



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

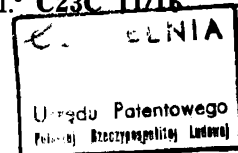
Zgłoszono: 27.12.78 (P. 212177)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.07.80

Opis patentowy opublikowano: 30.03.1984

Int. Cl.⁸ C23C 11/16



Twórcy wynalazku: Edward Roliński, Antoni Kiełsa, Andrzej Marciniak,
Tadeusz Karpiński

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

**Sposób wytwarzania monofazowej warstwy powierzchniowej
azotków żelaza ϵ**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania monofazowej warstwy powierzchniowej azotków żelaza ϵ na drodze azotowania jonowego stopów żelaza.

Warstwę powierzchniową heksagonalnego azotku żelaza ϵ uważa się zwykle za monofazową, jeśli udział innych faz występujących w warstwie leży poniżej lub na granicy wykrywalności metodą rentgenowską.

Własności tak określonych monofazowych warstw ϵ to duża odporność na ścieranie przy zachowaniu dobrej ciągliwości. Z tego względu są one w szeregu zastosowaniach bardziej pożądane i korzystniejsze od warstw azotowanych jonowo typu monofazowej fazy γ' (Fe_4N) czy typu mieszaniny $\epsilon + \gamma'$.

Znane sposoby dla wytwarzania w warstwie powierzchniowej monofazowych azotków żelaza ϵ przez azotowanie jonowe stopów żelaza polegają na działaniu na podgrzany do temperatury procesu, zwykle 400–650°C, przedmiot, obrabiany atmosferą gazową zawierającą związki azotu, i uaktywnianiu tej atmosfery przez zastosowanie wyładowania jarzeniowego, przy czym do atmosfery azotującej wprowadza się domieszkę gazów zawierających węgiel, najczęściej węglowodorów, a następnie przedmiot obrabiany poddaje się chłodzeniu. Stosowanie domieszki gazów zawierających węgiel ma na celu wytworzenie monofazowej warstwy po-

2

wierzchniowej azotków żelaza ϵ poprzez rozpuszczenie w nim węgla.

Jednak domieszkowanie gazami zawierającymi węgiel wiąże się z pewnymi wadami. Przy zbyt dużej zawartości gazów zawierających węgiel łatwo powstaje na powierzchni przedmiotu obrabianego warstwa cementytu, uniemożliwiająca dalszy proces wskutek blokady dyfuzji azotu w głąb materiału.

Fakt posiadania przez atmosferę stosowaną w tym znanym sposobie własności nawęglających wywołuje tworzenie się w zwiększonej ilości siatek węglazotków w strefie azotowania wewnętrznego i to szczególnie przy powierzchni. To niekorzystne zjawisko znacząco zwiększa kruchość warstwy azotowanej.

Części maszyn poddawane znanemu procesowi azotowania jonowego wykazują dobrą na ścieranie odporność, jednakże są stosunkowo łatwo podatne na zatarcie, zwłaszcza w warunkach tarcia suchego.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu azotowania jonowego umożliwiającego wytworzenie monofazowej warstwy powierzchniowej azotków żelaza ϵ , pozbawionej wyżej wymienionych, niekorzystnych cech.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że do atmosfery azotującej wprowadza się mikrododatek związków siarki w ilości mniejszej niż

niezbędna do wytworzenia w warstwie powierzchniowej siarczków żelaza, lecz wystarczającej dla przeciwdziałania tworzeniu się w warstwie powierzchniowej fazy γ' (Fe_4N).

Zostało stwierdzone, że wspomniana obecność siarki w atmosferze azotującej zwiększa w niej aktywność azotu, co w efekcie pociąga za sobą skłonność do powstawania azotków żelaza bogatszych w azot. Ponadto, siarka wpływa na termodynamiczne własności tworzących się faz. Skład fazowy warstwy odpowiada układowi potrójnemu Fe-N-S. W tych warunkach zaznacza się tendencja do tworzenia się azotku żelaza ϵ o sieci heksagonalnej i zmienionych stałych sieciowych świadczących o obecności siarki. Jako mikrododatek związków siarki można stosować siarkowodór lub dwutlenek siarki.

Szczególnie korzystne jest zastosowanie jako mikrododatku związków siarki do atmosfery azotującej dwutlenku siarki, w ilości 0,03—1,0% wagowo w stosunku do wszystkich gazów wchodzących w skład atmosfery azotującej.

Okres czasu, w którym działa się atmosferą azotującą domieszkowaną związkami siarki na przedmiot obrabiany, wynosi zazwyczaj 0,5—10 h, przy typowej temperaturze 450—650°C.

Po zakończeniu działania atmosfery azotującej na przedmiot obrabiany, poddaje się go ewentualnie przyspieszonemu chłodzeniu, korzystnie przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego lub przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego i działanie na przedmiot obrabiany ośrodka ciekłego lub przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego i działanie na przedmiot obrabiany cyrkulującego ośrodka gazowego, zwłaszcza mieszaniny azotu z wodorem.

Zastosowanie sposobu azotowania według wynalazku, ze względu na odwęglający charakter atmosfery azotującej z mikrododatkiem siarki, zmniejsza skłonność do tworzenia się siatek azotków i węglazotków, a tym samym uzyskuje się zmniejszoną kruchość warstw. Już mała zawartość siarki w warstwie azotków w sposób istotny zmniejsza skłonność przedmiotów obrabianych do zatarcia, szczególnie w warunkach tarcia suchego.

Zbytni wzrost ilości mikrododatku siarki nie powoduje, jak w przypadku węgla, zatrzymania procesu powstawania warstwy, a jedynie wytworzenia się pewnej ilości siarczków żelaza, korzystnych w niektórych przypadkach zastosowań ze względu na ich własności przeciwzatarciowe.

Sposób azotowania według wynalazku przedstawiony jest poniższymi przykładami.

Przykład I. W reaktorze do azotowania jonowego o objętości 10 l umieszczono przedmiot obrabiany z żelaza E04 o powierzchni 10 cm². Do reaktora, poprzez regulowany opornik szeregowy 1 k Ω , doprowadzono napięcie ze źródła prądu o mocy 2 kW i napięciu 1200 V. Po nagraniu przedmiotu obrabianego do temperatury 560°C w atmosferze wodoru, do reaktora dozowano gazy o składzie 25% N_2 , 0,8% SO_2 i 74,2% H_2 wagowo. Na-

ciążenie przyprływu gazu przez reaktor nastawiono na 10 l/h, a ciśnienie na wartość 5 hPa. Po czasie 1 h działania tej atmosfery na przedmiot obrabiany i nagłym wyłączeniu wyładowania jarzeniowego otrzymano w warstwie powierzchniowej tego przedmiotu strukturę azotku żelaza ϵ o sieci heksagonalnej i nieco zmienionych parametrach sieciowych z obecnością w niej siarki.

Przykład II. Wykonano wszystkie czynności jak w przykładzie I, przy czym dwutlenek siarki dozowano w ilości 0,1% wagowo, oraz nastawiono natężenie przepływu atmosfery azotującej na wartość 200 l/h. Po czasie 1 h działania tej atmosfery w sposób nagły dokonano wyłączenia wyładowania jarzeniowego i przedmiot obrabiany zanurzono w wodzie. Warstwa powierzchniowa przedmiotu obrabianego miała strukturę azotku żelaza ϵ .

Przykład III. Wykonano wszystkie czynności jak w przykładzie I, z tym, że dwutlenek siarki dozowano w atmosferze azotującej w ilości 0,01% wagowo. Otrzymano warstwę azotowaną mającą strukturę o przewodzie w warstwie powierzchniowej azotku γ' (Fe_4N) o sieci regularnej.

Przykład IV. Wykonano wszystkie czynności jak w przykładzie I, z tym, że dwutlenek siarki dozowano w ilości 1,1% wagowo. Uzyskano strukturę warstwy azotowanej składającą się z azotku żelaza ϵ i pewnej, wyraźnie wykrywalnej metodą rentgenowską, ilości siarczków żelaza.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania monofazowej warstwy powierzchniowej azotków żelaza ϵ na drodze azotowania jonowego stopów żelaza, polegający na działaniu na podgrzany przedmiot obrabiany atmosferą zawierającą związki azotu, uaktywnianiu tej atmosfery przez utrzymywanie wyładowania jarzeniowego, a następnie chłodzeniu przedmiotu obrabianego, **znamienny tym**, że do atmosfery azotującej wprowadza się mikrododatek związków siarki w ilości mniejszej niż niezbędna do wytworzenia w warstwie powierzchniowej siarczków żelaza, lecz wystarczającej dla przeciwdziałania tworzeniu się w warstwie powierzchniowej fazy γ' (Fe_4N), przy czym przedmiot obrabiany po przeprowadzeniu procesu azotowania poddaje się ewentualnie przyspieszonemu chłodzeniu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako mikrododatek związków siarki stosuje się dwutlenek siarki, w ilości 0,03—1,0% wagowo w stosunku do wszystkich gazów wchodzących w skład atmosfery azotującej.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że przedmiot obrabiany poddaje się przyspieszonemu chłodzeniu przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego, lub przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego i działanie na przedmiot obrabiany ośrodka ciekłego, lub przez nagłe wyłączenie wyładowania jarzeniowego i działanie na przedmiot obrabiany cyrkulującego ośrodka gazowego, zwłaszcza mieszaniny azotu z wodorem.