

УДК 621.785.532

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6

Р. Д. АГЗАМОВ¹, А. Ф. ТАГИРОВ², А. А. НИКОЛАЕВ³

¹vipt127@yandex.ru, ²ainurtagirov@mail.ru, ³nikolaev.aleksej95@gmail.com

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 23.10.2017

Аннотация. Исследовано влияние режимов низкотемпературного ионного азотирования на структуру и свойства титанового сплава ВТ6. Получены кривые распределения микротвердости по глубине модифицированного слоя при различных температурах и времени выдержки. Установлено, что глубина азотированного слоя зависит от температуры обработки. Представлены результаты измерения остаточных напряжений в поверхностном слое образцов после низкотемпературного ионного азотирования. Установлено, что азотирование в тлеющем разряде при низких температурах приводит к формированию сжимающих остаточных напряжений.

Ключевые слова: ионное азотирование; титановые сплавы; тлеющий разряд; остаточные напряжения; микротвердость поверхности.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время титановые сплавы нашли широкое применение благодаря таким достоинствам, как превосходная коррозионная стойкость, высокая удельная прочность, низкий модуль упругости, немагнитность, малый коэффициент термического расширения, которые очень благоприятны для авиационных и аэрокосмических изделий [1]. Сплав ВТ6 очень часто используется в промышленности, так как демонстрирует не только превосходные механические свойства, но и замечательную коррозионную стойкость во многих агрессивных средах. Однако низкая твердость и неудовлетворительные трибологические свойства ограничили его применение в инженерных областях. Для улучшения поверхностных механических свойств титановых сплавов существует ряд способов упрочнения. Наиболее распространенными и эффективными являются различные методы модификации поверхности, в частности азотирование. Обычно традици-

онное газовое азотирование титановых сплавов проводят при высоких температурах (выше полиморфного превращения) от 850 до 1050 °С и требует длительных выдержек более 30 ч. В процессе азотирования на поверхности титана и титановых сплавов образуются нитридная зона, состоящая из моонитрида титана TiN (δ -фаза) твердостью около 1500 HV, и подслоя диффузионной зоны (твердого раствора азота в титане) максимальной твердостью 700 HV. Между ними иногда наблюдается темная полоса, состоящая из α +Ti₂N или Ti₂N+TiN [2]. Нитридная зона замедляет диффузию азота вглубь материала [3, 4]. Также высокая температура обработки негативно сказывается на механических свойствах титановых сплавов в связи с тем, что в материале протекают структурно-фазовые превращения. Так, при охлаждении с более высоких температур происходит больший распад моонитрида титана и происходит значительный рост зерна [1].

В связи с этим перспективным методом упрочнения титановых сплавов становится низкотемпературное ионное азотирование, которое обладает следующими преимуществами по сравнению с традиционным газовым азотированием [1]:

- более высокая скорость насыщения, которая позволяет понизить температуру и сократить время обработки;
- широкий диапазон изменения параметров процесса для получения заданных характеристик поверхностного слоя;
- минимальные деформации деталей благодаря равномерному нагреву;
- возможность азотирования титановых сплавов без дополнительной депассивирующей обработки.

Стоит отметить, что согласно исследованиям [5] после ионного азотирования при температурах ниже полиморфного превращения образуется толстый модифицированный слой. В этом случае под тонким нитридным слоем, состоящим из δ -фазы и $\epsilon+\alpha$ фаз, образуется большая диффузионная зона. Наличие протяженной диффузионной зоны благоприятно сказывается на усталостных характеристиках. Так, по мнению авторов [6, 7] большой нитридный слой и незначительный диффузионный при высокотемпературном газовом азотировании отрицательно сказывается на усталостных характеристиках сплава. Это приводит к повышенному трещинообразованию вследствие толстого нитридного слоя, а также быстрого их распространения из-за укрупненных зерен. Также автором [5] было установлено, что высокотемпературное азотирование приводит к перераспределению легирующих элементов и образованию альфированной зоны в приповерхностном слое. В результате таких процессов происходит появление растягивающих остаточных напряжений, что негативно сказывается на усталостной прочности.

В данной статье исследовано влияние режимов низкотемпературного азотирования на структуру и свойства титанового сплава ВТ6.

МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследование проводилось на образцах, изготовленных из широко используемого в различных отраслях промышленности двухфазного титанового сплава ВТ6, химический состав которого приведен в табл. 1.

Таблица 1
Химический состав в % сплава ВТ6

Al	V	Fe	Si	C	N
6,5	5,1	0,1	0,03	0,02	0,01

Для определения влияния режимов ионного азотирования на структуру и механические свойства проведена серия экспериментов по низкотемпературному ионному азотированию титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде на модернизированной установке ЭЛУ-5М (рис. 1).

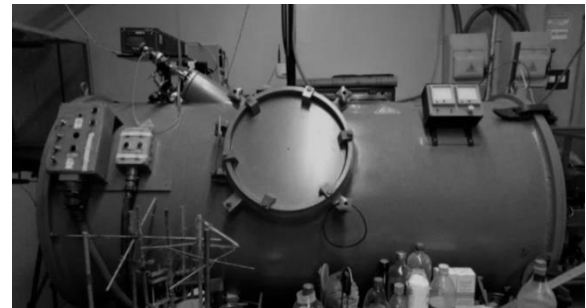


Рис. 1. Внешний вид установки ЭЛУ-5М

С целью выявления зависимости влияния длительности и температуры обработки на кинетику роста и изменение микротвердости по глубине диффузионного слоя, а также остаточных напряжений в упрочненном слое образцы азотировались при различных значениях температуры, давления и длительности обработки. Режимы низкотемпературного ионного азотирования представлены в табл. 2.

Таблица 2
Режимы низкотемпературного ионного азотирования

№ режима	Температура, °С	Длительность, ч
1	450±10	1
2	450±10	3
3	500±10	1
4	500±10	3
5	550±10	1
6	550±10	3
7	600±10	1
8	600±10	3

Процесс азотирования проводился при постоянной прокатке в газовой среде $15\%N_2+85\%Ar$. Отсутствие водорода в газовой среде, хоть и он ускоряет процесс азотирования, обусловлено тем что, диффундируя в поверхностный слой водород резко увеличивает хрупкость слоя, данный факт подтверждается в работе [8].

Измерения микротвердости по глубине азотированного слоя проводили по методу восстановленного отпечатка в соответствии с ГОСТ 9450-76 с помощью микротвердомера Struers Duramin-1/-2. Величина статической нагрузки, приложенной к алмазному индентору в течение 10 с составляла 490,3 мН (50 г). Глубину упрочненного слоя определяли по кривой распределения твердости до значения твердости исходного материала.

Исследование микроструктуры упрочненного слоя проводилось с помощью оптического микроскопа Olympus GX-51.

Для определения влияния режимов низкотемпературного азотирования на величину остаточных напряжений использовалась методика прецизионного измерения изменений межплоскостных расстояний, определяемых по смещению дифракционных линий. Измерение осуществлялось на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-4».

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Измерения микротвердости по глубине показали, что после азотирования наблюдается увеличение поверхностной микротвердости, которое связано с образованием на поверхности образцов нитридного слоя, имеющего характерный золотистый оттенок, и наличием диффузионной зоны [9]. На рис. 2 представлены кривые распределения твердости по глубине модифицированного слоя для различных температур.

Анализ зависимостей (рис. 2) показал, что микротвердость по глубине на образцах снижается плавно, что свидетельствует о наличии протяженного слоя с повышенной твердостью. Также с увеличением температуры обработки толщина модифицированного слоя возрастает.

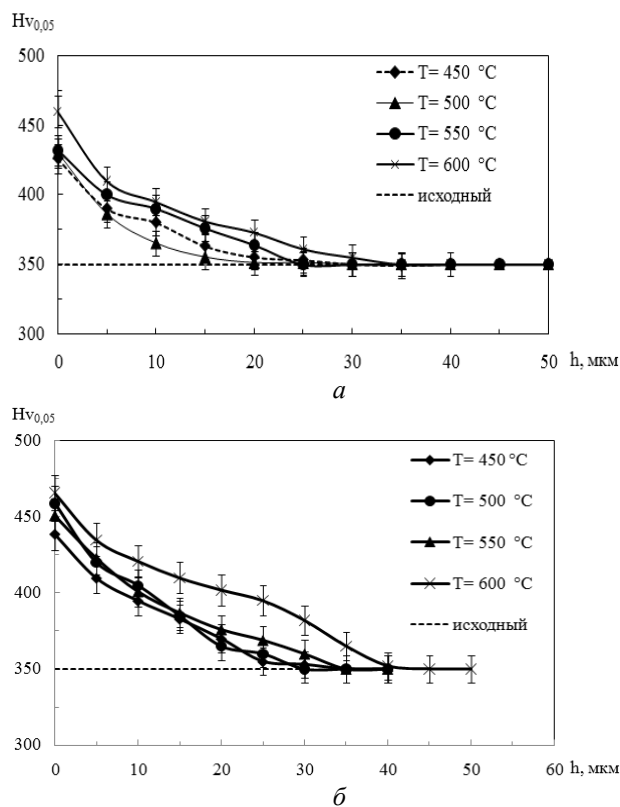


Рис. 2. Распределение микротвердости по глубине образцов в зависимости от температуры азотирования: $a - t = 1$ ч; $b - t = 3$ ч

Так, после азотирования в плазме тлеющего разряда в течение 1 ч при температуре $450^{\circ}C$ толщина упрочненного слоя составила ~ 20 мкм, при $500^{\circ}C$ ~ 21 мкм, при $550^{\circ}C$ ~ 24 мкм, при $600^{\circ}C$ ~ 33 мкм. Толщина слоя при повышении температуры с 450 до $600^{\circ}C$ возрастает \sim в 1,5 раза. Это объясняется тем, что азотирование является термически активируемым диффузионным процессом [10, 11]. Данная закономерность наблюдается в работе [12], где авторы показывают, что толщина азотированного слоя зависит от температуры, как любой термически активируемый процесс, подчиняется экспоненциальному закону, а кинетика ионного азотирования титановых сплавов описывается квадратичной параболической зависимостью, так как процесс контролируется диффузией азота в металле.

Также важным параметром является время выдержки. Так увеличение толщины слоя наблюдается \sim в 1,3 раза и при увеличении времени выдержки с 1 до 3 ч при температуре $450^{\circ}C$ толщина упрочненного

слоя составила ~ 28 мкм, при 500°C ~ 31 мкм, при 550°C ~ 35 мкм, при 600°C ~ 41 мкм.

На рис. 3 приведена зависимость изменения поверхностной микротвердости по глубине азотированного слоя титанового сплава ВТ6 при различном давлении в рабочей камере, температура азотирования составляла 450°C в течение 1 ч.

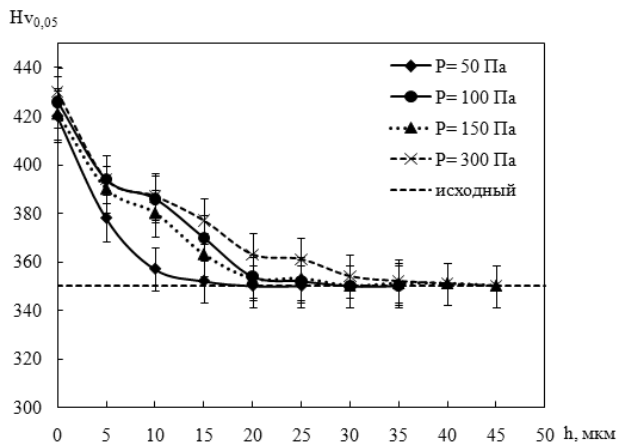


Рис. 3. Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя при различном давлении насыщающей среды в плазме тлеющего разряда

Анализ зависимости (рис. 3) показал, что с увеличением давления насыщающей среды толщина упрочненного слоя возрастает. Так, после азотирования в плазме тлеющего разряда при температуре 450°C и давлении 50 Па толщина упрочненного слоя составила ~ 16 мкм, при 100 Па ~ 20 мкм, при 150 Па ~ 20 мкм, при 300 Па ~ 32 мкм.

Исходная микроструктура титанового сплава ВТ6 в отожженном состоянии представлена на рис. 4.

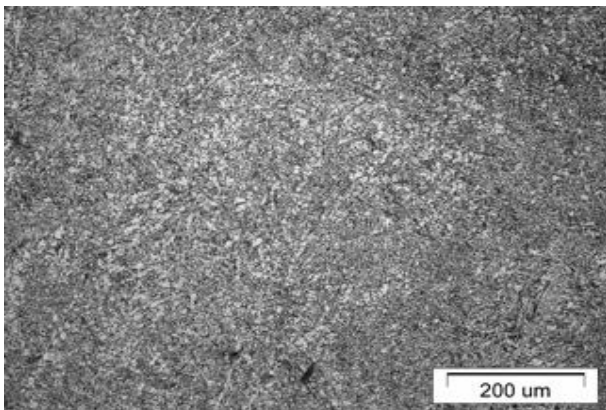
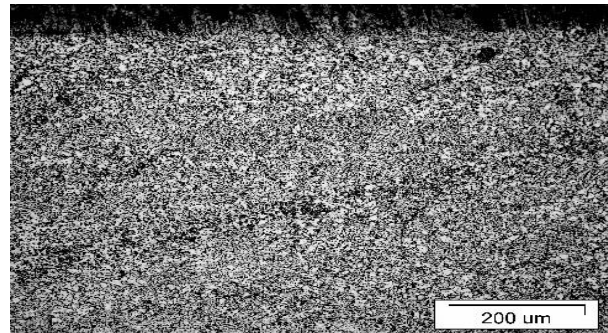
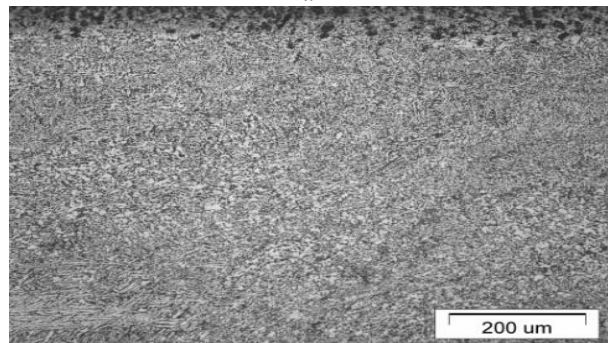


Рис. 4. Микроструктура сплава ВТ6 после отжига

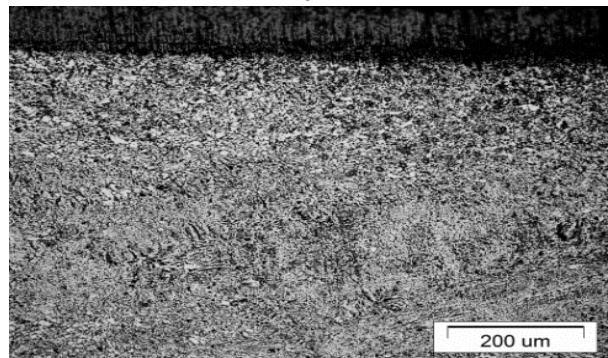
Микроструктура образцов после различных режимов обработки поверхности представлена преимущественно равноосными зернами α -фазы [13] с пограничными выделениями β -фазы каплевидной и игольчатой, вытянутой формы (рис. 5).



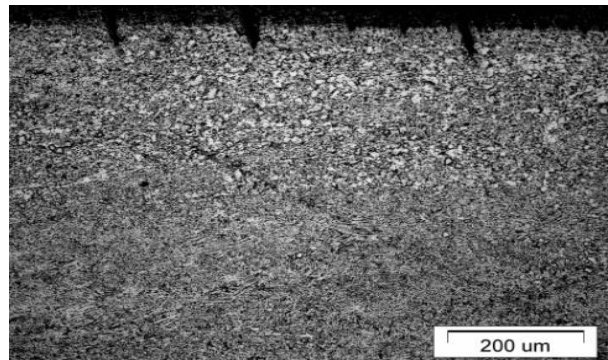
a



б



в



г

Рис. 5. Микроструктура сплава ВТ6 после низкотемпературного ионного азотирования при $t=1$ ч:
a – 450°C ; *б* – 500°C ; *в* – 550°C ; *г* – 600°C

Исходная структура представляет собой мелкие равноосные и вытянутые кристаллиты α -фазы со средним размером 7,5 мкм. β -фаза в сплаве распределена по границам α -фазы и имеет вытянутую каплевидную и игольчатую форму, а средний размер зерна β -фазы составляет 2,1 мкм. Также в структуре обнаруживаются зерна, вытянутые вдоль направления прокатки.

Обработка при температуре 450°C не приводит к изменению микроструктурных параметров образцов, и зерна фаз остаются равноосными. Отсутствует резкая граница между диффузионной зоной и основой материала.

При температуре азотирования 600°C наблюдается укрупнение отдельных кристаллитов, что свидетельствует о начале процесса собирательной рекристаллизации. Микроструктурные параметры в приповерхностном слое не отличаются от параметров в объеме материала.

Известно [14], что с увеличением постоянных растягивающих напряжений предел выносливости деталей уменьшается, а постоянные сжимающие напряжения, наоборот, в большинстве случаев повышают предел выносливости материала.

В поверхностном слое азотированных деталей возникают сжимающие остаточные напряжения за счет образования фаз с увеличенным удельным объемом. Непосредственно под азотированным слоем напряжения становятся растягивающими. После азотирования детали дальнейшей термической обработке не подвергаются, и охлаждение по окончании процесса азотирования происходит медленно, поэтому тепловые остаточные напряжения в этом случае практически отсутствуют.

В табл. 3 представлены значения остаточных напряжений после низкотемпературного ионного азотирования.

Наличие растягивающих напряжений на поверхности исходного образца величиной 7,1 кгс/мм², по-видимому, связано с предварительной механической обработкой (точение, шлифование и т.д.), которая, как правило, вызывает появление остаточных напряжений в тонком поверхностном слое материалов.

Таблица 3

Значения остаточных напряжений на образцах

№ образцов	Температура обработки T , °C	Длительность t , ч	Величины остаточных напряжений $\sigma_{ост}$, кгс/мм ²
Исходный			+7,1±1
после обработки в тлеющем разряде			
1	600	1	-7,4±1
2	550	1	-8,4±1
3	500	1	-19,7±1
4	450	1	-23,7±1

По результатам табл. 3 видно, что температура влияет на величину остаточных напряжений. На поверхности образцов, обработанных в тлеющем разряде, возникают сжимающие напряжения, причем уменьшение температуры обработки приводит к росту величины сжимающих остаточных напряжений и составляет -23,7±1 кгс/мм².

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследования влияния режимов низкотемпературного ионного азотирования на структуру и свойства титанового сплава ВТ6 установлено:

1) длительность и температура обработки оказывают существенное влияние на глубину модифицированного слоя; так, например, повышение температуры с 450 до 600°C приводит к увеличению глубины азотированного слоя с 20 до 33 мкм; также при увеличении времени выдержки наблюдается увеличение глубины азотированного слоя;

2) изменение давления в пределах 50–150 Па не оказывает существенного влияния на поверхностную микротвердость, при этом все значения находятся в пределах погрешности, увеличение давления до 300 Па приводит к незначительному увеличению поверхностной микротвердости и глубины модифицированного слоя;

3) азотирование при температуре 450 и 500°C не приводит к изменению микроструктурных параметров образцов, а при температуре 550°C и выше в образцах наблюдается рост зерен, обусловленный процессами рекристаллизации;

4) на поверхности образцов, обработанных в тлеющем разряде, возникают сжимающие напряжения, причем уменьшение температуры обработки приводит к росту величины сжимающих остаточных напряжений и составляет $-23,7 \pm 1$ кгс/мм².

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Арзамасов Б. Н., Братухин А. Г., Елисеев Ю. С., Панайоти Т. А. Ионная химико-термическая обработка сплавов. М.: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 1999. 400 с. [B. N. Arzamasov, A. G. Bratuhin, YU. S. Eliseev, T. A. Panajoti, *Ion chemical heat treatment of alloys* (in Russian), M.: MG TU im. Bauman, 1999.]
2. Etchessahar E., Bars J. P., Debuigne J. The Ti-N system: Equilibrium between the δ , ϵ and α phases and the conditions of formation of the lobier and marcon metastable phase // *Less Common Metals*, 1987. Vol. 134, № 1, С. 123-139 [E. Etchessahar, J. P. Bars, J. Debuigne, "The Ti-N system: Equilibrium between the δ , ϵ and α phases and the conditions of formation of the lobier and marcon metastable phase," in *Less Common Metals*, vol. 134, no. 1, pp. 123-139, 1987.]
3. Горынин И. В., Чечулин Б. Б. Титан в машиностроении. М.: Машиностроение, 1990. 400 с. [I. V. Gorynin, B. B. Chечulin, *Titanium in mechanical engineering* (in Russian). M.: Mashinostroenie, 1990.]
4. Максимович Г. Г., Федирко В. Н., Спектор Я. И., Пичугин А. Т. Термическая обработка титановых и алюминиевых сплавов в вакууме и инертных средах. Киев: Наук. думка, 1987. с. 184. [G. G. Maksimovich, V. N. Fedirko, YA. I. Spektor, A. T. Pichugin, *Thermal treatment of titanium and aluminum alloys in vacuum and inert atmospheres* (in Russian). Kiev: Nauk. dumka, 1987.]
5. Surface engineering and chemical characterization in ion-nitrided titanium and titanium alloys / T. Bacci [et. al.] // *Materials science*, 1990. Vol. 25, № 10, P. 4309-4314 [T. Bacci et. al. "Surface engineering and chemical characterization in ion-nitrided titanium and titanium alloys," in *Materials science*, vol. 25, no 10, pp. 4309-4314, 1990.]
6. Spies H. J. Surface engineering of aluminium and titanium alloys: an overview // *Surface Engineering*, 2010. Vol. 26, № 1-2. P. 126-134. [H. J. Spies "Surface engineering of aluminium and titanium alloys: an overview," in *Surface Engineering*, vol. 26, no 1-2, pp. 126-134, 2010.]
7. Muraleedharan T. M., Meletis E. I. Surface modification of pure titanium and Ti-6Al-4V by intensified plasma ion nitriding // *Thin Solid Films*, 1992. Vol. 221, № 1-2. P. 104-113. [T. M. Muraleedharan, E. I. Meletis "Surface modification of pure titanium and Ti-6Al-4V by intensified plasma ion nitriding," in *Thin Solid Films*, vol. 221, no. 1-2, pp. 104-113, 1992.]
8. Влияние водорода на процесс ионного азотирования аустенитной стали 12х18н10т / Ю. Г. Хусаинов [и др.] // Вестник УГАТУ. 2017. Т. 21, № 2 (76). С. 24-29. [Yu. G. Khushainov, et al., "Effect of hydrogen on the process of ion nitriding of austenitic steel 12Kh18N10T," (in Russian), in *Vestnik UGATU*, vol. 21, no. 2 (76), pp. 24-29, 2017.]
9. Лопатин И. В., Ахмадеев Ю. Х. Азотирование образцов титановых сплавов в плазме тлеющего разряда с полым катодом // Научные ведомости БелГУ. Серия: Математика. Физика, 2011. Т. 22, № 5. С. 180-186 [I. V. Lopatin, Yu. H. Akhmadeev, "Nitriding of titanium alloys samples in plasma of glow discharge with hollow cathode," (in Russian), in *Nauchnye vedomosti BelGU. Seriya: Matematika. Fizika*, vol. 22, no. 5, pp. 180-186, 2011.]
10. Панайоти И. А., Соловьев Г. В. Ионное азотирование стареющих ($\alpha + \beta$)-сплавов титана // *Митом*. 1996. № 5. С. 28-31. [I. A. Panajoti, G. V. Solov'ev "Ion nitriding of aging ($\alpha + \beta$) -titanium alloys," (in Russian), in *MitOM*, no. 5, pp. 28-31, 1996.]
11. Rie K. T., Lampe Th. Thermochemical surface treatment of titanium and titanium alloy Ti-6Al-4V by low energy nitrogen ion bombardment // *Materials Science and Engineering* 1985. Vol. 69 №2. P. 473-481. [K. T. Rie, Th. Lampe, "Thermochemical surface treatment of titanium and titanium alloy Ti-6Al-4V by low energy nitrogen ion bombardment," in *Materials Science and Engineering*, vol. 69, no. 2, pp. 473-481, 1985.]
12. Азотирование технически чистого титана в тлеющем разряде с полым катодом / Ю. Х. Ахмадеев [и др.] // Письма в журнал технической физики. 2005. Т. 31, № 13. С. 24-30 [Yu. H. Akhmadeev et. al., "Nitriding of commercially pure titanium in a glow discharge with a hollow cathode," (in Russian), in *Pis'ma v zhurnal tekhnicheskoy fiziki*, vol. 31, no. 13, pp. 24-30, 2005.]
13. Золотов И. В., Рамазанов К. Н. Влияние азотирования в тлеющем разряде с полым катодом на структуру и свойства поверхности титановых сплавов VT6 и VT3-1 // Вестник УГАТУ. 2016. Т. 20, № 2 (72). С. 23-28. [I. V. Zolotov, K. N. Ramazanov, "Influence of ion nitriding in glow discharge with hollow cathode on structure and properties of surface of VT6 and VT3-1 titanium alloys," (in Russian), in *Vestnik UGATU*, vol. 20, no. 2 (72), pp. 23-28, 2016.]
14. Исследование влияния остаточных напряжений на сопротивление усталости лопаток газотурбинного двигателя с учетом фрактографических признаков / А. М. Смыслов [и др.] // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2016. № 1 (37). С. 121-130. [A. M. Smyslov, et. al., "Investigation of residual stress influence on gte blades fatigue resistance considering fractographic characteristics," (in Russian), in *Izvestiya vysshih uchebnyh zavedenij. Povolzhskij region. Tekhnicheskie nauki*, no. 1 (37), pp. 121-130, 2016.]

ОБ АВТОРАХ

АГЗАМОВ Рашид Денисламович, доцент. каф. техн. машиностр. Дипл. инж.-мех. (УГАТУ, 1999). Канд. техн. наук (УГАТУ, 2004). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных технологий

ТАГИРОВ Айнура Фиргатович, асп. каф. техн. машиностр. Магистр в области Констр. техн. обесп. маш-х произв. (УГАТУ, 2017). Иссл. в обл. низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов

НИКОЛАЕВ Алексей Александрович, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавр по направлению маш-ие (УГАТУ, 2017). Иссл. в обл. низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов

METADATA

Title: Study of influence of low-temperature ion nitriding on the structure and properties of titanium alloy vt6

Authors: R. D. Agzamov¹, A. F. Tagirov², A. A. Nikolaev³

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹ vipt127@yandex.ru, ² ainurtagirov@mail.ru, ³nikolaev.aleksej95@gmail.com

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 21, no. 4 (78), pp. 11-17, 2017. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The effect of low-temperature ion nitriding regimes on the structure and properties of the titanium alloy VT6 is studied. The microhardness distribution curves for the depth of the modified layer at various temperatures and holding time are obtained. It is established that the depth of the nitrided layer depends on the processing temperature. The results of measuring residual stresses in the surface layer of samples after low-temperature ion nitriding are presented. It is established that nitriding in a glow discharge at low temperatures leads to a change in the sign of the residual stresses on the compressive ones.

Key words: ion nitriding; titanium alloys; glow discharge; residual stresses; microhardness of the surface.

About authors:

AGZAMOV, Rashid Denislamovich assist. prof., Dept. of Mechanical engineering Dipl. engineer-mech. (USATU, 1999). Cand. of tech. Sci. (USATU, 2004).

TAGIROV, Ajnur Firgatovich postgrad. stud. tech. Dept. of Mechanical engineering. Master of Design techn. sup. of mach.-build. prod. (USATU, 2017).

NIKOLAEV, Aleksej Aleksandrovich Mast. Student, Dept. of Mechanical engineering. Bachelor of Mechanical engineering (USATU, 2017).