

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014120584/02, 21.05.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
21.05.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.05.2014

(45) Опубликовано: 27.07.2015 Бюл. № 21

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2365671 C1, 27.08.2009. RU 2318077  
C1, 27.02.2008. RU 2276201 C1, 10.05.2006. US  
6673716 B1, 06.01.2004. US 6787010 B2,  
07.09.2004

Адрес для переписки:

450000, Респ. Башкортостан, г. Уфа, ул. К.  
Маркса, 12, УГАТУ, ОИС, Ефремовой В.П.

(72) Автор(ы):

Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU),  
Будилов Владимир Васильевич (RU),  
Рамазанов Игорь Степанович (RU),  
Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU),  
Золотов Илья Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

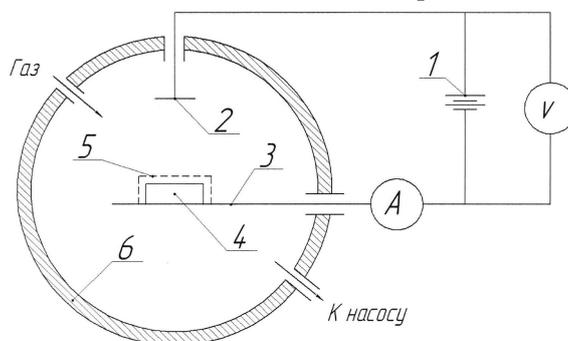
Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
профессионального образования "Уфимский  
государственный авиационный технический  
университет" (RU)

## (54) СПОСОБ УПРОЧНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ В ВАКУУМЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области термической, химико-термической обработки и может быть использовано в машиностроении и других областях промышленности. Способ упрочнения поверхностей деталей из титановых сплавов включает азотирование с последующим отжигом. Азотирование деталей проводят в вакуумной камере в газовой смеси 15 мас.% азота и 85 мас.% аргона при температуре 650-700°C путем вакуумного нагрева в плазме повышенной

плотности с эффектом полого катода. Плазму повышенной плотности формируют между деталью и экраном, выполненным с отверстиями и изготовленным из титанового сплава, затем проводят вакуумный диффузионный отжиг в аргоне при температуре 800-850°C. Повышается твердость и контактная износостойкость титановых сплавов, при меньшем давлении рабочего процесса и меньшем времени выдержки. 3 ил., 1 пр.



Фиг.3



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C23C 8/36* (2006.01)  
*C23C 8/80* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014120584/02, 21.05.2014

(24) Effective date for property rights:  
21.05.2014

Priority:

(22) Date of filing: 21.05.2014

(45) Date of publication: 27.07.2015 Bull. № 21

Mail address:

450000, Resp. Bashkortostan, g. Ufa, ul. K. Marksa,  
12, UGATU, OIS, Efremovoj V.P.

(72) Inventor(s):

**Ramazanov Kamil' Nurullaevich (RU),  
Budilov Vladimir Vasil'evich (RU),  
Ramazanov Igor' Stepanovich (RU),  
Khusainov Juldash Gamirovich (RU),  
Zolotov Il'ja Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovanija "Ufimskij  
gosudarstvennyj aviatsionnyj tekhnicheskij  
universitet" (RU)**

(54) **SURFACE HARDENING OF TITANIUM ALLOYS IN VACUUM**

(57) Abstract:

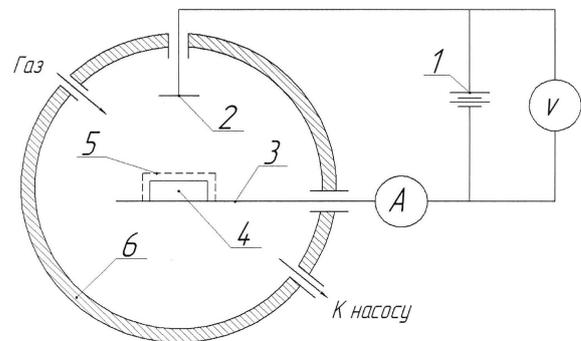
FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to thermal and chemical-thermal processing and can be used in machine building, etc. Proposed process comprises nitride hardening followed by annealing. Nitride hardening is executed in vacuum chamber in gas mix of 15 wt % of nitrogen and 85 wt % of argon at 650-700°C by vacuum heating in high-density plasma with the effect of hollow cathode. Said high-density plasma is generated between the part and perforated shield made of titanium alloy. Then, vacuum diffusion annealing is performed in argon at 800-850°C.

EFFECT: higher hardness and contact wear-resistance at lower working pressure and decreased

holding interval.

3 dwg, 1 ex



Фиг.3

RU 2 558 320 C1

RU 2 558 320 C1

Изобретение относится к области термической, химико-термической обработки и может быть использовано в машиностроении и других областях промышленности.

Известен способ поверхностного упрочнения изделий из титана и титановых сплавов (патент РФ №2318077, С23С 8/06, 04.07.2006), который проводят при помощи термообработки. Термообработку проводят в активной газовой среде. Затем осуществляют частичное удаление газонасыщенного слоя, обладающего повышенной хрупкостью, травлением. Глубину зоны, обладающей повышенной хрупкостью, определяют по формуле, также глубина может быть определена по среднему расстоянию между трещинами, образующимися в газонасыщенном слое при разрушении образца изгибом.

Недостатками данного способа являются:

- высокая трудоемкость;
- снижение ресурса работы в условиях интенсивного износа, так как при обработке данным способом травитель может удалить часть диффузионной зоны с поверхности деталей.

Известен способ модификации поверхности изделий из титановых сплавов (патент РФ №2346080, С23С 8/02, 25.01.2007), который проводят при помощи электроискрового легирования поверхностного слоя с последующим оксидированием или азотированием. Электроискровое легирование проводят нитридообразующими элементами или сплавами на их основе. Затем осуществляют термическое оксидирование в окислительной воздушной среде при температуре 600-800°C в течение 2-16 часов или диффузионное азотирование, проводят в каталитически приготовленных газовых аммиачных средах при температуре 500-680°C в течение 15-40 часов.

Недостатками данного способа являются:

- высокая трудоемкость;
- большая длительность процесса;
- азотирование титанового сплава проводят в аммиачной среде, что может приводить к охрупчиванию поверхности вследствие образования гидридов титана.

Известен способ азотирования стальных изделий в тлеющем разряде (патент РФ №2276201, С23С 8/36, 9.11.2004), который осуществляют путем вакуумного нагрева изделий в плазме азота повышенной плотности, формируемой между деталью и экраном за счет эффекта полого катода. Процесс азотирования проводят при температуре 700-750°C. После азотирования проводят поверхностную закалку охлаждением в потоке аргона со скоростью, превышающей критическую скорость закалки стали.

Недостатками данного способа являются:

- невозможность проведения азотирования титановых сплавов в плазме повышенной плотности, так как применение стальных экранов может приводить к попаданию распыленных частиц железа на обрабатываемую поверхность и блокированию диффузии азота вглубь обрабатываемой поверхности;
- снижение эффективности диффузии азота вглубь изделий, так как азотирование проводят в среде азота, что приводит к образованию сплошной нитридной пленки на поверхности.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту к заявляемому является способ упрочнения титановых сплавов в газовой среде (патент РФ №2365671, С23С 8/80, 06.12.2007), по которому проводят высокотемпературное азотирование при температурах 700-750°C в течение 10-30 мин. Затем проводят восстановительный отжиг в аргоне при температуре, превышающей температуру азотирования на 100-150°C, время отжига вычисляют по формуле

$$\tau_{\text{отж}} = 0,75 \cdot (K_{\text{азот}}/K_p) \cdot \exp(E_p/RT_{\text{отж}} - E_{\text{азот}}/RT_{\text{азот}}) \cdot \tau_{\text{азот}},$$

где  $K_{\text{азот}}$ ,  $K_p$  - эмпирические коэффициенты учитывающие соответственно скорость

образования и скорость растворения нитридного газонасыщенного слоя,  $\text{мкм}^2/\text{с}$ ;

5  $E_{\text{азот}}$  - энергия активации процесса, контролирующего повышение концентрации азота в охрупченном азотированием слое, Дж/моль;

$E_p$  - энергия активации процесса, контролирующего понижение концентрации азота в охрупченном азотированием слое, Дж/моль;

$R$  - газовая постоянная, Дж/К·моль;

10  $T_{\text{азот}}$  - температура азотирования, К;

$T_{\text{отж}}$  - температура восстановительного отжига, К;

$\tau_{\text{азот}}$  - время азотирования, с.

Недостатками прототипа являются:

15 - снижение эффективности процесса насыщения при азотировании, так как высокотемпературная обработка в открытой атмосфере приводит к образованию оксидных пленок на обрабатываемой поверхности;

- небольшая продолжительность азотирования, вследствие чего образуется малая толщина диффузионной зоны либо диффузионная зона не образуется.

20 Задачей, на решение которой направлено предлагаемое изобретение, является повышение содержания азота в обрабатываемой поверхности за счет азотирования в плазме повышенной плотности, что приведет к повышению твердости и, как следствие, к износостойкости, а также улучшение эксплуатационных характеристик, расширение функциональных возможностей способа, за счет последующего диффузионного отжига,

25 что приведет к снижению хрупкости и повышению пластичности.

Техническим результатом является повышение твердости и контактной износостойкости титановых сплавов, при меньшем давлении рабочего процесса и меньшем времени выдержки.

30 Задача решается и технический результат достигается способом упрочнения титановых сплавов, включающим азотирование с последующим отжигом, по которому, согласно изобретению, азотирование проводят в вакуумной камере в газовой смеси 15 мас.% азота и 85 мас.% аргона при температуре 650-700°C путем вакуумного нагрева в плазме повышенной плотности с эффектом полого катода, причем плазму повышенной плотности формируют между деталью и экраном, выполненным с отверстиями и

35 изготовленным из титанового сплава, затем проводят вакуумный диффузионный отжиг в аргоне при температуре 800-850°C.

Вакуумный диффузионный отжиг в аргоне проводят после азотирования с целью уменьшения толщины нитридного слоя, вследствие эффективной диффузии азота с поверхности вглубь материала под температурным воздействием.

40 Плазма повышенной плотности обеспечивается за счет эффекта полого катода.

Эффект полого катода проявляется в значительном повышении плотности тока, увеличении степени ионизации при одновременном снижении напряжения горения разряда.

Экран выполнен из титановой пластины с отверстиями.

45 Существо изобретения поясняется чертежами.

На фиг. 1 изображены параметры экрана для создания эффекта полого катода, где  $a$  - диаметр отверстия,  $b$  - расстояние между центрами отверстий. На фиг. 2 изображен экран из титанового сплава для создания эффекта полого катода. На фиг. 3 изображена

схема реализации способа ионного азотирования титанового сплава в тлеющем разряде с эффектом полого катода.

Схема содержит источник питания 1, анод 2, катод 3, катод-деталь 4, экран 5, изготовленный из титанового сплава в виде пластины с отверстиями, установленный на определенном расстоянии от катод-детали 4, корпус из металла вакуумной камеры 6.

Пример конкретной реализации способа.

Способ осуществляется следующим образом: в вакуумной камере (фиг. 3) на определенном расстоянии от обрабатываемой поверхности устанавливают экран, выполненный из титанового сплава с расчетными параметрами  $a$  и  $b$  ( $b=2a$ ) (фиг. 1), деталь и экран подключают к отрицательному электроду, герметизируют камеру и откачивают воздух до давления 133 Па. После эвакуации воздуха камеру продувают рабочим газом в течение 5-15 мин при давлении - 1330 Па, затем откачивают камеру до давления 20-30 Па, подают на электроды напряжение и возбуждают тлеющий разряд. При напряжении 900-1100 В на этой стадии осуществляется катодное распыление. После 5-20-минутной обработки поверхности по режиму катодного распыления напряжение понижают до рабочего, а давление повышают до 90 Па. Рабочая смесь имеет состав газов - 15% азота - 85% аргона.

С помощью эффекта полого катода, возникающего в полости между экраном и обрабатываемой поверхностью, происходит нагрев и азотирование детали в плазме повышенной плотности, обеспечивающий повышение твердости поверхности титанового сплава. Продолжительность насыщения составляет 4 часа при температуре 650-700°C.

После азотирования в камере повышают давление до 300 Па и проводят диффузионный отжиг при температуре 800-850°C в газовой среде аргона в течение 1 часа.

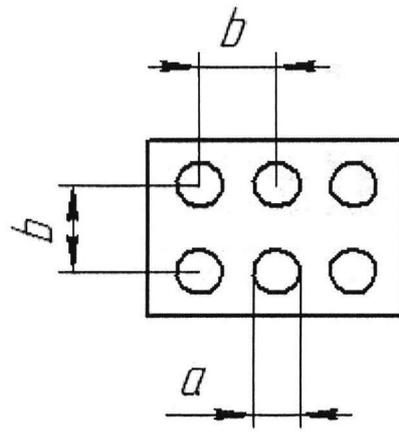
Азотирование в плазме повышенной плотности приводит к интенсификации процесса насыщения обрабатываемой поверхности азотом, что способствует увеличению диффузионной зоны, вследствие увеличения концентрации ионов азота в приповерхностном слое под действием осциллирующих электронов.

На поверхности после азотирования образуется нитридный слой толщиной 2...5 мкм для деталей, работающих при циклических нагрузках (деталь типа стакан), может произойти зарождение трещин под действием знакопеременных нагрузок.

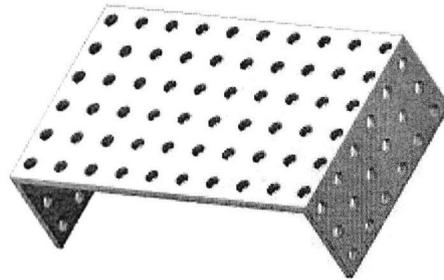
Для ликвидации нитридного слоя после азотирования проводят диффузионный отжиг в газовой среде аргона, что приводит к уменьшению хрупкости, повышению на 10...15% характеристик пластичности сплавов, интенсификации диффузии азота вглубь рабочей поверхности.

#### Формула изобретения

Способ упрочнения поверхностей деталей из титановых сплавов, включающий азотирование с последующим отжигом, отличающийся тем, что азотирование деталей проводят в вакуумной камере в газовой смеси 15 мас.% азота и 85 мас.% аргона при температуре 650-700°C путем вакуумного нагрева в плазме повышенной плотности с эффектом полого катода, причем плазму повышенной плотности формируют между деталью и экраном, выполненным с отверстиями и изготовленным из титанового сплава, затем проводят вакуумный диффузионный отжиг в аргоне при температуре 800-850°C.



Фиг.1



Фиг.2