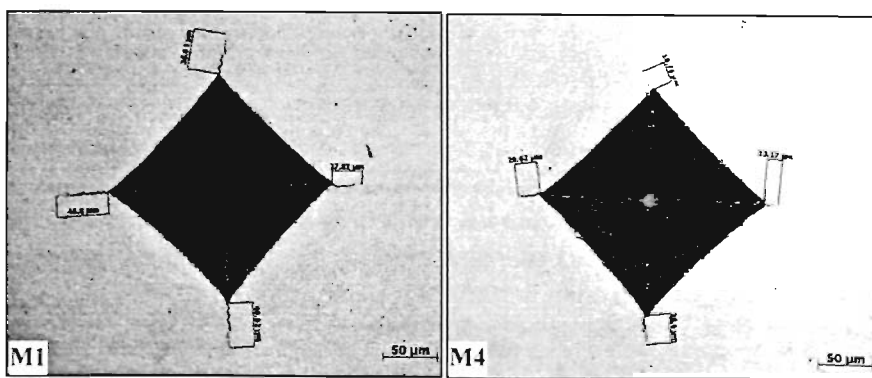
$$K_{IC} = 0,0889(H.P/L)^{1,2} \text{ [MPa.m}^{1/2}\text{]}$$

Trong đó: H là độ cứng Hv₃₀; P là tải trọng đo độ cứng; L là tổng chiều dài các vết nứt xuất hiện tại các cạnh của vết lõm.

Bảng 1: Thành phần, chế độ thiêu kết và tính chất cơ của mẫu nghiên cứu

Mẫu	Thành phần hợp kim	Chế độ thiêu kết	Mật độ (kg.dm ³)	Độ cứng Hv ₃₀ (kgf.mm ²)	Độ bền uốn (MPa)	Độ dai (MPa.m ^{1/2})
M1	WC-10%Co	1,5 h 1400 ⁰ C; chân không	14,68	1293	187,5	14,9
M2	WC-8%Co	1 h 1400 ⁰ C; chân không - 0,5 h 1400 ⁰ C; P = 5 atm	14,75	1333	198,3	16,0
M3	WC-8%Co	1 h 1400 ⁰ C; chân không - 0,5 h 1400 ⁰ C; P = 50 atm	14,78	1335	203,6	16,8
M4	WC-10%Co	1 h 1400 ⁰ C; chân không - 0,5 h 1400 ⁰ C; P = 500 atm	14,70	1295	227,0	19,1

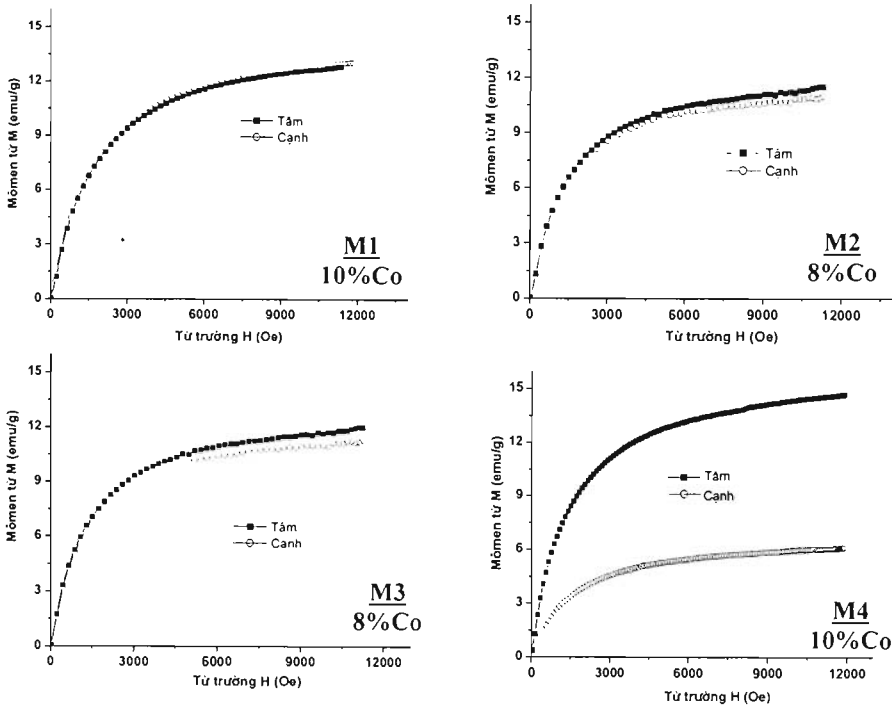
Từ bảng 1 thấy rằng, đối với các mẫu có cùng thành phần Co, khi tăng áp lực ép nóng đẳng tĩnh, độ bền uốn và độ dai tăng, trong khi mật độ và độ cứng tăng không đáng kể. Cụ thể, so sánh cặp mẫu có cùng thành phần Co M1 với M4 thấy rằng, độ bền uốn tăng 21%, độ dai tăng 28% khi tăng áp lực ép nóng đẳng tĩnh lên 500 lần, từ 0 lên 500 atm. Ở cặp mẫu M2 và M3, khi tăng áp lực ép nóng đẳng tĩnh lên 10 lần, từ 5 at lên 50 atm, độ bền uốn và độ dai tăng không đáng kể với giá trị tuyệt đối tương ứng là 2.6% và 5%. Mặc dù theo thành phần Co, hợp kim WC-8%Co phải có độ dai thấp hơn hợp kim WC-10%Co. Tuy nhiên do ảnh hưởng của ép nóng đẳng tĩnh, nên độ dai của mẫu M2 và M3 vẫn cao hơn của mẫu M1 tương ứng là 7,8 và 12,7%. Như vậy có thể kết luận rằng, độ dai của HKC hệ WC/Co tăng tỷ lệ thuận với áp lực ép nóng đẳng tĩnh. Hình ảnh vết nứt của mẫu M1 và M4 trên hình 10 cho thấy, chiều dài các vết nứt của mẫu M4 (áp lực 500 atm) ngắn hơn nhiều so với chiều dài các vết nứt của mẫu M1 khi không ép nóng đẳng tĩnh.



Hình 10: Hình ảnh vết lõm và các vết nứt của mẫu M1 và M4: HV₃₀QH

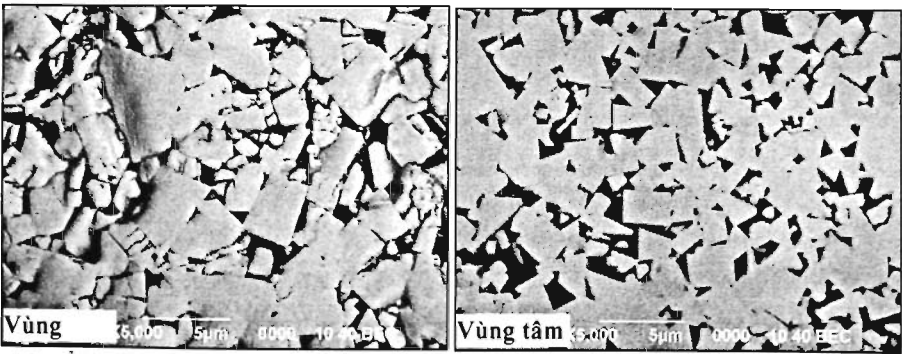
Ảnh hưởng của ép nóng đẳng tĩnh đến phân bố của coban và kích thước hạt WC

Vì Co là kim loại sắt từ, nên từ độ bão hoà của mẫu hợp kim WC/Co phản ánh hàm lượng Co có trong mẫu. Đường cong từ hoá đối với vùng vật liệu ở tâm và vùng vật liệu ở cạnh của 4 mẫu nghiên cứu được trình trên hình 11.



Hình 11: Đường cong $M(H)$ đối với vùng ở tâm và cạnh của các mẫu M1, M2, M3 và M4

Các đường cong từ hoá cho thấy, đối với mẫu M1 không qua xử lý bằng ép nóng đẳng tĩnh, đường cong từ hoá của mẫu đại diện cho vùng vật liệu ở tâm và vùng vật liệu ở cạnh mẫu gần như trùng nhau. Điều này chứng tỏ, không có sự khác biệt trong phân bố của Co giữa vùng vật liệu ở tâm và vùng vật liệu ở rìa mẫu. Khi tăng áp lực lên 5 atm và 50 atm, đường cong từ hoá của các mẫu M2 và M3 đối với vùng vật liệu ở tâm và vùng vật liệu ở cạnh mẫu đã có sự khác biệt nhưng không nhiều. Tuy nhiên, khi áp lực ép tăng lên 500 atm (mẫu M4), đường cong từ hoá của vùng vật liệu ở tâm và vùng vật liệu ở cạnh đã có sự khác biệt rất lớn. Từ độ bão hoà của vùng vật liệu ở tâm ($M_s^{tâm} = 14,7$ emu/g) cao hơn nhiều so với từ độ bão hoà của vùng vật liệu ở cạnh ($M_s^{cạnh} = 6,0$ emu/g). Như vậy có thể kết luận, đối với mẫu M4, hàm lượng Co ở tâm mẫu lớn hơn hàm lượng Co ở cạnh mẫu. Điều này còn được khẳng định qua ảnh SEM chụp vùng tâm mẫu và cạnh mẫu M4 trên hình 12.



Hình 12: Ảnh SEM (tán xạ ngược) của vùng cạnh và vùng tâm mẫu M4 (màu đen là Co)

Nguyên nhân dẫn đến hiện tượng nêu trên có thể là do áp lực ép đã đẩy coban lỏng vào trong tâm mẫu trong quá trình ép nóng đẳng tĩnh. Chính điều này cũng làm cho các hạt WC trong vùng tâm mẫu được cách ly bởi Co lỏng, không tiếp xúc với nhau, làm ngăn cản quá trình thô hoá hạt WC. Vì vậy, trên hình 12 còn thấy, kích thước hạt WC tại vùng tâm nhỏ hơn so với kích thước hạt WC tại vùng rìa cạnh mẫu. Ảnh SEM của các mẫu hợp kim còn cho thấy, ép nóng đẳng tĩnh loại bỏ hoàn toàn khuyết tật lỗ rỗng tạo ra trong quá trình thiêu kết.

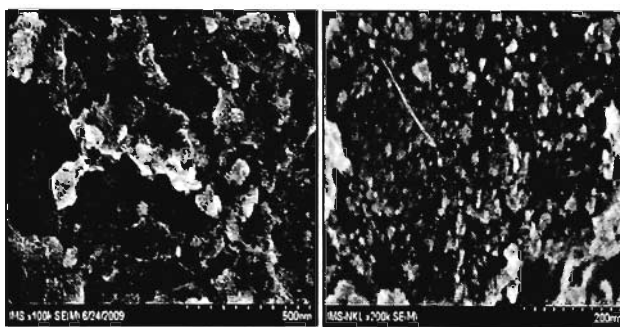
Tóm lại, ép nóng đẳng tĩnh sẽ làm tăng độ bền uốn và độ dai của hợp kim cứng hệ WC/Co. Tại giá trị áp lực là 500 atm, khuyết tật lỗ rỗng trong hợp kim được loại bỏ hoàn toàn. Tuy nhiên, vùng vật liệu ở tâm sẽ chứa nhiều Co hơn vùng cạnh rìa mẫu và kích thước hạt WC tại vùng tâm cũng nhỏ hơn tại vùng cạnh.

3. Nghiên cứu chế tạo thép chứa các hạt vô cơ phân tán mịn (ODS- steel) bằng kỹ thuật hợp kim hoá cơ học và ép nóng

Phương pháp hợp kim hoá cơ học (mechanical alloying - MA) được phát minh trong phòng thí nghiệm năm 1968. Kể từ đó đến nay, phương pháp này đã phát triển mạnh và được ứng dụng để chế tạo nhiều loại vật liệu với tính năng đặc biệt mà những phương pháp chế tạo thông thường không thể đáp ứng được. Kỹ thuật MA cho phép tạo ra được các loại hợp kim giữa các cấu tử không hoà tan lẫn nhau bằng cách nghiền cơ năng lượng cao, tạo ra sự phân tán siêu mịn của chất này trong chất kia. Trong đó, thép crôm được hoá bền bằng các hạt ôxit phân tán mịn (oxide dispersion strengthened ODS-steel) đang được nhiều phòng thí nghiệm quan tâm. Hướng nghiên cứu này được bắt đầu triển khai tại Viện KHVL dưới dạng đề tài KHCN cấp Viện KH&CN Việt Nam giai đoạn 2009-2010. Dưới đây là một số kết quả ban đầu của đề tài.

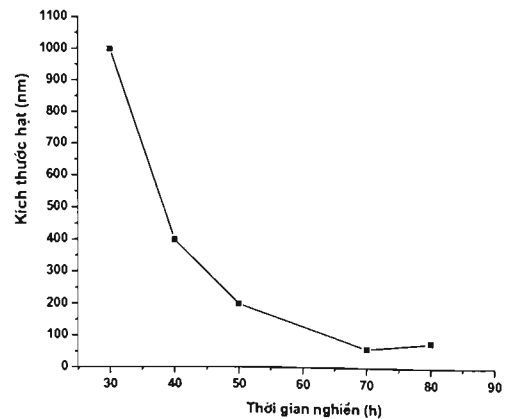
Ảnh hưởng của thời gian nghiền đến kích thước bột sau nghiền

Bột thép SUS 410 và Y_2O_3 được nghiền riêng biệt, sau đó được nghiền chung trong máy nghiền hành tinh QM-2SP12-CL để tạo ra sự phân tán siêu mịn của ôxit Y_2O_3 trong thép nên có thành phần 13%Cr. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của kích thước bột sau nghiền (thép+ 1% Y_2O_3) đến thời gian nghiền được trình bày trên hình 13.



a)

b)



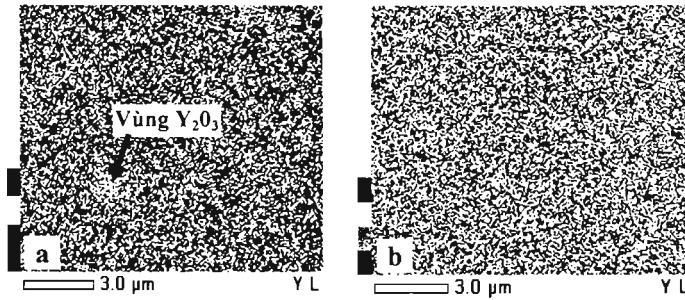
c)

Hình 13: Ảnh SEM mẫu bột nghiền 30 h (a), 70 h (b) và sự phụ thuộc của kích thước hạt vào thời gian nghiền (c)

Từ hình thấy rằng, đối với hệ máy nghiền sử dụng cho thí nghiệm, kích thước hạt đạt khoảng 100 nm khi thời gian nghiền là 70 giờ. Vượt quá thời gian này, kích thước hạt lại có xu hướng tăng lên do hiệu ứng của quá trình tụ đám.

Ép nóng tạo khối vật liệu sau nghiền và phân bố của ôxit Yttrium trong mẫu khối

Để chế tạo vật liệu khối từ hỗn hợp bột nghiền, đề tài đã sử dụng hai công nghệ thiêu kết là ép nóng trong khuôn và ép nóng đẳng tĩnh. Phổ EDX chế độ mapping đã được sử dụng để khảo sát sự phân bố của ôxit Yttrium trong vật liệu sau khi tạo khối. Kết quả trên hình 14 cho thấy, đối với mẫu tổng hợp từ bột nghiền 70 h, Y_2O_3 đã phân tán mịn trong nền thép. Trong khi đối với mẫu tổng hợp từ bột nghiền 30 giờ, ôxit Y_2O_3 vẫn có kích thước từ 1 đến 3 μm .



Hình 14: Ảnh SEM-EDX chế độ mapping theo nguyên tố Yttrium; mẫu khối chế tạo từ bột nghiền 30 h (a) và từ bột nghiền 70 h (b)

Từ các kết quả nghiên cứu ban đầu có thể khẳng định, hướng công nghệ của đề tài là khả thi trong điều kiện trang thiết bị hiện có tại Viện KHVL. Các mẫu vật liệu khối tạo từ bột nghiền 70 h đã đạt được sự phân tán mịn của ôxit Yttrium trong nền thép.

III. KẾT LUẬN

Chúng tôi đã sử dụng 3 loại kỹ thuật trong công nghệ luyện kim bột để chế tạo một số vật liệu kim loại có tính năng đặc biệt. Trong đó, vật liệu ma sát tổ hợp kim loại - gốm được chế tạo bằng kỹ thuật luyện kim bột truyền thống. Đã phát triển được thành phần vật liệu và công nghệ chế tạo riêng biệt đối với vật liệu ma sát thiêu kết định hướng ứng dụng làm guốc phanh cho tàu hỏa. Đã ứng dụng các kết quả nghiên cứu để chế tạo guốc hãm cho đầu máy D19E với tính chất ma sát đạt yêu cầu của ngành đường sắt. Tuổi thọ guốc hãm do Viện Khoa học vật liệu chế tạo đạt tới 44.000 km/lần thay.

Đã sử dụng phương pháp ép nóng đẳng tĩnh bổ sung để nâng cao cơ tính của hợp kim cứng hệ WC/Co. Ở chế độ ép nóng đẳng tĩnh: áp lực ép 500 atm, thời gian ép 30 phút, nhiệt độ ép là 1400⁰C, độ bền uốn và độ dai của hợp kim WC-10%Co tăng 21 và 28% so với hợp kim không qua xử lý bằng ép nóng đẳng tĩnh. Đã phát hiện ra hiện tượng Co bị dồn vào tâm vật ép khi ép nóng đẳng tĩnh ở áp lực cao, làm cho vùng tâm mẫu giàu Co và vùng rìa cạnh mẫu nghèo Co hơn.

Đã sử dụng phương pháp hợp kim hoá cơ học kết hợp với ép nóng để chế tạo thép crôm hoá bền bằng các hạt ôxit phân tán mịn. Đã xác định được thời gian nghiền cần thiết để ôxit Yttrium phân tán mịn trong mẫu khối sau khi ép nóng là 70 giờ.

Lời cảm ơn

Các tác giả xin chân thành cảm ơn GS.VS. Nguyễn Văn Hiệu, Hội đồng Khoa học ngành khoa học vật liệu, Lãnh đạo và các phòng trực thuộc Viện KHVL đã ủng hộ, giúp đỡ chúng tôi thực hiện các nghiên cứu và triển khai ứng dụng trong lĩnh vực vật liệu kim loại.

TÀI LIỆU THAM KHẢO:

1. German R. M., "*Powder Metallurgy Science*", MPIF, Princeton, New Jersey USA (1994)
2. Blau P.J., "*Compositions, Function, and Testing of Friction Brake Materials and Their Additives*", Prepared by Oak Ridge National Laboratory (2001)
3. Upadhyaya A., Sarathy D., Wagner G., "*Advances in sintering of hard metals*", Materials and design, 22 (2001)
4. Spiegler R., Schmauder S. and Sigl L., "*Fracture Toughness Evaluation of WC-Co Alloy by Indentation Testing*", Journal of Hard Materials, Vol.1, No.3 (1990)