



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217645
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 23 C 11/00

(22) Přihlášeno 23 06 81
(21) (PV 4746-81)

(40) Zveřejněno 30 04 82

(45) Vydáno 15 09 84

(75)
Autor vynálezu

ZACHAROV BORIS VLADIMIROVIČ, PIKUNOV DIMITRIJ VALENTINOVICH,
MINKEVIČ ANATOLIJ NIKOLAJEVIČ, MOSKVA, TONE ELLA
ROBERTOVNA, LJUBERCY (SSSR)

(54) Způsob nanášení povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu,
vzdorujících opotřebení, na výrobky ze slinutých tvrdých slitin

1

2

Vynález se týká chemicko-tepelné úpravy kovů a slitin, jež se používá ve strojírenství a obrábění kovů za účelem zvýšení životnosti kovových výrobků, zejména způsobu nanášení povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu na výrobky ze slinutých tvrdých slitin.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se v předmětném způsobu podle vynálezu upravují uvedené výrobky v uzavřeném prostoru za tlaku $133 \cdot 10^{-2}$ až 133 Pa a při teplotě 1100 až 1250 °C. Nejdříve se výrobky upravují uhlíkatým plynem, potom chloridy titanu, jež se získají působením chloridu uhlíčitého na titanové činidlo vpravené do uzavřeného prostoru současně s výrobky, načež se výrobky opět upravují uhlíkatým nebo dusíkatým plynem.

Vynález se týká chemicko-tepelné úpravy kovů a slitin používaných ve strojírenství a obrábění kovů za účelem zvýšení trvanlivosti výrobků, zejména způsobu nanášení povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu, vzdorujících opotřebení, na výrobky ze slitinových tvrdých slitin.

Vynález může být využíván závody a podniky, vyrábějícími výrobky z tvrdých slitin, jakož i strojírenskými závody, používajícími tvrdé slitiny jako nástrojů pro obrábění kovů a slitin.

Známé jsou způsoby nanášení povlaků z karbidu titanu (švýcarský patent č. 332 328) a karbidu titanu nebo karbonitridu titanu (rakouský patent č. 312 951). Spočívají na vylučování uvedených sloučenin z plynného média, skládajícího se z chloridu titaničitého, vodíku, metanu nebo metanu a dusíku, při teplotách 900 až 1100 °C za kontinuálního průtoku uvedené plynné směsi ohřátou muflovou pecí s výrobky. K provedení jediného pochodu se u tohoto způsobu spotřebují asi čtyři litry chloridu titaničitého, 800 až 1000 litrů metanu nebo dusíku, více než deset krychlových metrů čistého a vysušeného vodíku. Způsoby vyžadují pečlivé čištění a vysušení vodíku a ostatních plynů, jakož i použití objemných zařízení pro neutralizaci reakčních produktů (asi 3 kg chloridu titanu a kyseliny chlorovodíkové v jediném pochodu). Uvedené způsoby lze provádět pouze na speciálních zařízeních, která byla pro tento účel vyvinuta a postavena, což vyžaduje značné investice, a jsou určeny výhradně pro tvrdé slitiny obsahující tantal, jež jsou mnohem dražší než slitiny neobsahující tantal.

Známé způsoby nemohou zajistit výrobu povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu s maximální stechiometrií a bez příměsí kyslíku a vodíku, v důsledku toho též provozní maximální vlastnosti výrobků s těmito povlaky.

Vynález vychází z úkolu vyvinout pomocí sledu kontrolovatelných operací způsob výroby povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu na výrobcích ze slitinových tvrdých slitin, zaručující maximální zvýšení provozních vlastností výrobků, jakož i vylučující použití výbušného vodíku, zařízení k jeho čištění a vysušení a zařízení pro neutralizaci odpadních produktů.

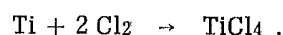
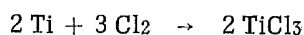
Shora uvedený úkol byl vyřešen způsobem nanášení povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu, vzdorujících opotřebení, na výrobky z tvrdých slitin, spočívajícím na použití chloridů titanu, uhlíkatého plynu, dusíkatého plynu, jehož podstata spočívá v tom, že se uvedené výrobky upravují v uzavřeném prostoru za tlaku $133 \cdot 10^{-2}$ až 133 Pa a teplotě 1100 až 1250 °C nejprve uhlíkatým plynem, potom chloridy titanu, jež se získávají působením chloridu uhlíkatého na titanové činidlo vpravené spolu s výrobky do uvedeného uzavřeného prostoru, a potom uhlíkatým nebo dusíkatým plynem.

Umožněním regulování obsahu uhlíku ve výrobku před nanášením povlaku a do samotného povlaku a nepřítomnost vodíku a chloridu titaničitého, obsahujících příměsí kyslíku a vlhkosti, dovoluje způsob podle vynálezu získat povlaky z karbidu titanu a karbonitridu titanu, vzdorující opotřebení, se stechiometrickým poměrem blízkým jedné a minimálním obsahem kyslíku.

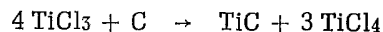
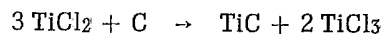
Způsob výroby povlaků karbidu titanu nebo karbonitridu titanu, vzdorujících opotřebení, se provádí podle vynálezu následovně.

Do vakuové indukční pece se vloží upravené výrobky, například víceplošné zahazovací břitové destičky, titanové činidlo, například titanové třísky nebo titanový prášek. V chladném stavu se pec evakuuje na tlak $1,33 \text{ Pa}$ až $133 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$, aby byl zajištěn minimální zbytkový obsah kyslíku. Pak se zapne topení a teplota se zvedne při stále pracujících čerpadlech na 1100 až 1200 °Celsia v závislosti na složení tvrdé slitiny. Nižší teploty snižují výkonnost procesu, zatímco jsou vyšší teploty v důsledku tavení kobaltové fáze tvrdé slitiny nepřijatelné. Po dosažení teploty v uvedeném rozsahu se do pece zavede uhlíkatý plyn, například metan, propan, butan, a provede se nauhličování výrobku. Doba prodloužení při nauhličování se volí podle složení tvrdé slitiny a teploty. Po ukončení nauhličovací operace se pecní prostor opět evakuuje na tlak $1,33 \text{ Pa}$ až $133 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ a do pece se zavede chlorid uhlíkatý. Při zvolené teplotě procesu tento disoculuje za vzniku atomárního chlóru.

Vzniklý chlór reaguje s titanovým činidlem podle následujících rovnic:



Nižší chloridy titanu reagují s uhlíkem rozpuštěným v kobaltové fázi tvrdé slitiny a vytváří povlak z karbidu titanu podle následujících reakcí:



Vyšší chlorid titanu TiCl_4 reaguje s titanovým činidlem, čímž vznikají opět nižší chloridy a proces probíhá v uzavřeném cyklu. Tlak přitom stoupne na 66 až 133 Pa. Tloušťka vytvořeného povlaku z karbidu titanu se reguluje dobou prodloužení, která závisí na zvolené teplotě.

Pro vyrobení povlaku zvolené tloušťky na výrobku se do pece přivede uhlíkatý nebo dusíkatý plyn, například metan, propan, butan, dusík, amoniak, a udržuje se teplota procesu určitou dobu ke zvýšení stechiometrického poměru karbidu titanu nebo pro

převedení karbidu na karbonitrid. Po výdrži se vypne topení, výrobky se spolu s pecí ochladí a vyjmou z pece.

Pec použitá při způsobu nanášení povlaků, vzdorujících opotřebení, se může použít současně jako pec na slinování výrobků nebo pro jiné účely, pro které je určena.

Vyvinutý způsob zvyšuje trvanlivost břitových destiček z tvrdých slitin s mechanickým upevněním 2,5 až 5krát, nevyžaduje žádné speciální vybavení, velké investice pro realizaci, použití výbušného vodíku, zařízení pro jeho čištění a vysoušení, jakož i zařízení pro neutralizaci odpadních produktů. Způsob lze použít pro nanášení povlaků na tvrdé slitiny různých značek, obsahující pojivo schopné rozpouštět uhlík.

K lepšímu pochopení předmětného vynálezu jsou dále uvedeny konkrétní příklady provedení.

Příklad 1

Nanese se povlak karbidu titanu na víceplošné zahazovací břitové destičky ze slinuté tvrdé slitiny, skládající se ze 14 % hmot. TiC, 8 % hmot. Co a 78 % hmot. WC.

Do vakuové indukční pece se vloží uvedené výrobky a titanový prášek. Pecní prostor se evakuuje na tlak 1,33 Pa a zapne topení. Během ohřevu pracují nepřetržitě vakuová čerpadla. Při dosažení teploty 1120 až 1150° Celsia se čerpadla vypnou, do pece se zavede metan a udržuje se po dobu dvou hodin.

Po ukončení operace nauhličení povrchu destiček se v peci vytvoří vakuum 0,8 Pa, čerpadla se vypnou a do pece se zavádí chlorid uhličitý. Během dvou hodin se vytvoří za tlaku 0,8 až 66 Pa na povrchu destiček povlak karbidu titanu o tloušťce 7 až 10 μm . Pak se do pece zavádí metan. Během dvou hodin se povlak karbidu titanu dodatečně nauhličí a složení karbidu se přiblíží stechiometrickému složení. Po ukončení operace se topení vypne a pec se ochladí. Získá se povlak karbidu titanu o tloušťce 7 až 10 μm . Stechiometrie: $\text{TiC}_{0,97}$.

Obráběcí doba u ocele o tvrdosti podle Brinella 2079 N/mm² při řezné rychlosti 140 m/min, hloubce řezu 1 mm, posuvu 0,2 mm/ot činila pro destičky bez povlaku 11,4

min. při opotřebení hřbetní plochy 0,8 mm, pro destičky s povlakem získaným podle vynálezu 31,9 min. při opotřebení hřbetní plochy 0,45 mm. Faktor trvanlivosti činí více než 2,7 při značně menším opotřebení.

Příklad 2

Nanese se povlak karbonitridu na víceplošné zahazovací břitové destičky ze slinuté tvrdé slitiny, skládající se z 10 % hmot. (TiC + TaC), 8 % hmot. Co a 72 % hmot. WC. Pochod se provádí obdobně jako v příkladu 1. Pecní prostor se evakuuje na tlak $1,33 \cdot 10^{-2}$ Pa. Nauhličení se provádí v prostředí propanu při teplotě 1140 až 1160 °C po dobu jedné hodiny.

Úprava destiček chloridy titanu se provádí po dobu tří hodin. Během této doby se vytvoří na prvrchu destiček povlak karbidu titanu o tloušťce 10 až 12 μm . Pak se zavádí do pece dusík a udržuje se tři hodiny. Za tuto dobu se vytvoří na povrchu destiček povlak karbonitridu titanu o tloušťce 10 až 12 μm a složení TiCN.

Destičky se zkouší obdobně jako v příkladu 1. Faktor trvanlivosti činí 2,8 při opotřebení 0,25 mm.

Příklad 3

Nanese se povlak karbonitridu titanu na víceplošné zahazovací břitové destičky ze slinuté tvrdé slitiny, skládající se z 92 % hmot. WC a 8 % hmot. Co.

Pochod se provádí obdobně jako v příkladu 1. Pecní prostor se evakuuje na tlak 0,133 Pa. Nauhličení se provádí v prostředí metanu při teplotě 1200 až 1250 °C po dobu jedné hodiny. Úprava destiček chloridy titanu se provádí za tlaku 0,133 až 133 Pa během tří hodin. Za tuto dobu se vytvoří na povrchu destiček povlak karbidu titanu o tloušťce 5 až 7 μm . Potom se zavádí do pece amoniak a drží se tři hodiny. Za tuto dobu se vytvoří na povrchu destiček povlak karbonitridu titanu o tloušťce 5 až 7 μm , složení TiCN.

Destičky se získaným povlakem vykazují při obrábění surového železa faktor trvanlivosti 2,5 při opotřebení 0,5 mm.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob nanášení povlaků z karbidu titanu nebo karbonitridu titanu, vzdorujících opotřebení, na výrobky ze slinutých tvrdých slitin, spočívající na použití chloridů titanu, uhlíkatého plynu, dusíkatého plynu, vyznačující se tím, že se uvedené výrobky upravují v uzavřeném prostoru za tlaku $133 \cdot 10^{-2}$ až

133 Pa a teplotě 1100 až 1250 °C nejprve uhlíkatým plynem, potom chloridy titanu, jež se získají působením chloridu uhlíkatého na titanové činidlo vpravené spolu s výrobky do uzavřeného prostoru, a potom uhlíkatým nebo dusíkatým plynem.