



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 28.XII.1960 (P 95 434)

Pierwszeństwo: 29.XII.1959 Czechosłowacja

Opublikowano: 20.III.1965

Kl. ~~48.1.13~~

486 11/04
MKP C23C

UKD 11/04.

BIBLIOTEKA

Twórca wynalazku: inż. Pavel Hrbak

Właściciel patentu: Statni vyzkumny ustav ochrany materialu G. V. Aki-
mova, Praga (Czechosłowacja)

Sposób dyfuzyjnego wytwarzania powłok chromowych na żelazie i materiałach zawierających żelazo jako główny składnik

1

W celu oszczędzania stopów, opracowano już szereg metod chromowania przez dyfuzję. Dwie z nich są podstawowe, a mianowicie chromowanie bezpośrednie i chemiczne.

W procesie chromowania bezpośredniego wykorzystano różnicę w prężności par chromu i żelaza bezpośrednie zetknięcie między chromem i żelazem. Procesy te wymagają wysokich temperatur (1300—1400°C) i prowadzenia ich w próżni.

Chromowanie chemiczne prowadzi do pomyślnych rezultatów przy zastosowaniu chromu atomowego, otrzymanego w reakcjach chemicznych z halogenków. Próbowano połączyć sposób chemiczny z bezpośrednim, prowadząc proces w próżni, lecz wyniki nie były zadowalające wskutek tego, że pompa próżniowa ciągle również pary aktywne halogenków, stanowiące podstawę procesu chemicznego. Pary te atakowały materiał z którego była zrobiona pompa próżniowa i powodowały korozję.

Dobre wyniki otrzymano za pomocą chromowania w skrzyniach napełnionych mieszaniną granulowanego chromu i kaolinu z dodatkiem 3% chlorku amonowego. Uszczelnienia skrzyń dokonywano za pomocą stopionego krzemianu. Sposób DAL stosowany w Anglii stanowi dalsze ulepszenie sposobu powyższego chromowania polegające na zastosowaniu jodku amonowego zamiast chlorku amonowego.

2

Sposoby te wykazują jednak niedogodności, z których główna polega na niewystarczającym uszczelnieniu skrzyni za pomocą stopionego krzemianu, co powoduje utlenianie warstwy utworzonej z mieszaniny wyżej wymienionej tak, że trwałość jej jest wskutek tego ograniczona. W celu usunięcia tej niedogodności, byłoby konieczne prowadzenie procesu w kosztownych piecach w obojętnej atmosferze.

Wynalazek dotyczy procesu chromowania przez dyfuzję, żelaza i materiałów zawierających żelazo jako główny składnik przy zastosowaniu mieszaniny sproszkowanego chromu lub żelazochromu, obojętnej substancji ceramicznej i halogenku, w temperaturze 850—1100°C i pod obniżonym ciśnieniem, a mianowicie 0,83—0,55 atm.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie pompy próżniowej koniecznej do wytworzenia podciśnienia w retorcie, w której prowadzi się chromowanie.

W tym celu wypełnioną retortę ogrzewa się do temperatury 850—1100°C, a po zakończeniu ucho-
dzenia z niej gazów zamyka się ją hermetycznie w sposób mechaniczny po czym chłodzi ją zewnętrznie. Powstające w wyniku podciśnienie, nie spowodowane przez wyciąganie gazów za pomocą pompy próżniowej, stwarza korzystniejsze warunki biegu procesu, ponieważ wszystkie aktywne gazy, których obecność jest korzystna, pozostają w retorcie. Podciśnienie to spowodowane jest

zmianą fazy gazowej w fazę ciekłą, co pociąga za sobą zmniejszenie objętości oparów.

Proces chromowania objęty wynalazkiem polega na tworzeniu się w wysokich temperaturach chromu atomowego, który przenoszony jest na powierzchnię przedmiotu poddawanego chromowaniu za pomocą jonu chlorowcowego. Na powierzchni przedmiotu następuje dyfuzja chromu do materiału. Z halogenków najdogodniejszym do tego celu okazał się jodek amonowy, który dodaje się do mieszaniny w formie proszku, i w wysokiej temperaturze rozkłada się dając ciąg następujących reakcji:

1. $\text{NH}_4\text{J} = \text{NH}_3 + \text{HJ}$
2. $2\text{NH}_3 = \text{N}_2 + 3\text{H}_2$
3. $2\text{HJ} = \text{J}_2 + \text{H}_2$
4. $\text{Cr}^\circ + 2\text{HJ} = \text{CrJ} + \text{H}_2$
5. $\text{CrJ}_2 + \text{Fe} = \text{FeJ}_2 + \text{Cr}^\circ$
6. $\text{CrJ}_2 + \text{H}_2 = 2\text{HJ} + \text{Cr}^\circ$
7. $\text{CrJ}_2 = \text{Cr}^\circ + \text{J}_2$

Jodek żelaza w czasie chłodzenia retorty w pierwszym rzędzie ulega skropleniu zwłaszcza na pokrywie retorty, a tym samym zostaje usunięty z oparów, zaś jodek chromowy łatwo ulegający redukcji dostarcza chromu atomowego, a tym samym umożliwia pochromowanie najbardziej rozwiniętych powierzchni.

Badania wykazały ponadto, że najlepsze wyniki otrzymuje się przy stosowaniu produktów wypalania, najkorzystniej pierwszego wypalania steatytu lub porcelany jako obojętnej substancji ceramicznej. Substancję tę stosuje się w ilości 60% w stosunku do chromu stanowiącego uzupełnienie do 100%. Jodek amonowy stosuje się w ilości 2. 10⁻¹ połowy masy mieszaniny substancji ceramicznej i chromu.

Proces korzystnie jest prowadzić w urządzeniu przedstawionym na rysunku.

Urządzenie to składa się z retorty 1 z kołnierzem chłodzącym 6. Do retorty wstawiony jest pojemnik 2 pokryty izolacją cieplną 5. Retorta zamknięta jest pokrywą 7 posiadającą chłodzoną ścianę czołową. Przez pokrywę przechodzi przewód zakończony zamknięciem hydraulicznym 8 i miernikiem podciśnienia 9.

Przedmioty przeznaczone do chromowania 3 wraz z mieszaniną chromującą 4 umieszcza się w pojemniku 2, ten ostatni umieszcza się wewnątrz retorty 1, nakłada izolację cieplną, retortę zamyka pokrywą i rozpoczyna prowadzenie procesu chromowania, jak już wspomniano, od usunięcia gazów utworzonych przy ogrzewaniu retorty do temperatury 850—1100°C.

Nadmienić należy, że gazy te usuwa się przez przewody połączone z retortą i zaopatrzone w zawory, które umożliwiają szczelne zamknięcie retorty po usunięciu gazów.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób dyfuzyjnego wytwarzania powłok chromowych na żelazie i materiałach zawierających żelazo jako główny składnik, przy zastosowaniu mieszaniny sproszkowanego chromu lub żelazochromu, obojętnej substancji ceramicznej i halogenku w retorcie, w granicach temperatur 850—1100°C, pod zmniejszonym ciśnieniem 0,83—0,55 atm, **znamienny tym**, że po ogrzaniu retorty do temperatury 850—1100°C zamyka się ją hermetycznie natychmiast, gdy gazy wytworzone na początku ogrzewania zaprzestaną uchodzić oraz chłodzi się ją zewnątrz, wskutek czego powstaje podciśnienie wewnątrz retorty.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako obojętną substancję ceramiczną stosuje się produkt wypalania porcelany lub steatytu.

FIG. 1.

