

# NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO HỖN HỢP BỘT BAN ĐẦU CHO HỢP KIM NẶNG HỆ TÁM NGUYÊN

## W90 (Fe + Ni + Cr + Mn + C + Mo + Si)10

TRẦN BÁ HÙNG, TRẦN SĨ KHÁNG, TRƯƠNG NGỌC THẠNH, VŨ LÊ HOÀNG

### I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hợp kim nặng (HKN) là loại vật liệu có khối lượng riêng, độ cứng, độ bền cao. HKN được ứng dụng trong các lĩnh vực: Làm máng dẫn nhiệt trong lò phản ứng hạt nhân, màn chắn phóng xạ, khối cân bằng động trong máy bay và tàu thủy, loa phụt động cơ tên lửa và làm lõi đạn xuyên. Nghiên cứu chế tạo HKN ngày nay được tiến hành theo nhiều hướng khác nhau nhằm tạo ra các tính chất đặc biệt và hạ giá thành sản phẩm. HKN ở nước ta được nghiên cứu trong vài năm gần đây với mục đích làm lõi đạn xuyên có tính năng đặc biệt thay cho lõi đạn xuyên từ uranium nghèo. Một số kết quả nghiên cứu mới đây về HKN trên thế giới thể hiện ở [1 - 3]. Trong [4 - 6] đã công bố các kết quả nghiên cứu HKN hệ cơ điển tại Viện Công nghệ - BQP. Trong [7 - 12] đã công bố một số kết quả nghiên cứu một số mác HKN có tính năng đặc biệt trên cơ sở W với “pha nền” là Fe được hóa bền bằng Ni, Co, Ti, Mo, Al. Trong [13] trình bày kết quả nghiên cứu HKN trên cơ sở W với “pha nền” là Fe hóa bền bằng Cr, Ni, Mn, Si, Mo, C.

Trong bài báo này trình bày kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian nghiền đến độ đồng đều, kích thước hạt và khả năng hợp kim hoá của hỗn hợp bột ban đầu cho HKN hệ tám nguyên W90 (Fe + Ni + Cr + Mn + C + Mo + Si)10 bằng phương pháp li tâm hành tinh năng lượng cao và các biến đổi hoá lý xảy ra trong quá trình nghiền trộn.

### II. THỰC NGHIỆM CHUẨN BỊ HỖN HỢP BỘT

#### 1. Thiết bị nghiền trộn

Hỗn hợp được nghiền trộn bằng máy nghiền li tâm hành tinh (LTHT) do Viện Công nghệ chế tạo. Máy có các thông số kỹ thuật sau:

- Tốc độ quay của máy  $\omega_2 = 800$  v/phút.
- Tốc độ quay của bình nghiền  $\omega_1 = 400$  v/phút.
- Thể tích bình nghiền có thể nghiền 2000 g bột.
- Máy có chương trình hẹn giờ.

#### 2. Thiết bị kiểm tra

- Máy phân tích thành phần pha: SIEMENS D5000, X-Ray Lab. Viện KHV, Trung tâm KHTN & CNQG.

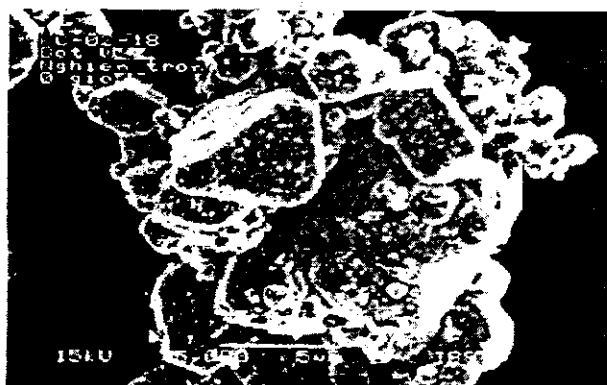
- Máy quang phổ phát xạ nguyên tử ARL3460 của hãng FISONS (Thụy Sĩ) của Viện Công nghệ - Bộ CN dùng để phân tích thành phần nguyên tố của các thỏi HKTG.

- Các máy phân tích đánh giá độ đồng đều phối liệu: Kính hiển vi điện tử của Viện KH VL XD và của Trường ĐH QG Hà Nội (Operator: CMS - VNU - HN).

- Máy phân tích cỡ hạt bằng phương pháp quang sa lắng.
- Kính hiển vi quang học của Viện Công nghệ - Bộ QP dùng để phân tích tổ chức.
- Phương pháp hoá phân tích để phân tích % các nguyên tố trong các vị trí khác nhau của hỗn hợp bột HKN

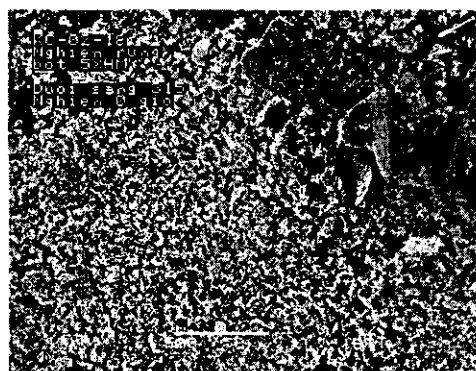
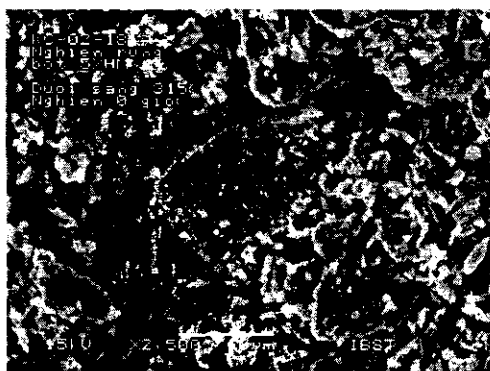
### 3. Vật liệu ban đầu

Chuẩn bị hỗn hợp bột ban đầu cho HKN được thực hiện bằng phương pháp nghiền trộn giữa “pha nền” và “pha cốt”. Pha cốt là bột Vonfram được chuẩn bị theo công nghệ của nhà máy Z113, với độ tinh khiết 99,8% và cỡ hạt từ 0-10  $\mu\text{m}$  (hình 1).



Hình 1. Cỡ hạt W sau hoàn nguyên

“Pha nền” là bột hợp kim trung gian (HKTG) có thành phần  $\text{Fe}_{95}(\text{Cr} + \text{Ni} + \text{Mn} + \text{Si} + \text{Mo} + \text{C})_5$ , có cỡ hạt ban đầu 0 - 315  $\mu\text{m}$  (hình 2).



Hình 2. Bột hợp kim trung gian làm “pha nền”

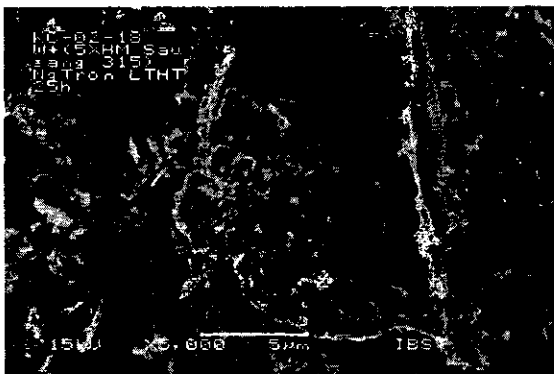
a. Phóng đại 2500 lần; b. Phóng đại 500 lần

## III. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

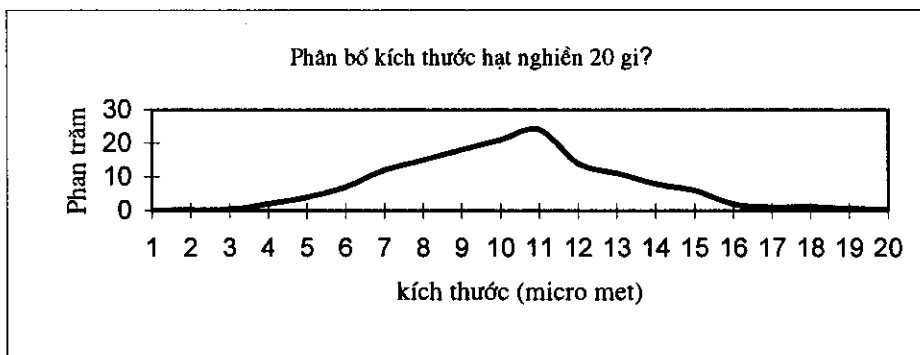
Kết quả nghiên cứu độ đồng đều hoá thành phần và cấp hạt được xác định bằng phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử (SEM) và quang sa lắng.

Qua hình 4 (ảnh SEM) cho thấy cỡ hạt trung bình của bột HKN vào khoảng 12  $\mu\text{m}$ . Hạt lớn nhất là 20  $\mu\text{m}$ , hạt bé nhất có thể nhìn thấy được là dưới 1  $\mu\text{m}$ . Qua hình 5 cho thấy sự phân bố

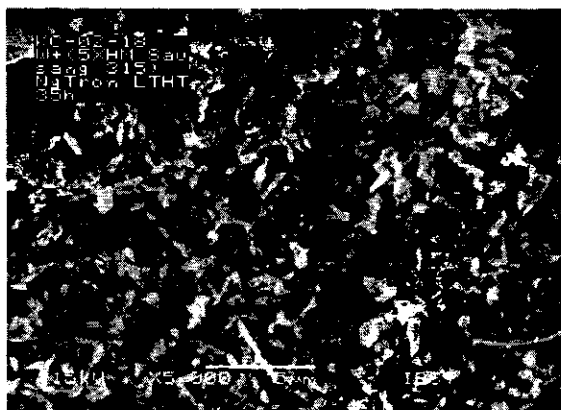
hạt bột như sau: Loại bột có kích thước từ 3 – 8  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 20 - 25%. Loại có kích thước hạt từ 8 – 12  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 50 - 60%.



Hình 4. Hỗn hợp bột W90(HK TG)10 sau thời gian nghiền trộn 20 giờ



**Hình 5. Phổ phân bố hạt của hỗn hợp bột HKN W90(HKTG)10 theo phương pháp quang sa lắng (PPQSL)**

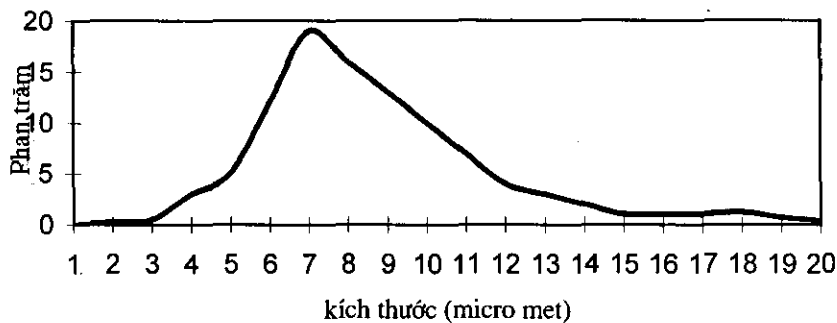


Hình 6. Hỗn hợp bột W90(HKTG)10 sau thời gian nghiền trộn 35 giờ

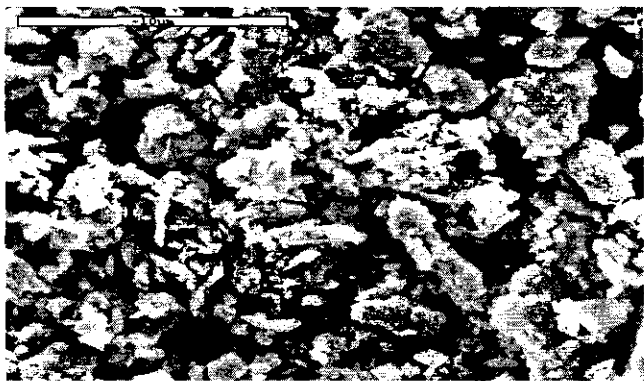
Loại bột có kích thước từ 12  $\mu\text{m}$  - 20  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 15% - 20%. Theo kết quả của PPQSL cho cỡ hạt trung bình là 11,3  $\mu\text{m}$  (hình 13). Qua hình 6 (ảnh SEM) cho thấy cỡ hạt trung bình của bột HKN vào khoảng 5  $\mu\text{m}$ , hạt lớn nhất là 7  $\mu\text{m}$ . Các pha đã phân bố tương đối đồng

đều trong hỗn hợp bột HKN W90(HKTG)10 khi nghiền trộn trên máy li tâm hành tinh 35 giờ trở lên. Qua hình 7 thấy sự phân bố hạt bột như sau: Loại bột có kích thước từ 3-8  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 50% - 60%. Loại có kích thước hạt từ 8  $\mu\text{m}$  - 12  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 30% - 40%. Loại bột có kích thước từ 12  $\mu\text{m}$  - 20  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 5% - 10%. Và theo kết quả của PPQSL cho cỡ hạt trung bình là 7,4  $\mu\text{m}$  (hình 13).

Phân bố kích thước hạt nghiền 35 giờ

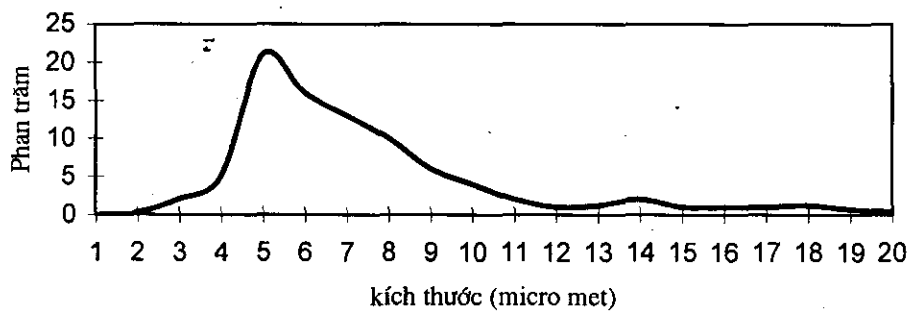


Hình 7. Phổ phân bố hạt của hỗn hợp bột W90(HKTG)10



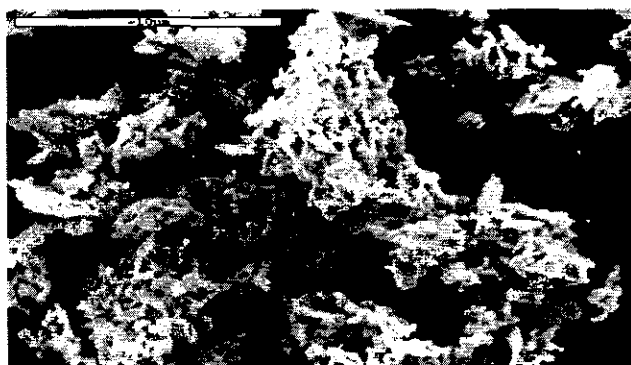
Hình 8. Hỗn hợp bột W90(HKTG)10 sau thời gian nghiền trộn 50

Phân bố kích thước hạt nghiền 50 giờ

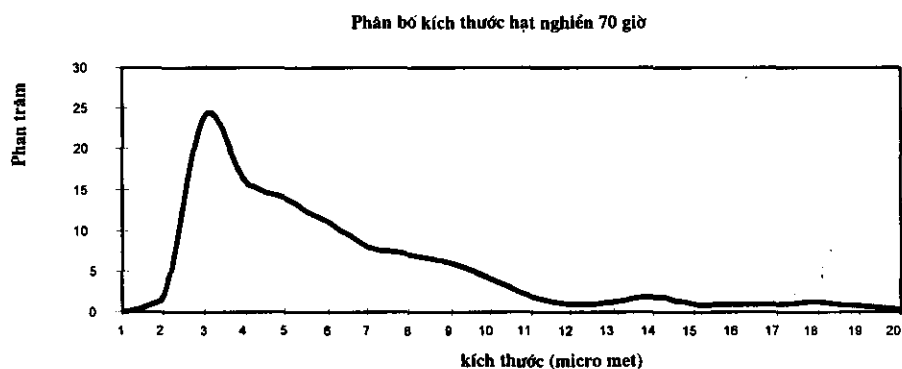


Hình 9. Phổ phân bố hạt của hỗn hợp bột W90(HKTG)10

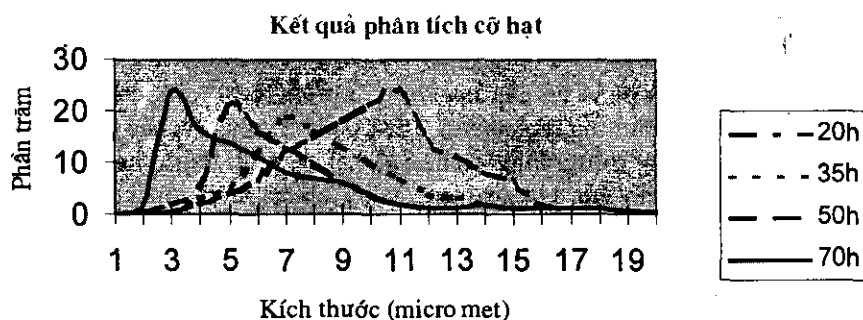
Qua hình 8 (ảnh SEM) cho thấy cỡ hạt trung bình của bột HKN vào khoảng vài  $\mu\text{m}$ , hạt lớn nhất là 5  $\mu\text{m}$ . Qua hình 9 thấy sự phân bố hạt bột như sau: Loại bột có kích thước từ 2  $\mu\text{m}$  - 8  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 80% - 90%. Loại có kích thước hạt từ 8  $\mu\text{m}$  - 12  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 10% - 15%. Loại bột có kích thước từ 12  $\mu\text{m}$  - 20  $\mu\text{m}$  chiếm khoảng 5% - 10% và theo kết quả của PPQSL cho cỡ hạt trung bình là 5,7  $\mu\text{m}$  (hình 13).



Hình 10. Hỗn hợp bột W90(HKTG)10 sau thời gian nghiền trộn 70 giờ

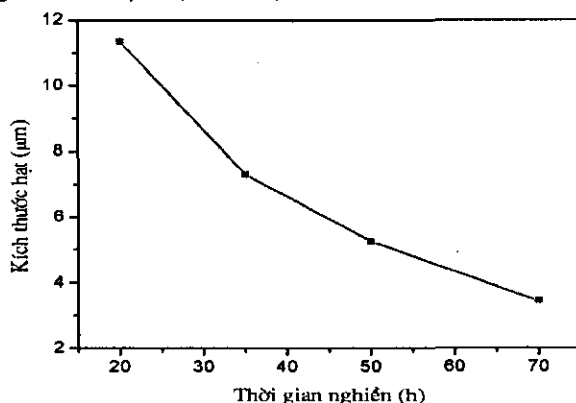


Hình 11. Phổ phân bố hạt của hỗn hợp bột W90(HKTG)10



Hình 12. Kết quả phân tích cỡ hạt

Qua hình 10 (ảnh SEM) cho thấy cỡ hạt trung bình của bột HKN là khoảng  $1\text{ }\mu\text{m}$ , Hạt lớn nhất là  $2\text{ }\mu\text{m}$ . Qua hình 11 thấy sự phân bố hạt bột như sau: Loại có kích thước hạt từ  $8\text{ }\mu\text{m}$  -  $12\text{ }\mu\text{m}$  chiếm khoảng 10% - 15%. Loại bột có kích thước từ  $1\text{ }\mu\text{m}$  -  $8\text{ }\mu\text{m}$  chiếm khoảng 80% - 90%. Loại bột có kích thước từ  $12\text{ }\mu\text{m}$  -  $20\text{ }\mu\text{m}$  chiếm khoảng 5% - 10% và theo kết quả của PPQSL cho cỡ hạt trung bình là  $4\text{ }\mu\text{m}$  (hình 13).



Hình 13. Kích thước trung bình của hỗn hợp bột thay đổi theo thời gian nghiền

Sự khác biệt giữa hai phương pháp phân tích về kích thước hạt bột HKN cho thấy:

1. Phương pháp SEM cho hình dạng và kích thước của các loại hạt. Độ đồng đều hoá thành phần giữa “pha nền” và “pha cốt”. Phương pháp SEM cho biết cơ chế làm nhỏ hạt của “pha nền” và “pha cốt” như sau:

- Hạt W (pha cốt) có hình dáng đa diện màu tối, chiếm tỉ lệ lớn trong hỗn hợp bột. Các hạt này sau nghiền có cạnh sắc. Giữa hạt lớn W có các vết nứt. Điều này chứng tỏ các hạt W bị vỡ giòn trong quá trình nghiền.

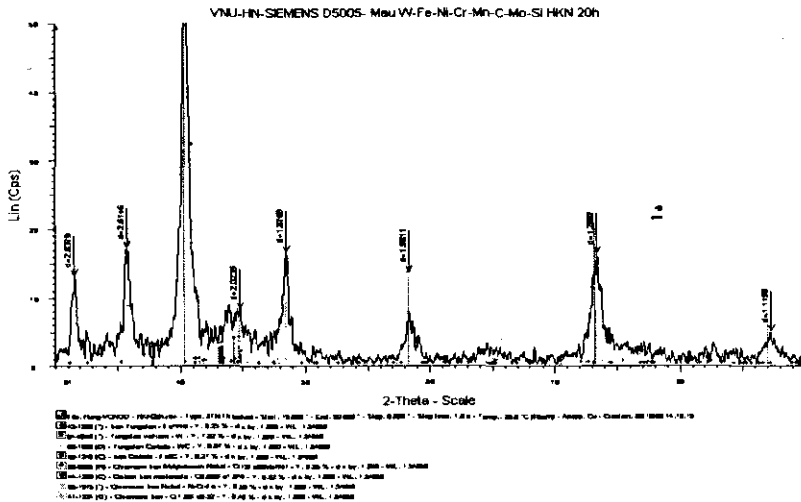
- Các hạt HKTG có màu sáng, hình kim, hình lá. Như vậy các hạt HKTG này bị xé nhỏ ra từ các tấm HKTG sau khi bị biến dạng dẻo. Điều này đúng với cơ chế làm nhỏ hạt trong công trình của các tác giả [8, 9]. Trong quá trình nghiền, các lệch mạng trong các hạt HKTG dịch chuyển và phát triển. Khi lệch đi qua các chướng ngại sẽ tạo thành các vòng lệch bao quanh các chướng ngại đó. Các chướng ngại này là các liên kim đã được hình thành do tương tác hoá lý giữa Fe với các nguyên tố hoá bền. Mật độ lệch tăng lên theo thời gian nghiền. Khi lệch quá bão hoà, trong hạt HKTG sẽ có các vết nứt tế vi được hình thành. Các vết nứt tế vi sẽ phát triển và “nuốt” lẫn nhau để tạo thành các vết nứt lớn. Các vết nứt lớn sẽ phân chia hạt HKTG thành nhiều hạt nhỏ. Đây là cơ chế làm nhỏ hạt HKTG trong máy LTHT năng lượng cao.

2. PPQSL cho thấy sự phân bố cấp hạt trong bột HKN và kích thước trung bình. Kết quả phân tích kích thước bằng phương này so với SEM có khác nhau vì các lí do sau: Trong PPQSL khi các hạt bột chuyển động trong dung dịch. Các hạt có kích thước bé bị dính lên hạt có kích thước lớn càng làm cho ảnh của chúng trong vùng chiếu sáng lớn hơn kích thước thực của chúng. Có một số hạt bé đồng thời cùng chuyển động với hạt lớn nên bị hạt lớn che khuất. Do đó ta thấy trên phổ PPQSL nhận được số lượng hạt có kích thước lớn chiếm tỷ lệ cao hơn so với PP SEM.

## 2. Kết quả phân tích thành phần pha bằng phương pháp XRD

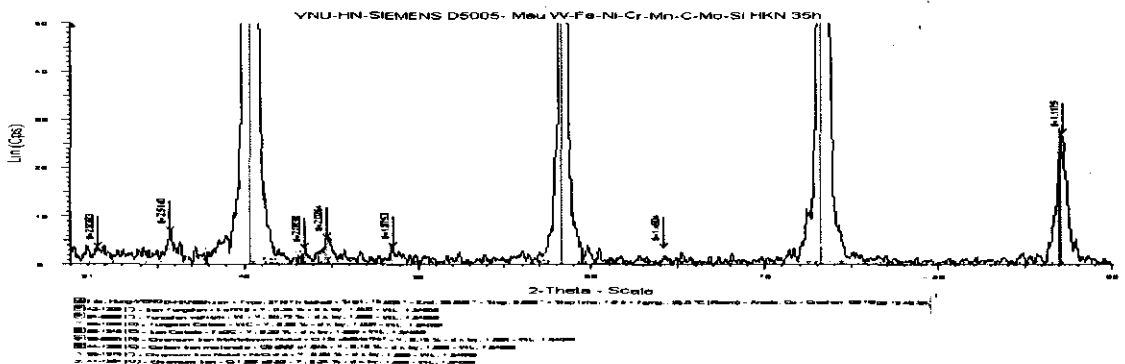
Kết quả phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ röntgen của hỗn hợp bột HKN sau thời gian nghiền trộn 20h (hình 14) cho thấy thành phần pha chủ yếu là W, sau đó là đến WC,  $\text{F}_2\text{C}$ , Cr-Fe-

Ni và một số pha khác có hàm lượng rất nhỏ như  $\text{Cr}_{12}\text{Fe}_{32}\text{Mo}_7\text{Ni}$ ,  $\text{C}_{0.055}\text{Fe}_{1.945}$ ,  $\text{Cr}_{1.36}\text{Fe}_{1.52}$ ,  $\text{W}_7\text{Fe}_6$ . Như vậy trong quá trình nghiền đã xuất hiện pha mới WC và  $\text{W}_7\text{Fe}_6$ . Pha WC tạo thành có thể là do trong quá trình nghiền thành bình và bi hợp kim cứng thô ra. Pha  $\text{W}_7\text{Fe}_6$  xuất hiện chứng tỏ khả năng đã xảy ra quá trình hợp kim hoá cơ học trong khi nghiền.



Hình 14. XDR của hỗn hợp bột HKN sau nghiền 20 giờ

Kết quả phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ rơnghen của hỗn hợp bột HKN sau thời gian nghiền trộn 35 giờ (hình 15) cho thấy số lượng các pha so với hỗn hợp bột nghiền 20 giờ không có gì thay đổi, nhưng tỉ lệ giữa các pha có thay đổi chút ít. Trong đó pha WC giảm xuống và pha  $\text{W}_7\text{Fe}_6$  tăng lên.



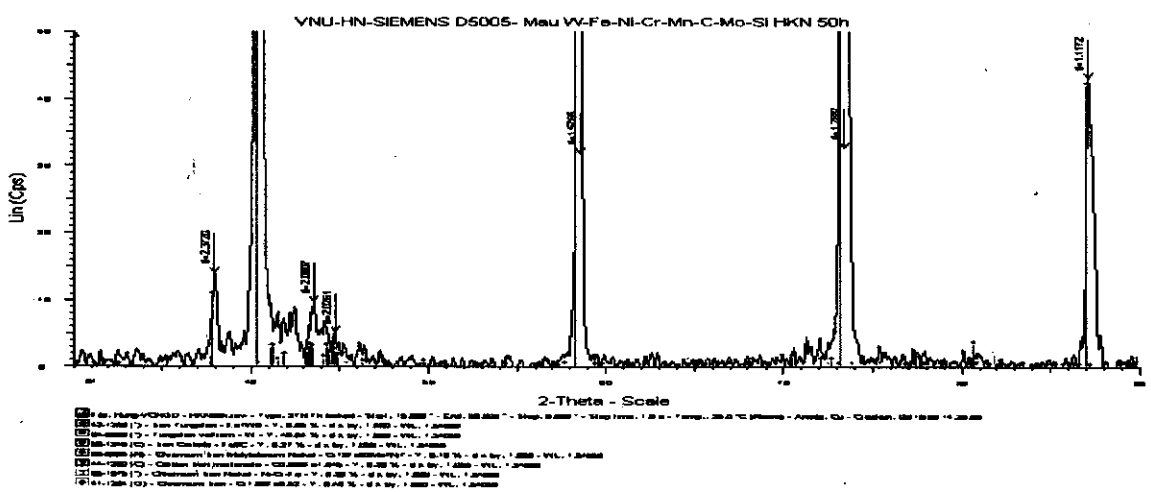
Hình 15. XDR của hỗn hợp bột HKN sau nghiền 35 giờ

Kết quả phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ Rơnghen của hỗn hợp bột HKN sau thời gian nghiền trộn 50 giờ (hình 16) cho thấy thành phần pha, quy luật thay đổi tỉ lệ giữa các pha đã được phát hiện khi nghiền cấu hỗn hợp bột nghiền 20 giờ và 35 giờ là hoàn toàn phù hợp. Với bột nghiền 50 giờ, hàm lượng pha  $\text{W}_7\text{Fe}_6$  tăng vọt và pha WC còn lại hầu như không đáng kể.

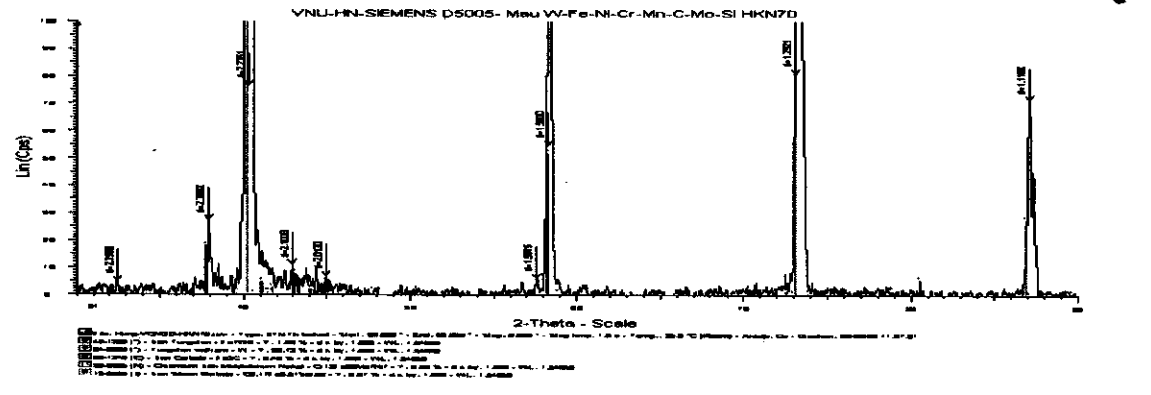
Kết quả phân tích bằng PP XDR của hỗn hợp bột HKN sau thời gian nghiền trộn 70 giờ (hình 17) cho thấy những nhận xét trên là hoàn toàn chính xác:

- Quá trình hợp kim hoá cơ học tạo thành  $W_7F_6$  xảy ra khá sớm, nhưng hàm lượng đáng kể phải từ thời gian nghiền 50 giờ trở lên.

- Trong thời gian đầu của quá trình nghiền có xuất hiện pha WC do thành bình và bi thôi ra, nhưng với thời gian nghiền trên 50 giờ thì pha WC không còn nữa. Điều đó có thể được giải thích là: Pha WC có độ cứng cao nhưng giòn, Trong quá trình va đập với bi nghiền các hạt WC bị vỡ nhỏ và bị phân hủy. Cacbon của WC tác dụng với Fe để tạo thành  $Fe_2C$  và với các nguyên tố hoá bền khác trong bột HKN



Hình 16. XDR của hỗn hợp bột HKN sau nghiền 50 giờ



Hình 17. XDR của hỗn hợp bột HKN sau nghiền 70 giờ

#### IV. KẾT LUẬN

##### Độ đồng đều hoá thành phần

Độ đồng đều hoá thành phần bột HKN bằng nghiền li tâm hành tinh đạt sau 35 giờ nghiền trộn.

##### Kích thước hạt theo thời gian nghiền

Kích thước hạt theo thời gian nghiền của hỗn hợp bột HKN sau 20 giờ đạt cấp hạt trung bình là 12  $\mu\text{m}$ .

Kích thước hạt theo thời gian nghiền của hỗn hợp bột HKN sau 35 giờ đạt cấp hạt trung bình 5  $\mu\text{m}$ .

Kích thước hạt theo thời gian nghiền của hỗn hợp bột HKN sau 50 giờ đạt cấp hạt trung bình 1 - 2  $\mu\text{m}$ .

Kích thước hạt theo thời gian nghiền của hỗn hợp bột HKN sau 70 giờ đạt cấp hạt trung bình 1  $\mu\text{m}$ .

### *Thành phần pha*

Trong quá trình nghiền trộn đã xảy ra quá trình hợp kim hoá bằng cơ học và pha mới được tạo thành là  $\text{W}_7\text{Fe}_6$ , Pha cũ là WC bị mất đi do mạng bị phá vỡ.

## **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

1. Kooper - Heat treatable tungsten alloys with improved ballistic performance and method of making the same, United States Patent number: 5,989,494. Date of Patent: Nov. 23, 1999.
2. Spencer, et. al. - Process for producing tungsten. United States Patent number: 4,990,195. Date of patent, February 5, 2001.
3. Hong et al. - Sintering method of Tungsten-Nicken-Manganese. United States patent number: 5, 630, 073. Date of patent: February 11, 1997.
4. Trần Sĩ Kháng và người khác - Công nghệ chế tạo HKN ( $\text{W90Ni5Fe5}$ ) bằng công nghệ ép nóng, Tạp chí Kỹ thuật và Trang bị, Tổng cục Kỹ thuật (3 + 4) (2001).
5. Trần Sĩ Kháng và người khác - Nghiên cứu công nghệ chế tạo HKN có thành phần  $\text{W85Ni15}$  bằng CN ép nóng, Tạp chí Kỹ thuật và Trang bị, Tổng cục Kỹ thuật (12) (2002) 33-37.
6. Trần Sĩ Kháng và ban chủ nhiệm đề tài - Báo cáo tổng kết đề tài cấp bộ quốc phòng: Nghiên cứu chế tạo hợp kim nặng trên cơ sở Vonfram dùng làm lõi xuyên đạn chống tăng. Hà Nội, 2000.
7. Trần Sĩ Kháng, Trần Bá Hùng, Cao Văn Thủy, Bùi Doãn Đồng, Nguyễn Hồng Việt - Nghiên cứu công nghệ nghiền bột sắt, Tạp chí Kỹ thuật và Trang bị, Tổng cục Kỹ thuật (2004).
8. Trần Sĩ Kháng - Hợp kim hoá thành phần HKN mác  $\text{W90Fe10}$ , Tạp chí Kỹ thuật và Trang bị, Tổng cục Kỹ thuật (2004) 6.
9. Trần Sĩ Kháng, Trần Bá Hùng, Cao Văn Thủy, Bùi Doãn Đồng - Kích thước bột và độ đồng đều hoá thành phần bột HKN  $\text{W+Fe+Ni+Co+Mo+Al+Ti}$  phụ thuộc vào chế độ nghiền LTHT, Tạp chí Hoạt động khoa học, Bộ KHCN 539 (4) (2004).
10. Bùi Doãn Đồng - Ảnh hưởng của một số thông số công nghệ đến tính chất của hợp kim nặng trên cơ sở Vonfram, luận văn tốt nghiệp Cao học, Hà Nội, 2000.
11. Trần Sĩ Kháng và người khác - Công nghệ ép nóng HKN ( $\text{W90Ni5Fe5}$ ), Tạp chí Kỹ thuật và Trang bị, Tổng cục Kỹ thuật (3 + 4) (2001).