



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

249917
(11) (81)

(51) Int. Cl.⁴
C 23 C 14/30
C 23 C 14/48

[22] Prihlásené 14 11 83
[21] (PV 8433-83)

[40] Zverejnené 13 08 84

[45] Vydané 15 03 88

[75]

Autor vynálezu

KRÁČ JOZEF ing., FERDINANDY MILAN RNDr., LIŠKA DUŠAN ing.,
KOŠICE

[54] Spôsob priamej tvorby vrstvy TiAl₃ v povrchovej vrstve titánu a jeho zliatin

1

2

Podstata spôsobu vytvárania ochrannnej difúznej vrstvy TiAl₃ na titáne a jeho zliatinách vo vákuu, ktorá zvyšuje odolnosť substrátu voči korózii a oteru za zvýšených teplôt spočíva v tom, že sa substrát z titánu alebo jeho zliatin s vrstvou Al ohreje v iónovo plátovacom zariadení na teplotu z intervalu 600 až 660 °C, a to tak, že na substrát sa ďalej pôsobí iónmi v tlejivom výboji inertného plynu, pričom substrát je katódou tohto tlejivého výboja pri tlaku argónu z intervalu 10⁻² až 10² Pa po dobu minimálne 1 hodiny.

Týmto spôsobom je možné vytvárať difúznú vrstvu TiAl₃ alebo TiAl₃ + Al počas procesu vytvárania Al vrstvy na titánovom substráte bez nutnosti následného difúzneho žihania mimo vákuovú komoru, čo je z hľadiska úspory energie a možnosti regulácie zloženia difúznej vrstvy po jej priereze zvlášť výhodné.

Vynález sa týka spôsobu tvorby povrchovej vrstvy odolnej proti korózii a oteru za vysokých teplôt.

V súčasnosti používané materiály z titánu a jeho zliatin nevyhovujú požiadavkám v celom rozsahu použitia na koróziu odolnosť pri vysokých teplotách, preto sa ich úžitkové vlastnosti upravujú dodatočnými povrchovými úpravami, napríklad galvanickými alebo žiarovými povlakmi z Al, nitráciou a podobne. Pre dosiahnutie prínavosti a vytvárania difúznej vrstvy sa musia takto upravené súčiastky dodatočne spracovať a žihať, čo má nepriaznivý vplyv na mechanické vlastnosti základného materiálu. Mimo toho proces je zdĺhavý, energeticky náročný a nákladný.

Ďalší spôsob ochrany titánu a jeho zliatin pri vysokých teplotách je vo vytvorení hliníkovej vrstvy na ich povrchu vo vákuu niektorým zo známych spôsobov vytvárania povlakov a následného difúzneho žihania mimo vákuovú komoru v klasických peciach pre tepelné spracovanie v ochrannej atmosfére. Týmto spôsobom je možné na povrchu titánového substrátu vytvoriť intermetalickú žiaruvzdornú a oteruvzdornú vrstvu TiAl₃. Nevýhodou tohto spôsobu je skutočnosť, že po vytvorení hliníkovej vrstvy na titánovom substráte je potrebné tento substrát vystaviť už spomenutému dodatočnému difúznemu žihaniu mimo vákuovú komoru, čo vedie jednak k zvýšeniu energetickej náročnosti procesu ako aj k tomu, že pri difúznom žihaní sa celá hliníková vrstva pretvorí na TiAl₃ a je obtiažne modifikovať rôzne zloženie žiaruvzdornej vrstvy po jej priereze.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob priamej tvorby TiAl₃ vrstvy na titáne a jeho zliatinách podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa substrát z titánu alebo jeho zliatin s vrstvou Al ohreje v iónovo plátovacom zariadení na teplotu z intervalu 600 až 660 stupňov Celsia, a to tak, že na substrát po vytvorení Al vrstvy sa ďalej pôsobí iónmi v tlejivom výboji inertného plynu, pričom substrát je katódou tohto tlejivého výboja pri tlaku argónu z intervalu 10^{-2} až 10^2 Pa po dobu minimálne 1 hodiny.

Týmto spôsobom sa vytvára na substráte difúzna vrstva TiAl₃, ktorej štruktúrne vlastnosti možno ovplyvňovať zmenou parciálneho tlaku inertného plynu, prúdovou hustotou na substráte a rýchlosťou odparovania hliníka.

Prednosť tohto spôsobu oproti už spomenutému spôsobu, v ktorom k premene Al na TiAl₃ dochádza po dodatočnom difúznom žihaní mimo vákuovú komoru, je v tom, že k vzniku TiAl₃ dochádza pri jednom procese priamo vo vákuovej komore bez nutnosti prerušiť proces, čo je z hľadiska časového i energetického výhodné ako aj to, že daným spôsobom môžeme modifikovať zloženie vrstvy po jej priereze, napríklad TiAl₃ + Al.

Ďalej, ako je to uvedené v 2. príklade, proces vytvárania TiAl₃ vrstvy môžeme viesť aj tak, že sa najprv vytvorí TiAl₃ vrstva určitej hrúbky, na ktorú sa v ďalšom vo vákuu vytvára Al vrstva. Keďže tento dej prebieha pri jednom procese, bez zavzdušnenia vákuovej komory, neexistuje možnosť vytvorenia protidifúznej bariéry na povrchu substrátu. Táto skutočnosť spolu s experimentálne overenou vlastnosťou TiAl₃ a to, že koeficient Al v TiAl₃ je oveľa vyšší než Al v Ti, poskytuje možnosť vytvárať TiAl₃ vrstvu aj pri nižších teplotách než 600 °C za kratší čas.

Spôsobom podľa vynálezu sa na titáne a jeho zliatinách vytvárajú difúzne vrstvy z intermetalickej zlúčeniny TiAl₃, prípadne TiAl₃ + Al, ktorých mikrotvrdosť je 11 000 až 15 000 N . mm⁻². Takto vytvorené vrstvy znižujú koeficient trenia v porovnaní so zliatinami z titánu o 400 % a opotrebenie zisťované metódou merania hmotnostného úbytku až o 800 %. Koróznymi skúškami za vysokých teplôt bolo zistené, že vrstva TiAl₃ dlhodobe odoláva oxidácii na vzduchu pri teplotách do 900 °C.

Príklady prevedenia

Príklad 1

Spôsob vytvárania TiAl₃ vrstvy na titáne alebo jeho zliatinách podľa vynálezu je charakterizovaný vytvorením Al vrstvy na substráte v iónovo plátovacom zariadení pri tlaku $1 \cdot 10^{-1}$ Pa, pričom substrát tvorí katódu. Pred samotným odparovaním Al pomocou elektrónového lúča pri jeho výkone 2 kW, prebieha takzvané čistenie ako aj ohrev substrátu v Ar výboji, ktorý prebieha nasledujúco. Cez napúšťací ventil do vákuovej komory je pripúšťaný Ar na tlak 3 Pa. Po dosiahnutí tohto tlaku je v nasledujúcom kroku nastavené na substráte záporné napätie 2,5 kV, oproti uzemnenej vákuovej komore. Prostredníctvom regulácie napätia na substráte sa pri daných parametroch vytvoria také podmienky výboja v Ar (prúdová hodnota 0,1 až 3,0 mA . cm⁻²), aby sa počas 30 minút povrch substrátu odplynil, ďalej z jeho povrchu sa odstránili tenké oxidické filmy a zároveň sa substrát ohrial na teplotu približne 600 °C. Vzhľadom na spôsob predúpravy povrchu substrátu vo vákuovej komore pred odparením Al a tiež to, že jeho povrch je počas rastu Al vrstvy bombardovaný ionizovanými časticami Ar, sú vytvorené podmienky pre mikrodifúziu Al do substrátu, čím vzniká vrstva tvorená intermetalickou zlúčeninou TiAl₃ a Al. Bežne požadovaná hrúbka takto vytvorenej vrstvy je približne 10 μm, pričom hrúbka TiAl₃ vrstvy činí približne 3 μm, zbytok je Al.

Príklad 2

V druhom príklade sú uvedené podmien-

ky vytvorenia $TiAl_3$ vrstvy na titáne alebo jeho zliatinách. Proces čistenia substrátu v Ar výboji je zhodný s podmienkami uvedenými v príklade 1. Rozdiel je v tom, že sa najprv na takýto očistený povrch substrátu odparí pomocou elektrónového lúča pri jeho výkone 2 kW Al vrstva o hrúbke približne $3\ \mu m$. V ďalšom sa povrch substrátu s Al vrstvou vystaví bombardovaniu ionizovanými časticami Ar vo vákuovej komore pri tlaku 3 Pa a zápornom napätí na substráte 2,5 kV po dobu minimálne 20 minút. Týmto dochádza jednak k odprašovaniu Al vrstvy z povrchu substrátu a zároveň aj k ohrevu substrátu na teplotu vyššiu než $600\ ^\circ C$, čím sú vytvorené podmienky, aby zbytok Al vrstvy nadifundoval do povrchu substrátu za vzniku $TiAl_3$ vrstvy. V ďalšom kroku je opäť odparovaný Al pomocou elektrónového lúča pri jeho výkone 2 kW a pri tlaku $1 \cdot 10^{-1}$ Pa, pričom dochádza k následnej difúzii Al cez vrstvu $TiAl_3$ do povrchu substrátu, kde reaguje s Ti na $TiAl_3$.

Vyššie uvedené vlastnosti vrstiev $TiAl_3$ predurčujú použitie predmetov z Ti alebo jeho zliatin povrchovo upravených podľa vynálezu, napríklad v prostredí flordov, morskej vody a tiež na konštrukčné spoje v kombinácii s Al bez nebezpečia vzniku takzvaného titánového zvaru pri zvýšených prevádzkových teplotách a tiež na pohybové mechanizmy. Ako príklad možno uviesť člnok textilného stroja. Z dôvodu zrýchľujúcej, respektíve brzdiacej sily záleží na tom, aby hmotnosť člnku bola čo najnižšia. Preto na výrobu člnkov sa používajú Al alebo Mg zliatiny. Tieto zliatiny v niektorých prípadoch nemajú dostatočnú pevnosť a preto ako ďalší konštrukčný materiál prichádza do úvahy Ti a jeho zliatiny. Ti sa ale vyznačuje veľkou náchylnosťou k zadieraniu a preto jeho povrch je potrebné upraviť. Jednou z ciest zníženia náchylnosti Ti a jeho zliatin k zadieraniu je jeho povrchová úprava podľa vynálezu.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob priamej tvorby vrstvy $TiAl_3$ v povrchovej vrstve titánu a jeho zliatin vyznačený tým, že na substrát z titánu alebo titánovej zliatiny a hliniková vrstvu, ktorá bola na povrchu tohto substrátu pripravená v iónovo plátovacom systéme za zníženého tlaku z intervalu 10^{-2} až 10^2 Pa, sa

bezprostredne po príprave hliníkovej vrstvy pôsobí plazmou tvorenou inertným plynom pri tlaku z intervalu 10^{-2} až 10^2 Pa v iónovo plátovacom zariadení po dobu minimálne 1 hodiny pri teplote substrátu v intervale 600 až $660\ ^\circ C$.