

УДК 621.785.532

ИОННОЕ АЗОТИРОВАНИЕ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6 В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ЭФФЕКТОМ ПОЛОГО КАТОДА

К. Н. РАМАЗАНОВ¹, И. С. РАМАЗАНОВ²

¹kamram@rambler.ru, ²ramazanov.igor.stepanovish@gmail.com

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

Поступила в редакцию 22.12.2013

Аннотация. Рассмотрен способ ионного азотирования титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде с проявлением эффекта полого катода (ЭПК). Определено влияние ЭПК на параметры тлеющего разряда, структуру и фазовый состав сплава ВТ6. Получены вольт-амперные характеристики, оценена микротвердость по глубине азотированного слоя и обрабатываемой поверхности, проанализирован фазовый состав азотированных образцов в тлеющем разряде с проявлением и без проявления ЭПК.

Ключевые слова: титановые сплавы; ионное азотирование; тлеющий разряд; эффект полого катода; структура и фазовый состав; титановый сплав ВТ6.

ВВЕДЕНИЕ

Из титановых сплавов в авиационной промышленности изготавливаются ответственные изделия, такие как втулки несущего винта вертолетов, валы, шасси, компрессорные части газотурбинных двигателей, диски и лопатки компрессоров низкого и высокого давления.

Однако расширению области применения титановых сплавов препятствуют: низкое сопротивление абразивному и эрозионному изнашиванию, низкая твердость, склонность к схватыванию при работе в узлах трения и низкая износостойкость. В связи с этим актуальной задачей является разработка новых методов поверхностного упрочнения, позволяющих эффективно повышать твердость и трибологические свойства поверхности титановых сплавов [1–4].

В настоящее время эффективным способом модификации поверхности титановых сплавов является химико-термическая обработка (ХТО), а именно – процесс азотирования. Недостатком газового азотирования является длительное время обработки (более 30 ч), и, кроме того, температура достигает 950...1470° С, вследствие чего снижается конструкционная прочность из-за укрупнения структурных составляющих [2].

Одним из путей интенсификации процесса азотирования является использование тлеющих разрядов в газе, что позволяет наряду с большой скоростью насыщения сплавов азотом получать целенаправленно контролируемую структуру

поверхностного слоя при сохранении механических свойств материала с учетом конкретных условий эксплуатации изделий [2, 5–7].

В работах [5–7] для интенсификации процесса ионного азотирования применяют эффект полого катода (ЭПК), использование которого позволяет увеличить скорость насыщения и проводить локальную обработку.

Целью работы является исследование влияния ЭПК на энергетические характеристики процесса ионного азотирования, структуру, фазовый состав и микротвердость поверхностного слоя титанового сплава ВТ6.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты проводили на модернизированной установке ЭЛУ-5 (рис. 1). Образцы были изготовлены из титанового сплава ВТ6, отожженного по ГОСТ 22178-76, в качестве рабочего газа использовалась смесь аргона и азота (Ar-85% и N-15%).

Электронно-лучевая установка (ЭЛУ-5) была переоборудована в установку для проведения процессов азотирования в тлеющем разряде, с применением (ЭПК).

Ионное азотирование проводилось при следующих параметрах: в условия проявления ЭПК рабочее давление $P = 80$ Па, ток разряда $I = 1,5$ А, и напряжение разряда $U = 600$ В; без ЭПК рабочее давление $P = 300$ Па, ток разряда $I = 3$ А, и напряжение разряда $U = 600$ В.

Замеры микротвердости поверхности обрабатываемых образцов осуществлялись на микротвердомере Buehler Omnimet Micromet – 5101 по 10 замеров в каждой области при нагрузке 0,5 Н.

Для исследования структуры сплава применялся растровый электронный микроскоп *GSM 6390 (JEOL)*.

Определение фазового состава исследуемой поверхности осуществлялось при помощи дифрактометра общего назначения ДРОН-4-07 с фокусировкой гониометра по Бреггу–Брентано, с неподвижной рентгеновской трубкой и вращающимся образцом и счетчиком, а также на рентгеновском дифрактометре общего назначения с вертикальным гониометром фирмы *Shimadzu XRD-6000*.

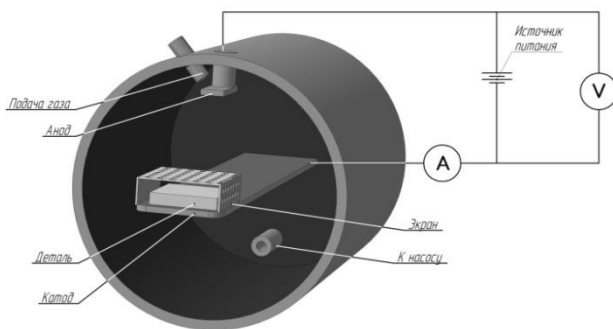


Рис. 1. Устройство для реализации способа азотирования в тлеющем разряде с эффектом полого катода

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Проведенные исследования вольт-амперных характеристик (ВАХ) показали, что в условиях проявления ЭПК ток разряда в несколько раз больше, чем без проявления ЭПК при одинаковом напряжении горения разряда (рис. 2).

Увеличение тока разряда при проявлении ЭПК объясняется тем, что в катодной полости, образованной поверхностью детали и экраном, увеличивается генерация заряженных частиц осциллирующими электронами, возрастает число ионов, бомбардирующих поверхность, и число электронов, эмитируемых катодом.

Результаты измерения микротвердости поверхности исследуемых образцов показали, что после азотирования в тлеющем разряде с ЭПК микротвердость на поверхности увеличилась в 4,1 раза, а без ЭПК – в 2,6 раза (табл. 1).

Повышение микротвердости обусловлено образованием нитридов титана на поверхности образцов. При этом установлено, что микротвердость образца после азотирования в услови-

ях проявления ЭПК по сравнению с азотированием без ЭПК в 1,6 раза выше, что связано с понижением давления до 90 Па [8] и увеличением концентрации ионов азота в катодной полости под действием осциллирующих электронов [7].

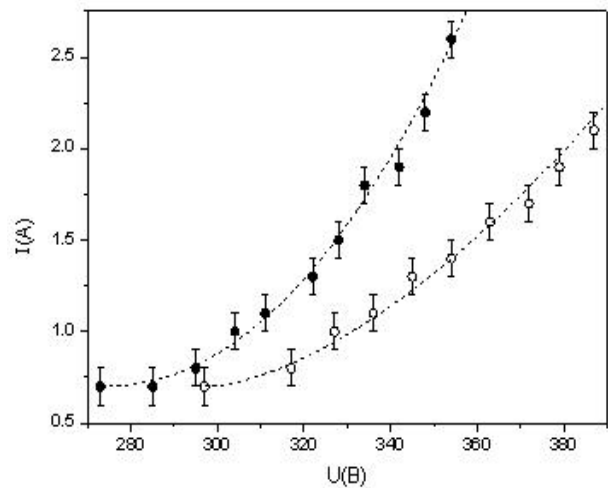


Рис. 2. ВАХ тлеющего разряда при давлении 133 Па:
● – с проявлением ЭПК, ○ – без ЭПК

Результаты измерения микротвердости по глубине азотированного слоя представлены на рис. 3. По графику видно, что ионное азотирование с проявлением ЭПК имеет преимущество перед традиционным ионным азотированием в толщине получаемого слоя. Наблюдается увеличение толщины упрочненного слоя со 180 мкм до 380 мкм, примерно в 2 раза.

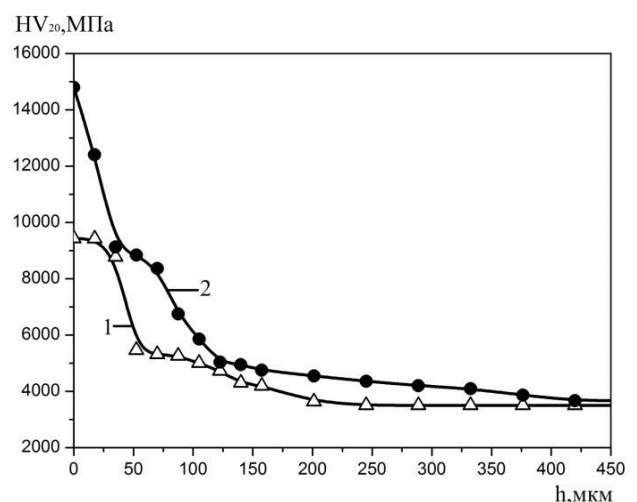


Рис. 3. Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя:
1 – без ЭПК, 2 – с проявлением ЭПК

Таблица 1

Микротвердость с поверхности азотированных образцов

Способ азотирования	Исходная микротвердость H_{v20} МПа	После азотирования H_{v20} МПа	Время насыщения τ , ч	Режимы ионного азотирования			
				Давление P , Па	T , °С	I , А	U , В
С ЭПК	3570	14800	4	90	750	1,5	600
Без ЭПК		9430		300		3	

На рис. 4 и 5 показаны микроструктуры образцов, подвергнутых азотированию в тлеющем разряде различными способами. На поверхности образцов после азотирования как в условиях проявления ЭПК, так и без ЭПК, образуется плотный, хорошо сцепленный с матрицей нитридный слой, который придает азотируемому материалу золотистый цвет.

Анализ микроструктур образцов после азотирования (рис. 4, 5) показал наличие нитридного слоя, который имеет мелкозернистую и равноосную структуру, а также диффузионной зоны.

Нитридный слой после азотирования без ЭПК (рис. 4, I), представляет собой равномерно распределенную смесь α -фазы и $\alpha+\beta$ -фазы с нитридами. Известно [1], что равноосная структура обеспечивает высокие пластические свойства.

Диффузионная зона представляет собой мелкозернистую структуру корзиночного плетения (рис. 4, II). Участки, вытянутые в виде пластин, являются α -фазой, между которыми располагаются смеси α - и β -фаз и твердый раствор на основе азота.

На общем виде микроструктуры (рис. 4) отсутствует крупнозернистая структура, что положительно сказывается на твердости сплава [8]. Переход от азотированного слоя к нижележащим слоям плавный, что является одним из основных требований к азотированному слою [9].

В условиях проявления ЭПК при переходе от нитридного слоя (рис. 5, I) к нижележащей диффузионной зоне (рис. 5, II) наблюдается выделения по границам фаз (рис. 5). Известно [1], что α -фаза начинает выделяться на дефектах структуры границы β -зерен и β -субзерен.

В диффузионной зоне наблюдаются структуры корзиночного плетения, равноосная и игольчатая (рис. 5, II). Отчетливо видны зерна образованных фаз, и при этом возможность «увидеть» структуру связана с образованием α -фазы в виде оторочки по границам новых зерен

[1]. Общий вид микроструктуры (рис. 5) представляет собой локальную микронеоднородную структуру.

Как и в случае азотирования без ЭПК, отсутствует крупнозернистая структура и переход от слоя к слою плавный (рис. 5).

Анализ дифрактограммы образца из сплава ВТ6 в исходном состоянии (рис. 6) показал, что присутствуют интерференционные пики α -Ti и рефлексы средней интенсивности β -фазы, на угле $2\theta = 39,6^\circ$. При этом α -Ti имеет ГПУ-решетку с параметрами $a = 0,29$ нм, $c = 0,467$ нм, β -Ti – ОЦК-решетку с параметрами $a = 0,331$ нм.

На рис. 6–8 приведены дифрактограммы образцов из сплава ВТ6 в исходном состоянии и после азотирования в тлеющем разряде различными способами.

Анализ дифрактограммы образца после азотирования без ЭПК показал (рис. 7), что по сравнению с исходным состоянием произошло уменьшение количества α -фазы и увеличение β -фазы в связи с приближением к температуре полиморфного превращения $\alpha \rightarrow \beta$ -фазы (рис. 7). Установлено, что азотирование привело к синтезу нитридов титана различного стехиометрического состава (TiN , Ti_2N). Это связано с дисперсностью структуры и температурой азотирования, при которой протекают различные диффузионные процессы и химические реакции. Известно [5], что дисперсные частицы нитридов приводят к повышению микродеформации кристаллической решетки матриц, вследствие чего увеличивается твердость слоя.

Анализ дифрактограммы образца из сплава ВТ6 после азотирования в тлеющем разряде с ЭПК (рис. 8) показал, что по сравнению с азотированием без ЭПК произошло увеличение количества β -фазы и нитридов титана (TiN , Ti_2N), что связано с интенсификацией химических реакций и диффузионных процессов вследствие многократного увеличения концентрации ионов азота в зоне обработки [6, 7, 9].

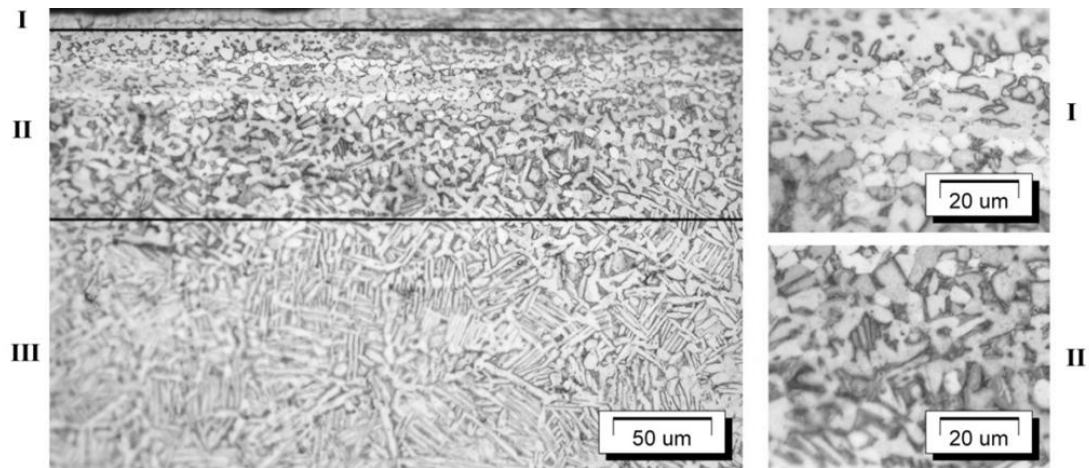


Рис. 4. Микроструктура титанового сплава ВТ6 после азотирования без ЭПК: I – нитридный слой, II – диффузионная зона, III – основа

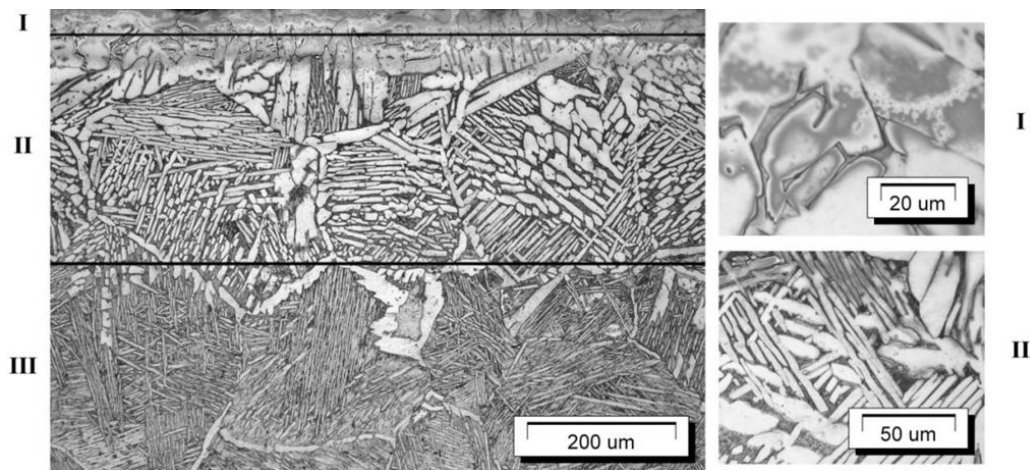


Рис. 5. Микроструктура титанового сплава ВТ6 после азотирования в тлеющем разряде с проявлением ЭПК: I – нитридный слой, II – диффузионная зона, III – основа

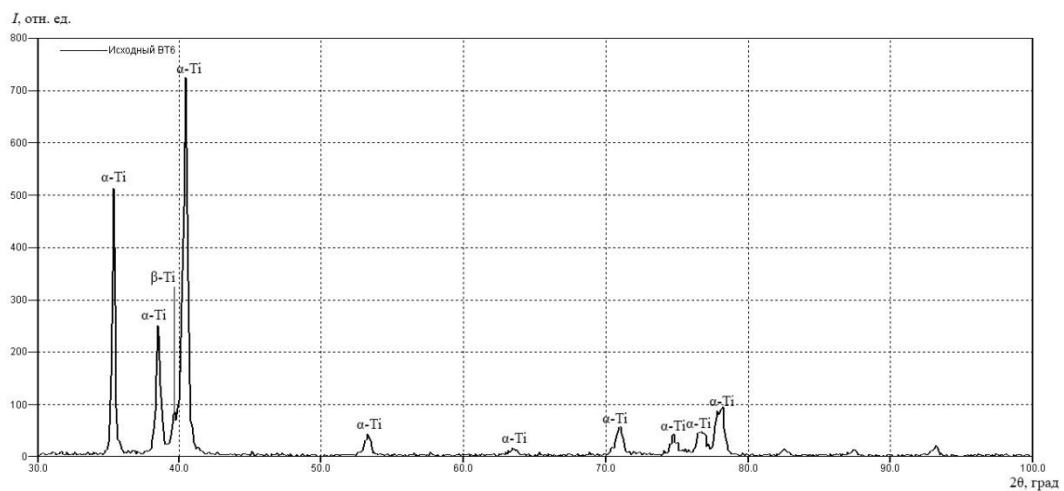


Рис. 6. Дифрактограмма сплава ВТ6 в исходном состоянии

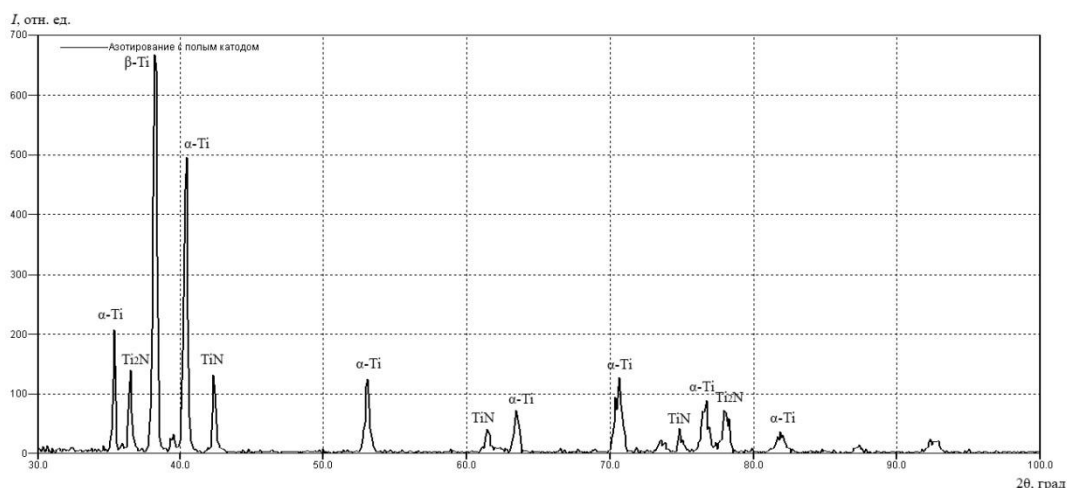


Рис. 7. Дифрактограмма сплава ВТ6 после азотирования в плазме тлеющего разряда без ЭПК

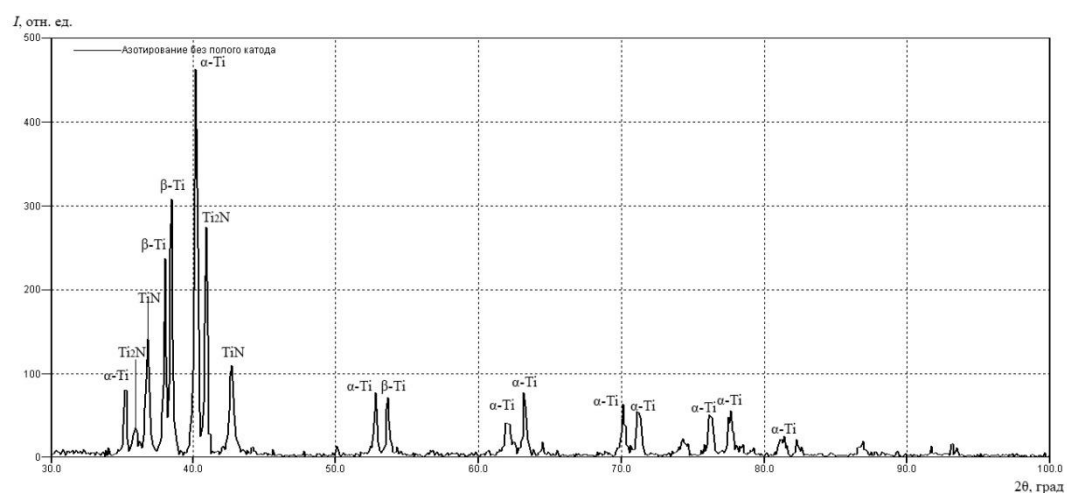


Рис. 8. Дифрактограмма сплава ВТ6 после азотирования в плазме тлеющего разряда с ЭПК

ВЫВОДЫ

В условиях проявления ЭПК ток разряда в несколько раз больше, чем без проявления ЭПК при одинаковом напряжении горения разряда, вследствие того, что в катодной полости, образованной поверхностью детали и экраном, увеличивается генерация заряженных частиц осциллирующими электронами, возрастает число ионов, бомбардирующих поверхность, и число электронов, эмитируемых катодом.

Установлено, что микротвердость образцов из исследуемого сплава после азотирования в тлеющем разряде с проявлением ЭПК увеличилась 4,1 раза, а без ЭПК – в 2,6 раза.

Ионное азотирование с проявлением ЭПК имеет преимущество перед традиционным ионным азотированием в толщине получаемого слоя примерно в 2 раза.

Анализ микроструктуры показал отсутствие крупнозернистой структуры, что положительно сказывается на твердости сплава. Также отсут-

ствие крупных зерен подтверждает, что выбранные режимы и метод азотирования не приводят к охрупчиванию обрабатываемого сплава.

Анализ дифрактограмм образцов после азотирования показал, что произошло уменьшение количества α -фазы и увеличение β -фазы в связи с приближением к температуре полиморфного превращения $\alpha \rightarrow \beta$ -фазы.

Из анализа полученных данных следует, что азотирование с проявлением ЭПК является эффективным способом структурно-фазового модифицирования титанового сплава ВТ6, повышения микротвердости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Чечулин Б. Б., Ушков С. С., Разуваева И. Н., Гольдфайн В. Н. Титановые сплавы в машиностроении. Л.: Машиностроение, 1990.-247 с. [В. В. Chechulin, S. S. Ushakov, I. N. Razuvaeva, and V. N. Goldfand, *Titanic alloys in mechanical engineering*, (in Russian). Leningrad: Mashinostroenie, 1990.]
2. Малинов С., Зечева А., Ша В. Связь микроструктуры и свойств промышленных титановых сплавов с пара-

метрами процесса азотирования из газовой фазы // *Митом*. 2004. № 7. С. 21–28. [S. Malinov, A. Zecheva, V. Sha, "Contact microstructure and properties of industrial titanium alloys with parameters nitriding process from the gas phase," (in Russian), in *MITOM* (Metal Science and Heat Treatment), no. 7, pp. 21-28, 2004.]

3. **Кашаев Н., Шток Х. Р., Майр П.** Азотирование сплава Ti-6% Al-4% V в плазме интенсифицированного тлеющего разряда // *Митом*. 2004. № 7. С. 28–32. [N. Kashaev, H. R. Shtok, and P. Mayr, "The nitriding of the alloy Ti-6% Al-4% V in a glow discharge plasma is intensified," (in Russian), in *MITOM* (Metal Science and Heat Treatment), no.7, pp.28-32, 2004.]

4. **Братушка С. Н., Соколов С. В.** Влияние плазменной обработки и ионной имплантации на свойства и структурно-фазовые изменения в титановых сплавах // *Физическая инженерия поверхности*. 2012. Т. 10, № 2. С. 138–161. [S. N. Bratushka and S. V. Sokolov, "Influence of plasma processing and ion implantation on the properties and structural changes in the phase of titanium alloys," (in Russian), in *FIP* (Physical Surface Engineering), vol. 10, no. 2, pp 138-161, 2012.]

5. **Бекренев А. Н., Филина Е. А.** Влияние лазерного легирования на изменение физико-механических свойств поверхностных слоёв титана // *ФХОМ*. 1991. № 4. С. 116–121. [A. N. Bekrenev and E. A. Filina, "Effect of laser alloying on changes in the physical and mechanical properties of the surface layers of titanium," (in Russian), in *FХОМ* (Physics and chemistry of materials processing), no.4, pp 116-121, 1991.]

6. **Мухин В. С., Рамазанов К. Н., Ишмухаметов Д. З.** Упрочнение поверхности сталей и титановых сплавов путем создания макронеоднородной структуры при азотировании в тлеющем разряде // *УТИП*. 2010. № 10. С. 32–35. [V. S. Muhin, K. N. Ramazanov, and D. Z. Ismuhametov, "Surface hardening of steels and titanium alloys by creating macroinhomogeneity structure at nitrogen-ing in the glow discharge," (in Russian), in *УТИП* (Hardening technology and coatings), no.10, pp 32-35, 2010.]

7. **Будилов В. В., Агзамов Р. Д., Рамазанов К. Н.** Технология ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом // *Митом*. 2007. № 7. С. 25–29. [V. V. Budilov, K. N. Ramazanov, and R. D. Agzamov, "Technology ion nitriding in a glow discharge with a hollow cathode," (in Russian), in *MITOM* (Metal Science and Heat Treatment), no.7, pp.25-29, 2007.]

8. **Каплун В. Г., Машовець Н. С.** Дослідження властивостей поверхні титанового сплаву VT8 після низькотемпературного азотування в плазмі тліючого розряду // *Вестник двигателестроения*. 2008. № 2. С. 190–193. [V. G. Kaplun and N. S. Maijvetj, "Research VT8 surface of titanium alloy after nitriding at low temperature plasma discharge glow," (in Ukrainian), in *Vestnik dvigatelestroenia*, no. 2, pp. 190-193, 2008.]

9. **Будилов В. В., Рамазанов К. Н.** Технология ионного азотирования деталей ГТД в тлеющем разряде с полым катодом // *Вестник УГАТУ*. 2008. Т. 10, № 1 (26). С. 82–86. [V. V. Budilov, K. N. Ramazanov, and R. D. Agzamov, "Technology GTE parts ion nitriding in a glow discharge with a hollow cathode," (in Russian), in *Vestnik UGATU* (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 10, no. 1 (26), pp. 82-86, 2008.]

ОБ АВТОРАХ

РАМАЗАНОВ Камиль Нуруллаевич, доц. каф. технологии машиностроения Дипл. инж.-технолог машиностр. производств (УГАТУ, 2004). Канд. техн. наук по металловед. и терм. обработке (Томск, 2009). Иссл. в обл. вакуумн. ионно-плазм. методов модифицирования поверхности.

РАМАЗАНОВ Игорь Степанович, студ. УГАТУ 5-го курса спец. «машины и технологии высокоэффект. процессов обработки».

METADATA

Title: Ion nitriding titanium alloy VT6 glow discharge effect hollow cathode.

Authors: K. N. Ramazanov and I. S. Ramazanov.

Affiliation: Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ramazanov.igor.stepanovich@gmail.com

Language: Russian.

Source: *Vestnik UGATU* (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 18, no. 2 (63), pp. 41-46, 2014. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: A method of ion nitriding of titanium alloy VT6 glow discharge with manifestation of the hollow cathode (EPA). The effect of EPA on the parameters of the glow discharge structure and phase composition of the alloy VT6. Current-voltage characteristics measured microhardness depth of the nitrided layer and the surface being treated, analyzed the phase composition of samples nitrided in a glow discharge with expressions and manifestations without EPA.

Key words: titanium alloys; ion nitriding; glow discharge; effect of the hollow cathode structure and phase composition; titanium alloy VT6.

About authors:

RAMAZANOV, Camille Nurullaevich, Assoc. Univ. Mechanical Engineering Technology. Dipl. Engineer-technologist (UGATU, 2004). Cand. of Tech. Sci. in metallurgy and heat treatment (Tomsk, 2009).

RAMAZANOV, Igor Stepanovich, Stud. UGATU 5th year special. Machines and technologies highly efficient processes.