



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **127593** (13) **U**
(51) МПК (2018.01)
C23C 12/00
C21D 8/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2018 02713</p> <p>(22) Дата подання заявки: 19.03.2018</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.08.2018</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.08.2018, Бюл.№ 15</p>	<p>(72) Винахідник(и): Харченко Надія Анатоліївна (UA), Хижняк Віктор Гаврилович (UA), Аршук Марина Віталіївна (UA), Лоскутова Тетяна Володимирівна (UA), Погребова Інна Сергіївна (UA), Малоштан Ганна Вікторівна (UA), Никонець Сергій Олександрович (UA), Голофост Максим Сергійович (UA), Калашніков Глеб Юрійович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, вул. Римського-Корсакова, 2, м. Суми, 40007 (UA)</p>
--	--

(54) СПОСІБ НАНЕСЕННЯ ДИФУЗІЙНИХ ПОКРИТТІВ НА СТАЛІ ВИБИ

(57) Реферат:

Спосіб нанесення дифузійних покриттів на сталеві вироби включає завантаження в контейнери з плавким затвором зразків та суміші порошків: титану Ti, алюмінію Al, хлористого амонію NH₄Cl та оксиду алюмінію Al₂O₃, нагрів до температури насичення 1050 °С, ізотермічну витримку при температурі насичення протягом 3 годин. Перед завантаженням на оброблювані зразки попередньо наносять шар нітриду титану TiN шляхом фізичного вакуумного осадження з газової фази.

UA 127593 U

Корисна модель належить до галузі хіміко-термічної обробки металів та сплавів і може широко використовуватись в машинобудуванні, металургії та приладобудуванні з метою підвищення працездатності деталей машин та інструментів за рахунок їх поверхневого зміцнення.

5 Відомий спосіб хіміко-термічної обробки сталей при зниженому тиску 10^{-1} мм рт.ст., який включає нагрів до температур 900-1100 °С та витримку в середовищі, що насичує протягом 1-6 т. Як вихідні реагенти використовують суміш порошку титану, чотирьохлористий вуглець та деревне вугілля 111.

10 Недоліком цього способу є низька припрацьовуваність покриттів на інструменті при обробці різанням за рахунок високої крихкості та твердості робочої поверхні, що може привести до руйнування ріжучої кромки.

15 За прототип вибрано спосіб титаноалітування металевих виробів, який включає завантаження в контейнери з плавким затвором сталевих виробів та суміші порошоків: титан (50 %), алюміній (10 %), хлористий амоній NH_4Cl (4 %), оксид алюмінію Al_2O_3 (36 %), нагрів до температури насичення 1050 °С, ізотермічну витримку при температурі насичення протягом 3 годин [2].

Недоліком відомого способу є те, що водень зменшує активність титану в реакційному просторі, а також сприяє зневуглецюванню основи. Сформований за таких умов шар TiC невеликої товщини буде незначним бар'єром для дифузійного проникнення алюмінію в сталь.

20 В основу корисної моделі поставлена задача вдосконалення способу титаноалітування металевих виробів, шляхом введення додаткової операції попереднього нанесення шару нітриду титану TiN методом фізичного вакуумного осадження з газової фази, що дозволить забезпечити збільшення загальної товщини покриття, більш плавного зменшення твердості, підвищення жаро- та зносостійкості.

25 Поставлена задача вирішується тим, що спосіб нанесення дифузійних покриттів на сталеві вироби включає завантаження в контейнери з плавким затвором сталевих виробів та суміші порошоків: титану Ti , алюмінію Al , хлористого амонію NH_4Cl , оксиду алюмінію Al_2O_3 , нагрів до температури насичення 1050 °С, ізотермічну витримку при температурі насичення протягом 3 годин, згідно з корисною моделлю, перед завантаженням в контейнер на оброблювальні зразки методом фізичного вакуумного осадження з тазової фази наносять шар нітриду титану TiN .

30 Використання способу, що заявляється, з усіма суттєвими ознаками, включаючи відмінні, дозволяє гальмувати дифузійний рух елементів основи до поверхні і насичуючих елементів в основу, впливаючи таким чином на хімічний склад покриттів, що забезпечує збільшення загальної товщини покриття, більш плавного зменшення твердості, підвищення жаростійкості та зносостійкості.

35 Спосіб здійснюється таким чином: на першому етапі реалізується процес булатування, на зразки зі сталі 40 × 13 методом фізичного вакуумного осадження наносили шар нітриду титану TiN . На другому - реалізовували процес титаноалітування: в контейнери з плавким затвором завантажували зразки сталі 40 × 13 після булатування та суміш порошоків титану Ti , алюмінію Al , хлористого амонію NH_4Cl , оксиду алюмінію. Після герметизування контейнер завантажували в камерну піч та реалізовували ізотермічну витримку при температурі 1050 °С протягом 3 годин.

40 Зразки з покриттями були досліджені методами фізичного матеріалознавства. Рентгеноструктурний аналіз проводили на установці ДРОН УМ-1 у мідному монохроматизованому випромінюванні з обробкою результатів програмою PowderCell 2.2. При проведенні мікрорентгеноспектрального аналізу використали електронний мікроскоп Jeol JSM-64901. V із спектрометром Cam Scan 41. Дослідження мікроструктури проводили на мікроскопі МИМ-7. Визначення тоншими і мікротвердості покриттів проводили на приладі ПМТ-3.

45 Аналіз отриманих результатів показав, що період кристалічної ґратки шару TiN близький до періоду ґратки стехіометричного нітриду (a 0,4249 нм). Останнє підтверджується металографічними дослідженнями. В оптичному мікроскопі сформоване покриття має жовто-золотавий колір, що відповідає сполуці TiN , близької по складу до стехіометричного [3]. Встановлено, що загальною складовою будови титаноалітованих та булатотитаноалітованих покриттів є сполуки FeTiAl та $\text{Ti}_4\text{Fe}_2\text{O}$, в яких розчинений в певній кількості хром (табл. 1). Сполуки розташовані на зовнішній стороні покриття. Загальна товщина зони сполук, наявність чи відсутність шару певної сполуки, будова та можливість утворення перехідної зони на основі твердої розчину $\text{Fe}(\text{Al}, \text{Cr}, \text{Ti})$ визначаються способом насичення. Так шар карбіду титану TiC виявився найбільшої товщини (6,5 мкм) для способу титаноалітування, найменшої (1,5 мкм) для способу булатотитаноалітування.

50 Двошарова композиція TiN , TiC виявлено в покриттях після булатотитаноалітування. 60 Очевидно, що джерелом вуглецю для утворення шару TiC буде сталь 40 × 13, а його незначна

товщина зумовлена бар'єрною дією шару TiN. Можливість формування на сплаві шару карбиду титану TiC визначається кількістю вуглецю в основі, а також стабільністю сполуки, яка вміщує вуглець. При температурі 1050 °C вуглець сталі 40 × 13 входить, вірогідно, до твердого розчину аустеніту, а також до сполуки Cr(NC), яка слабо розчиняється в аустеніті. Металографічно сполука Cr(NC) виявляються у вигляді сірих включень на світлому фоні, які розташовані в деяких випадках і по границях зерен. В останньому форма цих включень співпала з формою границь в площині шліфа, має довжину до 15,0 25,0 мкм, ширину до 0,5 2,5 мкм. Товщина перехідної зони з включеннями карбонітриду Cr(NC) після титаноалітування досягає 480,0 500,0 мкм, вміст карбонітриду за границею TiN перехідна зона становить 12,5-15,0 % і плавно зменшується до основи, При цьому вміст хрому в перехідній зоні виявився більший, ніж в основі, і становив 14,1 14,8 % має.

Таблиця 1

Характеристики та властивості сталі 40 × 13 після ХТО

Вид обробки	Зони покриття	Фазовий склад	Параметри кристалічної ґратки, нм	Товщина покриття, мкм	Мікротвердість, ГПа
Титаноалітування	Зона сполук	FeTiAl	a=1.2070	4.0-5,0	6.5-7.0
		Ti ₄ Fe ₂ O	a=1.3262		
		TiC	a=0.4298		
	Перехідна зона	Fe _α (Ti, Al) Cr ₂₃ C ₆	a=0,2868	4.5-5.0	
		Fe _α Ti	a=0.2868	5.0-6.0	4.5
		Cr ₂₃ C ₆			
	Основа	Fe _α	a=0.2860		3,5
		Cr ₂₃ C ₆	-		
		FeTiAl	a=1,2132	7.0	6.5-6.8
Булато-титаноалітування.	Зона сполук	Ti ₄ Fe ₂ O	a=1.1372		
		TiC	a=0.4289	1.5	33.6
		TiN	a=0.4238	6 0	22,5
	Перехідна зона	Fe _α (Ti, Al)	a=0.2868	10.0	5.5
		Cr ₂₃ C ₆	-		
	Основа	Fe _α	-	-	
		Cr ₂₃ C ₆			45.0

При титаноалітуванні та булатотитаноалітуванні формуються багатошарові покриття, мікротвердість яких змінюється в широкому діапазоні від 5,0 до 33,6 ГПа. Цілоком зрозуміло, що сама висока мікротвердість характерна для шарів на основі фаз проникнення. Для шару на основі TiN мікротвердість становить 19,5-29,5 ГПа, на основі TiC (титаноалітування та булатотитаноалітування) 31,0-34,0 ГПа.

Мікротвердість зони сполук FeTiAl, Ti₄Fe₂O для всіх двох способів відрізняється в незначній мірі і досягає 5,0 6,8 ГПа. Значна мікротвердість шарів фаз TiN, TiC відповідає вмісту азоту або вуглецю близьких до стехіометричного, але не відповідає отриманим в роботі періодам кристалічної ґратки цих сполук. Менші в порівнянні з періодами ґратки стехіометричних сполук періоди ґратки шарів TiC, TiN зумовлені присутніми в покриттях алюмінію, хрому, заліза, і атомними розмірами, меншими за атомні розміри титану. В шарі TiC після булатотитаноалітування, розташованому над шаром TiN, має місце розчинення до 5,0 % мас. алюмінію і невеликої кількості заліза і хрому.

Концентрація вказаних елементів в шарах TiC, отриманих після титаноалітування, значно менша. Така відмінність зумовлена присутністю бар'єрного шару TiN після булатотитаноалітування, який гальмує дифузійний рух елементів основи до поверхні і насичуючих елементів в основу, впливаючи таким чином на хімічний склад покриттів.

Покриття після булатотитаноалітування за своїм складом, структурою, властивостями можуть бути використані для попередження корозійного руйнування в агресивних середовищах, забезпечення високої зносостійкості і жаростійкості.

Таким чином, реалізація запропонованого способу дифузійної металізації дозволить забезпечити формування якісного покриття, що в порівнянні з прототипом призводить до

збільшення загальної товщини захисного покриття в 1,5-2,0 рази та підвищення жаростійкості в 1,2 рази.

Запропонований спосіб булатотитаноалітування можна використовувати в різних галузях промисловості для попередження корозійного руйнування в агресивних середовищах, забезпечення високої зносостійкості і жаростійкості. Спосіб не складний з технологічної точки зору, вибухобезпечний, не потребує дорогого спеціалізованого обладнання та висококваліфікованого обслуговуючого персоналу, екологічно чистий.

Джерела інформації:

1. Диффузионные карбидные покрытия. В. Ф.Лоскутов, В. Г.Хижняк, К. А.Куницкий, М. В.Киндрачук. - К.:Тэхника, 1991. - 168 с.
2. Захисні титаноалітовані покриття на сталі 40 × 13 [Текст] / В. Г. Хижняк, М. ІІ. Аршук, О. В. Хижняк [та ін.] / Фізика і хімія твердого тіла. -2015. -І. 16, №3. -С. 593-598.
3. Швейкин Г. О. Соединения переменного состава и их твердые растворы. УНУ ЛИ СССР / Г. О. Швейкин, С. И. Алямовский, Ю. Г. Зайнулин и др. - Свердловск, 1984. - 290 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб нанесення дифузійних покриттів на сталеві вироби, який включає завантаження в контейнери з плавким затвором зразків та суміші порошоків: титану Ti, алюмінію Al, хлористого амонію NH₄Cl та оксиду алюмінію Al₂O₃, нагрів до температури насичення 1050 °С, ізотермічну витримку при температурі насичення протягом 3 годин, який **відрізняється** тим, що перед завантаженням на оброблювані зразки попередньо наносять шар нітриду титану TiN шляхом фізичного вакуумного осадження з газової фази.

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601