



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105986219 B

(45)授权公告日 2019.06.04

(21)申请号 201610521817.2

(22)申请日 2016.07.04

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105986219 A

(43)申请公布日 2016.10.05

(73)专利权人 常州大学

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路1号

(72)发明人 潘太军 沈杰 刘卫

(51)Int.Cl.

C23C 4/134(2016.01)

C23C 4/10(2016.01)

C23C 4/18(2006.01)

C23C 4/02(2006.01)

审查员 张改璐

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法

(57)摘要

本发明涉及一种在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法,该工艺方法结合了等离子喷涂与激光重熔处理两种技术的优点,克服了等离子喷涂获得的TiB₂涂层抗热震性差,致密性不足等缺陷,同时避免了激光熔覆工艺对硼化物熔覆困难,涂层应力大、均匀性差等问题。本发明首先通过等离子喷涂技术在金属基体上预制一层TiB₂涂层,通过工艺参数控制涂层孔隙率,随后对涂层激光重熔处理,从而在金属表面获得与基体呈冶金结合、致密的TiB₂涂层。该方法所获得的TiB₂涂层能够显著提高金属基体表面强度和在腐蚀环境中的服役时间。

1. 一种在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法,其特征在于:所述的方法为:

(1)、对金属基体进行表面预处理;

(2)、TiB₂喷涂材料的制备:将TiB₂金属陶瓷粉末与溶解后的聚乙烯醇混合,干燥后经行星磨机球磨,随后采用100[#]、200[#]筛逐级筛取,最终选取粒径为100~200目范围的TiB₂粉末作为喷涂材料;

(3)、将步骤(2)中得到的TiB₂喷涂材料通过等离子喷涂工艺在经过步骤(1)预处理的金属基体表面预制备TiB₂涂层,等离子喷涂工艺的具体操作为:设定喷枪与金属基体间距离为90~110mm,喷涂功率为80~85kW,氩气流速为38~42L/min,氢气流速为15~18L/min,送粉速率为28g/min;

(4)、采用激光熔覆技术对步骤(3)中得到的预制涂层进行重熔处理,获得TiB₂涂层,激光熔覆的功率为60~80W/mm²、频率为5~10Hz、电流脉宽为6~8μs、电流为220A、扫描速率为3~8mm/s、保护气体氮气流速为15L/min。

2. 如权利要求1所述的在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法,其特征在于:步骤(1)中所述的金属基体为不锈钢或钛合金。

3. 如权利要求1所述的在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法,其特征在于:步骤(1)中,将金属基体分别经400[#]和800[#]SiC砂纸打磨处理,并用丙酮清洗干燥,随后对其表面喷砂处理5~10min,直至金属表面失去金属光泽,并用丙酮清洗表面残留的喷砂颗粒后干燥。

一种在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属涂层制备领域,特别涉及一种在金属表面制备硼化钛涂层的工艺方法。

背景技术

[0002] 二硼化钛(TiB_2)作为一种六方晶的准金属化合物,其晶体结构是由硼原子面和钛原子面交替出现而构成二维网状结构,其中硼原子面中的B与另外3个B以共价键相结合,多余的一个电子形成大 π 键,赋予了 TiB_2 优良的导电性,而硼原子面和钛原子面之间Ti-B键决定了 TiB_2 的硬度较高。正是由于 TiB_2 的高导电性和化学稳定性,一直以来被广泛应用于金属表面防护领域。通常制备这种金属陶瓷涂层的方法包括:物理、化学气相沉积法;脉冲电极沉积法;等离子喷涂法等。

[0003] 等离子喷涂工艺具有沉积速度快、生产效率高、涂层均匀性好、适用范围广等优势,也解决了难熔陶瓷材料的喷涂问题,是目前常用的涂层制备工艺方法。然而,等离子喷涂存在一些固有的缺陷,如陶瓷粒子在依次堆积形成涂层过程中,不可避免地产生较多裂纹,且涂层孔隙率较高,因而其耐蚀性与抗氧化性不能得到保证。不仅如此,等离子喷涂所获得的涂层与基材之间界面结合的主要形式为机械结合,抗热震性能差,不能将 TiB_2 涂层的优良性能充分发挥出来。

[0004] 激光熔覆技术作为另一种表面加工技术,它能够将放置在基体表面的欲涂粉末经激光束辐照,使之和基体表面同时熔化形成薄层,并快速凝固形成稀释度极低的表面涂层,从而显著改善基体材料表面的耐磨、耐蚀、耐热以及抗氧化性,此外,通过激光熔覆工艺获得的涂层组织致密,且涂层与基体呈冶金结合,更好地保证了涂层的长期服役性能。然而激光熔覆工更适于自熔性合金等一些材料,而对碳化物,硼化物的熔覆困难,且激光熔覆所获得的涂层往往均匀性较差。

发明内容

[0005] 本发明针对以上背景技术中所阐述的不足,提出一种合理高效、且实用性较强的方案:采用等离子喷涂预制一定孔隙的 TiB_2 涂层后进行激光重熔,既能有效消除涂层内应力、又能增加涂层致密性和结合强度,以此提高 TiB_2 涂层在实际应用时的抗热震性和耐腐蚀性。

[0006] 本发明具体是通过以下四个步骤实现的:

[0007] 1、对金属基体进行表面预处理,

[0008] 金属基体包括但不限于不锈钢、钛合金,

[0009] 预处理操作为:将金属基体分别经400和800[#]SiC砂纸打磨处理,并用丙酮清洗干燥,随后对其表面喷砂(棕刚玉砂)处理5~10min,直至金属表面失去金属光泽,并用丙酮清洗表面残留的喷砂颗粒后干燥;

[0010] 2、 TiB_2 喷涂材料的制备,

[0011] 将TiB₂金属陶瓷粉末与溶解后的聚乙烯醇(PVA)按20:1的质量分数比混合,干燥后经行星球磨机球磨,随后采用100[#]、200[#]筛逐级筛取,最终选取粒径为100~200目范围的TiB₂粉末作为喷涂材料;

[0012] 3、将步骤(2)中得到的TiB₂喷涂材料通过等离子喷涂工艺在经过步骤(1)预处理的金属基体表面制备TiB₂涂层,

[0013] 等离子喷涂工艺的具体操作为:设定喷枪与金属基体间距离为90~110mm,喷涂功率为80~85kW,氩气流速为38~42L/min,氢气流速为15~18L/min,送粉速率为28g/min,

[0014] 制备TiB₂涂层厚度控制在10~15μm,

[0015] 本步骤中,通过等离子喷涂技术来预制一定孔隙的硼化物涂层,一定孔隙的存在可以在后续的激光重熔处理过程中消除涂层因为内应力等因素所导致的涂层裂纹、剥落的问题,也避免了单独使用激光熔覆难以制备性能优良的硼化层;

[0016] 4、采用激光熔覆技术对步骤(3)中得到的预制涂层进行重熔处理,获得TiB₂涂层,

[0017] 激光熔覆的功率设定为60~80W/mm²、频率为5~10Hz、电流脉宽为6~8μs、电流为220A、扫描速率为3~8mm/s、保护气体氮气流速为15L/min。

[0018] 对上述所制备的TiB₂涂层的性能测试方法包括:

[0019] 1、抗热震试验:将涂层试样置于800℃下保温30min后取出,放入室温水淬冷,重复20余次,并观察涂层表面变化;

[0020] 2、动电位扫描:将涂层样品置于0.5mol/L的硫酸溶液中,通过电化学测试评价其在酸性环境耐蚀性。

具体实施方式

[0021] 实施例1

[0022] (1)金属基体选用市售的304L不锈钢,将其切割成10mm×10mm×3mm的片状基材,分别采用400和800[#]SiC砂纸作打磨处理,并用丙酮清洗干燥,随后采用棕刚玉砂对其喷砂处理10min后,使其表面失去金属光泽,并用丙酮清洗干燥;

[0023] (2)将200g的TiB₂金属陶瓷粉末与10g溶解后的聚乙烯醇(PVA)充分混合,干燥后经行星球磨机球磨3h,转速为450r/min;随后采用100[#]、200[#]筛逐级筛取,最终选取粒径为100~200目的TiB₂粉末作为喷涂粉体;

[0024] (3)将步骤(2)中得到的TiB₂喷涂材料通过等离子喷涂工艺在经过步骤(1)预处理的金属基体表面制备TiB₂涂层:喷枪与金属基体间距离为100mm,喷涂功率为80kW,氩气流速为40L/min,氢气流速为15L/min,送粉速率保持为28g/min,喷涂4分钟。

[0025] 本实例所获得的涂层厚度为12μm,将所制备的涂层未经重熔处理直接进行性能测试,发现在20次的抗热震试验后,涂层出现明显的脱落、起皮现象,与基体结合强度不高;

[0026] 采用动电位极化技术在0.5mol/L H₂SO₄溶液中测试发现该涂层相对于基体,腐蚀电位提升130mV,腐蚀电流有所降低。

[0027] 实施例2

[0028] 步骤(1)、(2)、(3)同实施例1;

[0029] (4)采用激光熔覆技术对步骤(3)中得到的预制涂层进行重熔处理:熔覆功率为80W/mm²;频率为10Hz;电流脉宽为8μs;电流为220A;扫描速率为3mm/s;保护气体氮气流速

为15L/min。

[0030] 本实例所获得的涂层厚度为12 μm ,将所制备的涂层未经重熔处理直接进行性能测试,发现在20次的抗热震试验后,涂层未出现脱落迹象,涂层表面也未出现明显的变化,仍结合牢固;

[0031] 采用动电位极化在0.5mol/L的 H_2SO_4 溶液中测试,发现该涂层相对于基体,腐蚀电位提升312mV,腐蚀速率下降明显,耐蚀性能提高。对比实施例1中直接喷涂的 TiB_2 层,重熔处理后的抗热震性、耐蚀性显著提高,涂层与基体的结合力好。

[0032] 实施例3

[0033] 步骤(1)、(2)同实施例1;

[0034] (3)将步骤(2)中得到的 TiB_2 喷涂材料通过等离子喷涂工艺在经过步骤(1)预处理的金属基体表面制备 TiB_2 涂层:喷枪与金属基体间距离为100mm,喷涂功率为80kW,氩气流速为40L/min,氢气流速为15L/min,送粉速率保持为28g/min,喷涂5分钟;

[0035] (4)采用激光熔覆技术对步骤(3)中得到的预制涂层进行重熔处理:熔覆功率为80W/ mm^2 ;频率为10Hz;电流脉宽为8 μs ;电流为220A;扫描速率为5mm/s;保护气体氮气流速为15L/min。

[0036] 本实例所获得的涂层厚度为14 μm ,将所制备的涂层未经重熔处理直接进行性能测试,发现在20次的抗热震试验后,涂层未出现脱落迹象,涂层表面也未出现明显的变化,仍结合牢固;

[0037] 采用动电位极化在0.5mol/L的 H_2SO_4 溶液中测试,发现该涂层相对于基体,腐蚀电位提升291mV,腐蚀速率下降明显,耐蚀性能提高。对比实施例1中直接喷涂的 TiB_2 层,重熔处理后的抗热震性、耐蚀性显著提高,涂层与基体的结合力好。

[0038] 实施例4

[0039] 步骤(1)、(2)同实施例1;

[0040] (3)将步骤(2)中得到的 TiB_2 喷涂材料通过等离子喷涂工艺在经过步骤(1)预处理的金属基体表面制备 TiB_2 涂层:喷枪与金属基体间距离为100mm,喷涂功率为80kW,氩气流速为40L/min,氢气流速为15L/min,送粉速率保持为28g/min,喷涂4分钟;

[0041] (4)采用激光熔覆技术对步骤(3)中得到的预制涂层进行重熔处理:熔覆功率为80W/ mm^2 ;频率为10Hz;电流脉宽为8 μs ;电流为220A;扫描速率为8mm/s;保护气体氮气流速为15L/min。

[0042] 本实例所获得的涂层厚度为14 μm ,将所制备的涂层未经重熔处理直接进行性能测试,发现在20次的抗热震试验后,涂层未出现脱落迹象,但涂层表面出现了细微的裂纹,这是由于扫描速率较快导致的;

[0043] 采用动电位极化在0.5mol/L的 H_2SO_4 溶液中测试,发现该涂层相对于基体,腐蚀电位提升223mV,腐蚀速率下降明显,耐蚀性能提高。