



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 110913

(13) U

(51) МПК

C23C 8/24 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2016 03981**

(22) Дата подання заявки: **12.04.2016**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.10.2016**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.10.2016, Бюл.№ 20**

(72) Винахідник(и):

Соловар Олексій Миколайович (UA),

Бобіна Марина Миколаївна (UA),

Вейс Валентин Іларіонович (UA),

Олянич Любомир Іванович (UA)

(73) Власник(и):

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ

УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ "КИЇВСЬКИЙ

ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ",

просп. Перемоги, 37, м. Київ-56, 03056 (UA)

(54) СПОСІБ АЗОТУВАННЯ ЦИРКОНІЮ В ЗАКРИТОМУ РЕАКЦІЙНОМУ ПРОСТОРІ

(57) Реферат:

Спосіб азотування цирконію в закритому реакційному просторі, в якому виріб завантажують в реакційну камеру, яку потім герметизують, вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрівають до температури дифузійного насичення, повторно вакуумують до тиску 10^{-1} мм. рт.ст., після чого в неї вводять технічно чистий азот, проводять ізотермічну витримку та охолоджують до кімнатної температури. При завантаженні виробу в реакційну камеру вводять гідрид титану (TiH_2) в кількості 0,015-0,025 кг/м², температура дифузійного насичення складає 900 °С, а ізотермічну витримку проводять протягом 2 годин.

UA 110913 U

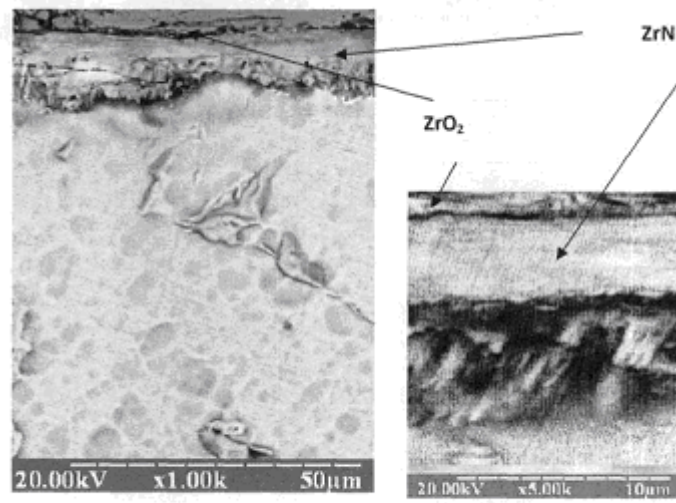


Fig.

Запропонована корисна модель належить до галузі хіміко-термічної обробки та може використовуватись в медицині для виготовлення кісткових, суглобних, зубних протезів, інших хірургічних виробів, хімічній промисловості для виготовлення вузлів хімічних реакторів, арматури, деталей насосів, що працюють в кислотних середовищах.

Відомий спосіб азотування цирконію в закритому реакційному просторі, який включає завантаження виробу з цирконію в герметичну реакційну камеру, вакуумування до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрів до температури дифузійного насичення 1100-1200 °С, наступне вакуумування до тиску 10^{-1} мм рт. ст., введення технічно чистого азоту, ізотермічну витримку протягом 24 годин при температурі дифузійного насичення, та наступне охолодження разом з реакційною камерою [1].

Недоліком наведеного способу є те, що хіміко-термічна обробка проходить при високих температурах, а також необхідні: тривала витримка виробу в реакційній камері, спеціальне обладнання, значна витрата електроенергії.

Найбільш близьким до запропонованої корисної моделі є спосіб нанесення захисних дифузійних покриттів на виріб із металів та сплавів, що включає завантаження виробу з цирконію та речовин-активаторів, які виділяють газоподібний хлористий чи фтористий водень (HCl або HF), в герметичну реакційну камеру, вакуумування до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрів до температури дифузійного насичення 870-1070 К, повторне вакуумування до тиску 10^{-1} мм рт. ст., введення технічно чистого азоту, ізотермічну витримку протягом 24 годин при температурі дифузійного насичення, та наступне охолодження разом з реакційною камерою [2].

Недоліком наведеного способу є те, що хіміко-термічна обробка проходить з використанням хлор- та фторвмісних сполук, які є отруйними.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення способу азотування цирконію в закритому реакційному просторі, зменшення температури та часу витримки виробу, за рахунок введення гідриду титану (TiH_2).

Поставлена задача вирішується тим що в способі азотування цирконію в закритому реакційному просторі, в якому виріб завантажують в реакційну камеру, яку потім герметизують, вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрівають до температури дифузійного насичення, повторно вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., після чого в неї вводять технічно чистий азот, проводять ізотермічну витримку та охолоджують до кімнатної температури, новим є те, що при завантаженні виробу в реакційну камеру вводять гідрид титану (TiH_2) в кількості 0,015-0,025 кг/м², температура дифузійного насичення складає 900 °С, а ізотермічну витримку проводять протягом 2 годин.

Спосіб здійснюють наступним чином:

Виріб завантажують в реакційну камеру, вводять гідрид титану, після цього камеру герметизують, вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрівають до температури дифузійного насичення 900 °С, повторно вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., відключають насос, вводять технічно чистий азот та здійснюють ізотермічну витримку протягом 2 годин. Після закінчення процесу нанесення покриття виріб разом з камерою охолоджують до кімнатної температури.

Приклад

Азотування виробу з цирконію проводять в спеціально виготовленій установці на базі шахтної печі типу СШОЛ 1.1.6/12. Перед початком дифузійного насичення в камеру вводять гідрид титану в кількості 0,015-0,025 кг/м². Камеру герметизують, вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрівають до температури дифузійного насичення 900 °С, повторно вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., відключають насос, вводять технічно чистий азот із розрахунку 0,55 л/м², та здійснюють ізотермічну витримку протягом 2 годин. Після закінчення процесу насичення виріб охолоджують разом з реакційною камерою до кімнатної температури.

Введення при азотуванні цирконію в середовищі азоту в реакційний простір TiH_2 в кількості 0,015-0,025 кг/м² дозволяє отримати дифузійні азотовані покриття за участю нітриду ZrN товщиною 2-5 мкм та мікротвердістю 10-24 ГПа (креслення). Вміст азоту в складі нітриду цирконію ZrN складає 10,8 мас. %. Крім азоту в покритті присутній кисень. Кількість кисню на поверхні 24,0 мас. %, що відповідає сполуці ZrO_2 , зона оксиду складається з двох кристалографічних модифікацій ZrO_2 з тетрагональною кристалічною ґраткою, якого в складі оксидів приблизно 35,0 мас. %, та з моноклінною ґраткою в кількості 65,0 мас. %. Шар цієї сполуки не перевищує 0,5 мкм. Під шаром нітриду ZrN розташована зона твердого розчину азоту в α -Zr.

Результати проведених досліджень фазового і хімічного складу, товщини та мікротвердості отриманого покриття представлені в таблиці.

Таблиця

Фазовий склад та властивості покриття, отриманого при азотуванні цирконію в середовищі молекулярного азоту ($T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$, час витримки - 2 години)

Вміст TiH_2 , кг/м ²	Фазовий склад покриття		Періоди кристалічної ґратки, нм	Товщина, мкм	Мікротвер- дість, ГПа	Хімічний склад, % мас	
						N	O
0,015- 0,025	ZrO_2 -тетрагон 35 % мас		$a=0,3593$ $c=0,5252$ $c/a=1,4617$	1,5-2,0	24,0	6,2	24,0
	ZrO_2 -моноклін 65 % мас.		$a=0,5169$ $b=0,5209$ $c=0,5324$				
	ZrN		$a=0,4539$	4,5-5,0	15,0	10,82	1,5
	$\alpha\text{-Zr(N)}$	На межі з ZrN	$a=0,3242$ $c=0,5150$	20-25	10,0	5,1	0,6
		На глибині 25 мкм	$a=0,3231$ $c=0,5146$		6,8	2,0	-

Введення в реакційний простір TiH_2 в кількості 0,015-0,025 кг/м² при азотуванні цирконію в закритому реакційному просторі дозволяє отримати дифузійні азотовані покриття за участю нітриду ZrN товщиною 2-5 мкм та мікротвердістю 10-24 ГПа при температурі $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ впродовж 2 годин.

1. Кипарисов С.С. Азотирование тугоплавких металлов / С.С.Кипарисов, Ю.В. Левинський - М: Металлургия, 1972, - С. 160.

2. Патент РФ №2198955 - "Способ нанесения защитных диффузионных покрытий на изделия из металлов и сплавов". МПК C23C8/18, C23C8/26, опубл. 20.02.2003.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб азотування цирконію в закритому реакційному просторі, в якому виріб завантажують в реакційну камеру, яку потім герметизують, вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., нагрівають до температури дифузійного насичення, повторно вакуумують до тиску 10^{-1} мм рт. ст., після чого в неї вводять технічно чистий азот, проводять ізотермічну витримку та охолоджують до кімнатної температури, який відрізняється тим, що при завантаженні виробу в реакційну камеру вводять гідрид титану (TiH_2) в кількості 0,015-0,025 кг/м², температура дифузійного насичення складає $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, а ізотермічну витримку проводять протягом 2 годин.

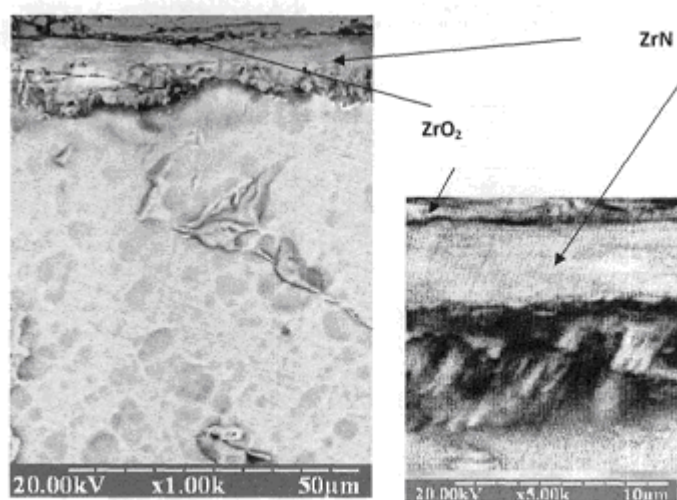


Fig.

Комп'ютерна верстка В. Мацело

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

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