

УДК 621.785.532

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЕ ИОННОЕ АЗОТИРОВАНИЕ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6 В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ

Ю. Г. Хусаинов¹, Р. Д. Агзамов², А. А. Николаев³, Д. Р. Лапицкий⁴

¹uldash990@mail.ru, ²vipt127@yandex.ru, ³alnikolaev.usatu@gmail.com, ⁴LapitskyDR@gmail.com

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

Поступила в редакцию 03.08.2018

Аннотация. Исследовано влияние режимов низкотемпературного ионного азотирования на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ6 в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии, полученного методом равноканального углового прессования (РКУП). В первом режиме заготовка подвергалась 2 циклам прессования при температуре 700°C. Во втором режиме после 6 циклов при температуре 600°C угол пересечения каналов составлял 120°. Проведены измерения микротвердости по глубине модифицированного слоя. Исследована микроструктура с помощью растровой электронной и оптической микроскопий. Установлено, что низкотемпературное азотирование приводит к повышению поверхностной микротвердости до значений 369 HV_{0,1}, 380 HV_{0,1}, 395 HV_{0,1} в крупнозернистом (КЗ), УМЗ (2 цикла) и УМЗ (6 циклов) состояниях соответственно.

Ключевые слова: ионное азотирование; титановый сплав; ультрамелкозернистая структура; тлеющий разряд; низкотемпературное азотирование ВТ6.

ВВЕДЕНИЕ

Титановые сплавы нашли широкое применение среди конструкционных материалов в авиационной и аэрокосмической промышленности. Это связано с их высокой удельной прочностью и коррозионной стойкостью. Однако применение титановых сплавов ограничено из-за низкой износостойкости в связи с невысокой твердостью поверхности [1–3].

Повысить эксплуатационные характеристики поверхности титановых сплавов возможно различными методами поверхностной модификации, такими как нанесение износостойких покрытий, азотирование, оксидирование, ионная имплантация и др. [2, 4]. Однако твердый упрочненный поверхностный слой в сочетании с относительно мягкой основой приводит к уменьшению

усталостной прочности вследствие появления остаточных растягивающих напряжений [1]. Одним из перспективных направлений повышения прочности конструкционных материалов в настоящее время является интенсивное пластическое деформирование (ИПД). В результате такой обработки в объеме материала создается ультрамелкозернистая структура, которая ведет к повышению прочности материала [5]. Таким образом, комбинация ИПД и последующей модификации поверхности ионным азотированием позволит существенно повысить эксплуатационные и механические свойства поверхности материала. Однако традиционное ионное азотирование проводят в области высоких температур 800–950°C [6, 7]. При таких термических воздействиях обработка титановых сплавов с УМЗ-структурой невозможна в связи с протеканием процессов

рекристаллизации и последующим ростом зерна. Данные факторы приводят к снижению механических характеристик материала. Поэтому проведение ионного азотирования титанового сплава ВТ6 с УМЗ-структурой при низких температурах (450–600°C) является весьма актуальным.

В данной работе проведено исследование влияния низкотемпературного ионного азотирования титанового сплава ВТ6 в УМЗ-состоянии на структуру и механические свойства.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Серия экспериментов по влиянию низкотемпературного ионного азотирования на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ6 были проведены на модернизированной установке для химико-термической обработки в вакууме ЭЛУ-5М (рис. 1).

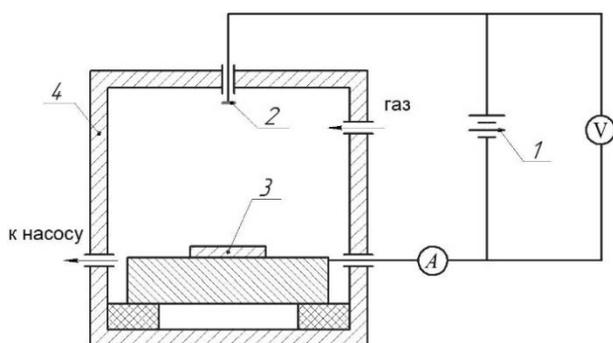


Рис. 1. Принципиальная схема проведения процесса ионного азотирования на установке ЭЛУ-5М:

1 – источник питания; 2 – анод; 3 – образец (катод); 4 – вакуумная камера

Азотирование проводилось при температуре $T=450\pm 10^\circ\text{C}$ в газовой смеси 15% N_2 –85% Ar при давлении в вакуумной камере $p=150\pm 5$ Па в течение $t=6$ ч. 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]. Предварительно перед азотированием образцы подвергались ионной чистке в среде Ar при давлении $p=15\pm 5$ Па в течение $t=10$ мин, при этом температура не превышала $T=250\pm 10^\circ\text{C}$.

Образцы для исследований были изготовлены из широко используемого в промышленности двухфазного титанового сплава ВТ6 (отжиг при температуре 700°C), химический состав которого приведен в табл. 1.

Таблица 1
Химический состав в % сплава ВТ6

Ti	Al	V	Fe	Si	C	N
88,24	6,5	5,1	0,1	0,03	0,02	0,01

УМЗ-структуру получали методом равноканального углового прессования по двум режимам. Схема прессования представлена на рис. 2.

В первом режиме заготовка подвергалась двум циклам прессования при температуре 700°C . Во втором режиме проводили прессование за 6 циклов при температуре 600°C . В обоих случаях угол пересечения каналов составлял 120° .

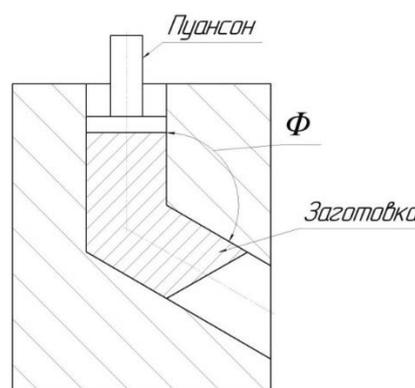


Рис. 2. Схема проведения РКУП

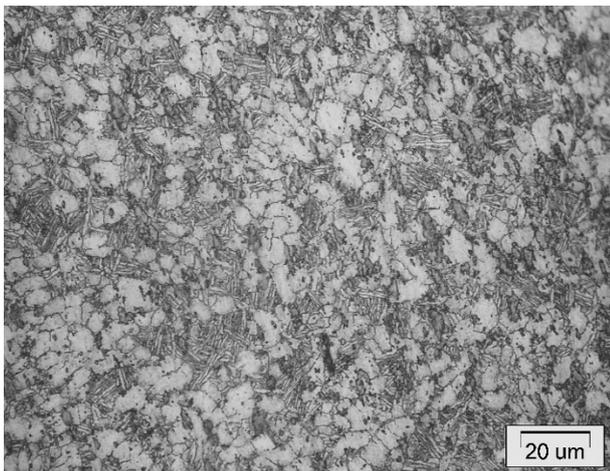
Измерения микротвердости проводили по методу восстановленного отпечатка в соответствии с ГОСТ 9450-76 с помощью микротвердомера Struers Duramin-1/-2. Величина статической нагрузки, приложенной к алмазному индентору в течение 10 с, составляла 980,7 мН (100 г).

Исследование исходной микроструктуры и модифицированного слоя проводились с помощью растрового электронного микроскопа JEOL-JSM-6490 LV. Оптические фотографии получали с помощью микроскопа Olympus GX-51. Предварительно были подготовлены шлифы путем обработки на шлифовальных кругах с уменьшением зернистости (от P120 до P2500), затем отполированы с использованием алмазной пасты

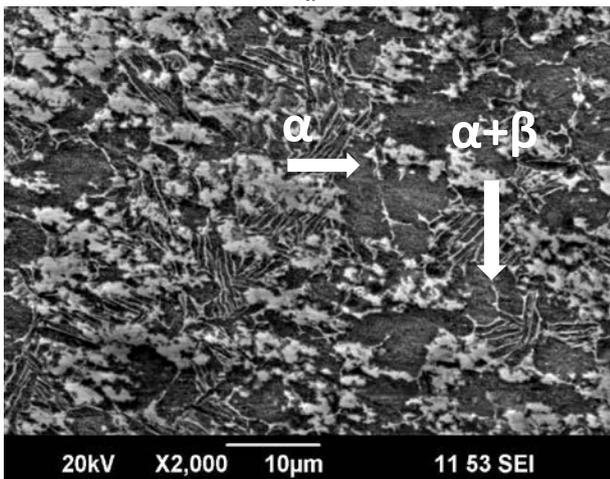
зернистостью от (5/3 до 3/2). Для выявления структуры титанового сплава проводили травление шлифа с использованием травителя состава 10% HF–15% HNO₃–75% H₂O.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ

Микроструктура сплава ВТ6 в исходном КЗ-состоянии (рис. 3) представляет собой смешанную глобулярно-пластинчатую структуру, которая состоит из крупных первичных зерен α -фазы со средним размером ~10 мкм и ($\alpha + \beta$) областей с пластинчатой морфологией, средняя длина пластинок ~9 мкм, образовавшихся в результате распада β -фазы [9]. Поверхностная микротвердость сплава ВТ6 в КЗ-состоянии после отжига при 700°C составила 340 HV_{0,1} (табл. 2).



а



б

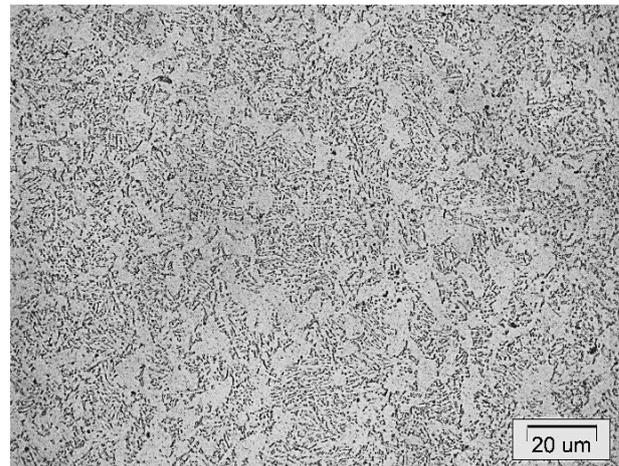
Рис. 3. Микроструктура сплава ВТ6 в КЗ-состоянии после отжига 700°C:
а – $\times 100$ (оптическая микроскопия);
б – $\times 2000$ (РЭМ)

Таблица 2

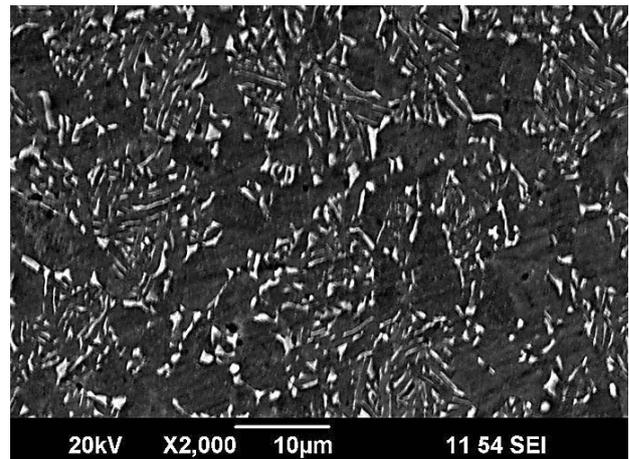
Поверхностная микротвердость образцов

Состояние	КЗ, HV _{0,1}	УМЗ РКУП, 2 цикла, HV _{0,1}	УМЗ РКУП, 6 циклов, HV _{0,1}
Исходное	340±20	358±20	365±20
Азотированное	369±20	380±20	395±20

В титановом сплаве после 2 циклов РКУП образуется фрагментированная структура [10], первичная пластинчатая морфология на оптическом снимке и РЭМ изображении не просматривается (рис. 4). Поверхностная микротвердость составила 358 HV_{0,1} (табл. 2).



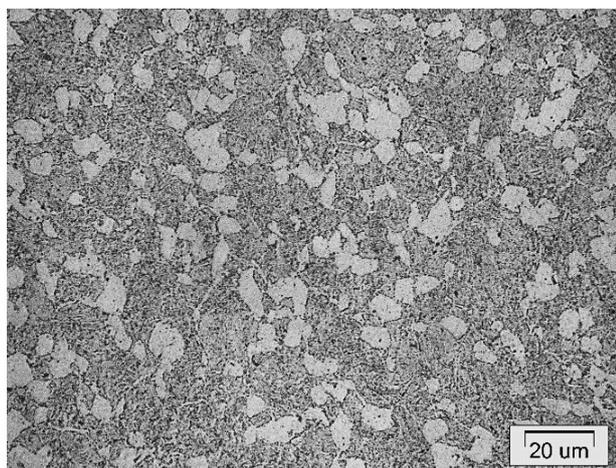
а



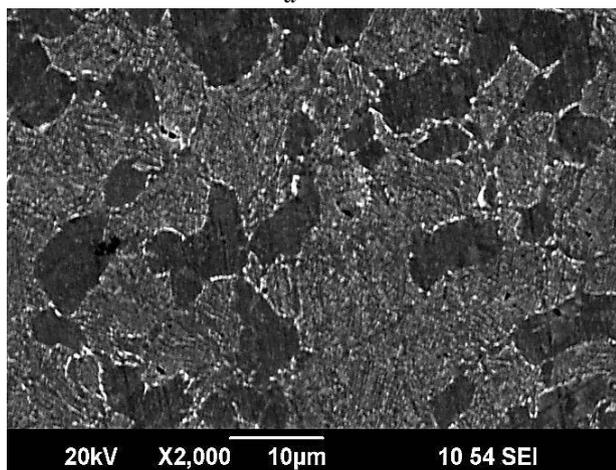
б

Рис. 4. Микроструктура сплава ВТ6 в УМЗ-состоянии после 2 циклов РКУП:
а – $\times 100$ (оптическая микроскопия);
б – $\times 2000$ (РЭМ)

После 6 циклов РКУП микроструктура материала значительно изменилась и представляет собой мелкодисперсную структуру с включениями крупных α -зерен, пластинчатая морфология не просматривается (рис. 5). Поверхностная микротвердость после 6 циклов прессования увеличилась до значения $365 \text{ HV}_{0,1}$ (табл. 2).



а



б

Рис. 5. Микроструктура сплава ВТ6 в УМЗ-состоянии после 6 циклов РКУП:
а – $\times 100$ (оптическая микроскопия);
б – $\times 2000$ (РЭМ)

Поверхностная микротвердость образца в КЗ-состоянии после ионного азотирования незначительно увеличилась до значений $369 \text{ HV}_{0,1}$ (табл. 2). В образце с УМЗ-структурой РКУП (2 цикла) также наблюдается незначительное повышение микротвердости до $380 \text{ HV}_{0,1}$, в образце прошедшего РКУП (6 циклов) поверхностная микротвердость повысилась до $395 \text{ HV}_{0,1}$ (табл. 2). Незначительное повышение микротвердости объясняется низкой температу-

рой азотирования и применением азотно-аргоновой газовой смеси. Под действием бомбардировки ионами аргона происходит распыление нитридного слоя, что повышает протяженность диффузионной зоны и уменьшает соответственно нитридный. Известно [11], что твердость нитридного слоя выше диффузионного. Распределение микротвердости по глубине модифицированного слоя в образце с КЗ-структурой практически линейное, наблюдается незначительное повышение микротвердости до глубины $\sim 17 \text{ мкм}$ (рис. 6).

В образце с УМЗ-структурой (РКУП, 2 цикла) профиль распределения микротвердости более неравномерный. Повышение микротвердости наблюдается до $\sim 23 \text{ мкм}$ (рис. 6), затем происходит резкое падение значений до уровня ниже основы, предположительно произошло разупрочнение основы материала из-за релаксации напряжений вследствие термических воздействий.

Незначительное разупрочнение основы наблюдается в образце с УМЗ-структурой (РКУП, 6 циклов), характер распределения равномерный, наблюдается плавный переход от зоны упрочнения протяженностью до 10 мкм к основе (рис. 6). Незначительное разупрочнение основы, вероятно, произошло вследствие того, что после 6 циклов была создана более мелкозернистая структура с большим количеством дефектов и напряжений [10]. Поэтому термическое воздействие и бомбардировка поверхности ионами аргона привела к более интенсивной релаксации напряжений и перераспределению дефектов в структуре.

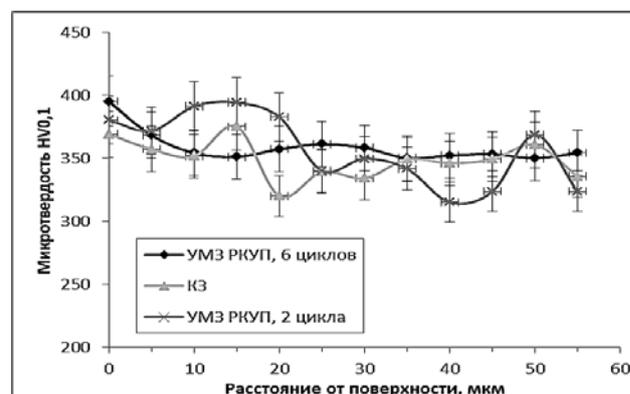


Рис. 6. Распределение микротвердости по глубине модифицированного слоя

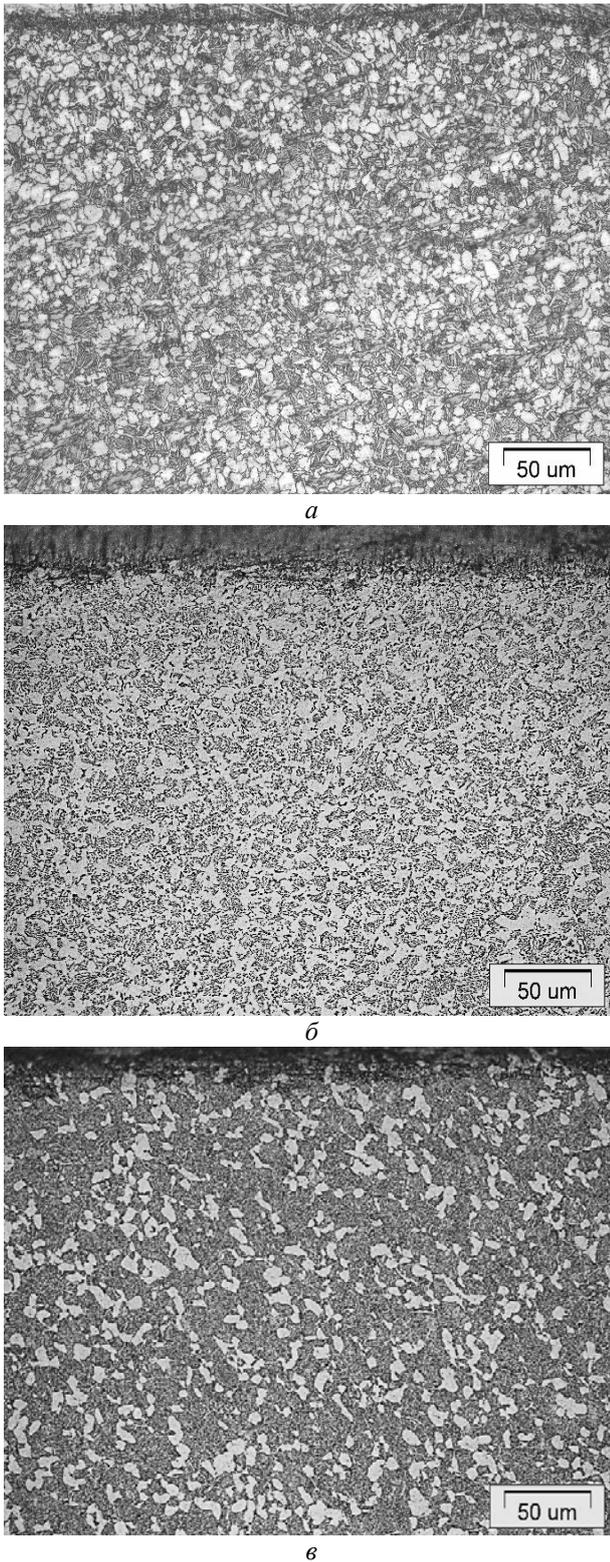


Рис. 7. Оптические снимки микроструктуры сплава ВТ6 после азотирования при 450°C в различных структурных состояниях:
a – $\times 50$ КЗ; *б* – $\times 50$ УМЗ РКУП, 2 цикла;
в – $\times 50$ УМЗ РКУП, 6 циклов

Поэтому термическое воздействие и бомбардировка поверхности ионами аргона привела к более интенсивной релаксации

напряжений и перераспределению дефектов в структуре. В связи с этим анализ графика распределения микротвердости для УМЗ-состояния, прошедшего предварительно РКУП 6 циклов, не дает сведений о наличии упроченной зоны в поверхностном слое.

Микроструктура образцов после азотирования не претерпела изменений, нитридный и диффузионные слои оптически не просматриваются (рис. 7). Предположительно, это связано с низкой температурой азотирования, и образовавшиеся в результате твердые растворы азота в титане при данной температуре незначительно изменяют структуру. Данный факт также упоминается в литературе [11], где говорится, что при температурах азотирования ниже полиморфного превращения структура мало отличается от основы. В связи с этим с помощью оптической металлографии выявить азотированные слои практически затруднительно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследования влияния низкотемпературного ионного азотирования на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ6 в УМЗ-состоянии, полученного методом РКУП, было установлено:

1. Металлографические исследования не показали явных изменений в микроструктуре после ионного азотирования вследствие низкой температуры азотирования ниже точки полиморфного превращения. У образца с КЗ-структурой наблюдается смешанная глобулярно-пластинчатая структура, которая состоит из крупных первичных зерен α -фазы со средним размером ~ 10 мкм и $(\alpha + \beta)$ областей с пластинчатой морфологией, средняя длина пластинок ~ 9 мкм, образовавшихся в результате распада β -фазы. В образце с УМЗ-структурой (РКУП, 2 цикла) образуется фрагментированная структура. После 6 циклов РКУП микроструктура материала значительно изменилась и представляет собой мелкодисперсную структуру с включениями крупных α -зерен, пластинчатая морфология не просматривается

2. Поверхностная микротвердость образца в КЗ-состоянии после ионного азоти-

рования незначительно увеличилась до значений 369 HV_{0,1}. В образцах с УМЗ-структурой РКУП (2 и 6 циклов) также наблюдается незначительное повышение микротвердости до 380 HV_{0,1}, в образце прошедшего РКУП (6 циклов) поверхностная микротвердость повысилась до 395 HV_{0,1}. Незначительное повышение микротвердости объясняется низкой температурой азотирования и применением азотно-аргоновой газовой смеси. Распределение микротвердости по глубине модифицированного слоя в образце с КЗ-структурой практически линейное, наблюдается незначительное повышение микротвердости до глубины ~17 мкм. В образце с УМЗ-структурой (РКУП, 2 цикла) профиль распределения микротвердости более неравномерный, повышение микротвердости наблюдается до ~23 мкм. Незначительное разупрочнение основы наблюдается в образцах с УМЗ-структурой (РКУП, 2 и 6 циклов). Это связано с термическим воздействием на УМЗ-структуру с последующей релаксацией напряжений и ростом зерна. Характер распределения микротвердости в образце с УМЗ-структурой (РКУП, 6 циклов) равномерный, наблюдается плавный переход от зоны упрочнения протяженностью до 10 мкм к основе.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Farokhzadeh K., Qian J., Edrisy A. Effect of SPD surface layer on plasma nitriding of Ti-6Al-4V alloy // *Materials Science and Engineering: A*, 2014. V. 589. С. 199–208 [K. Farokhzadeh, J. Qian and A. Edrisy, "Effect of SPD surface layer on plasma nitriding of Ti-6Al-4V alloy," in *Materials Science and Engineering: A*, vol. 589, pp. 199-208, 2014.]
2. Sliding wear of titanium nitride thin films deposited on Ti-6Al-4V alloy by PVD and plasma nitriding processes / D. Nolan [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. 2006. V. 200, № 20–21, С. 5698–5705. [D. Nolan et al. "Sliding wear of titanium nitride thin films deposited on Ti-6Al-4V alloy by PVD and plasma nitriding processes," in *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 20-21, pp. 5698-5705, 2006.]
3. 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.]
4. Surface engineering and chemical characterization in ion-nitrided titanium and titanium alloys / T. Vacchi [et. al.] // *Materials science*, 1990. V. 25, № 10, pp. 4309–4314 [T. Vacchi 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.]
5. Валиев Р. З., Александров И. В. Объемные наноструктурные материалы: получение, структура и свойства М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с. [R. Z. Valiev, I. V. Aleksandrov, *Bulk, Nanostructured Metallic Materials: Fabrication, Structure and Properties* (in Russian), Moscow: IKTs Akademkniga, 2007.]
6. Nitriding of VT3-1 titanium alloy in a glow discharge with hollow cathode / V. V. Budilov [et al.] // *Journal of Physics: Conference Series*. – IOP Publishing. 2017. V. 830, № 1, С. 012094. [V. V. Budilov et al. "Nitriding of VT3-1 titanium alloy in a glow discharge with hollow cathode," in *Journal of Physics: Conference Series* – IOP Publishing, vol. 830, no. 1, pp. 012094, 2017.]
7. Improving the operating properties of parts of titanium alloys by surface hardening in high density plasma of glow discharge / K. N. Ramazanov [et al.] // *Journal of physics: Conference series*. – IOP Publishing, 2015. Vol. 652, № 1, С. 012055. [K. N. Ramazanov et al. "Improving the operating properties of parts of titanium alloys by surface hardening in high density plasma of glow discharge," in *Journal of Physics: Conference Series* – IOP Publishing, vol. 652, no. 1, pp. 012055, 2015.]
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. Khusainov 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. Колобов Ю. Р., Голосов Е. В., Раточка И. В. Особенности субмикроструктурной структуры и ее влияние на механические свойства титановых сплавов // *Вопросы материаловедения*. 2008. № 2 (54). С. 43–50. [Yu. R. Kolobov, E. V. Golosov and I. V. Ratochka, "Features of submicrocrystalline structure and its effect on the mechanical properties of titanium alloys," (in Russian), in *Voprosy materialovedeniya*, no. 2 (54), pp. 43-50, 2008.]
10. Структура и триботехнические свойства субмикроструктурного титана, модифицированного ионами азота / А. В. Белый [и др.] // *Трение и износ*. 2008. Т. 29. № 6. С. 571–577. [A. V. Belyi et al., "Structure and tribotechnical properties of submicrocrystalline titanium modified with nitrogen ions," (in Russian) in *Trenie i iznos*, vol. 29, no. 6, pp. 571-577, 2008.]
11. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б. Н. Арзамасов [и др.] // М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1999. 400 с. [B. N. Arzamasov et al., *Ion chemical heat treatment of alloys* (in Russian), Moscow.: Bauman MSTU, 1999.]

ОБ АВТОРАХ

ХУСАИНОВ Юлдаш Гамирович, доц. каф. технол. машиностроения. Дипл. инженер-технолог (УГАТУ, 2012). Канд. техн. наук по спец. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (2015). Иссл. структурно-фазовые превращения и свойств поверхностных слоев сталей и сплавов при ионном азотировании в тлеющем разряде.

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

НИКОЛАЕВ Алексей Александрович, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавр по направлению машиностроения (УГАТУ, 2017). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных технологий.

ЛАПИЦКИЙ Дмитрий Робертович, магистр. каф. технол. машиностроения. Дипл. бакалавра в области машин и технологий (УГАТУ, 2017). Иссл. в обл. математического моделирования процессов ионно-плазменного азотирования в плазме тлеющего разряда.

METADATA

Title: Low temperature ion nitriding titanium alloy VT6 in the coarse grained and ultrafine-grained states

Authors: Yu.G. khusainov¹, R. D. Agzamov², A. A. Nikolaev³, D. R. Lapitsky⁴

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹uldash990@mail.ru, ² vipt127@yandex.ru, ³alnikolaev.usatu@gmail.com, ⁴LapitskyDR@gmail.com

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 22, no. 3 (81), pp. 30-36, 2018. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The influence of low-temperature ion nitriding regimes on the structure and mechanical properties of the titanium alloy VT6 in the ultrafine-grained (UFG) state obtained by the method of equal-channel angular pressing (ECAP) has been studied. In the first mode, the blank was subjected to 2 pressing cycles at a temperature of 700 ° C. In the second 6 cycles at a temperature of 600 ° C, the intersection angle of the channels was 120 °. Microhardness measurements are made for the depth of the modified layer. The microstructure was investigated using raster electronic and optical microscopy. It has been established that low-temperature nitriding leads to an increase in microhardness of the surface to 369 HV_{0.1}, 380 HV_{0.1}, 395 HV_{0.1} in short circuit, UFG (2 cycles) and UFG (6 cycles), respectively.

Key words: Web OLAP; multidimensional data model; ER-model; situation-oriented database.

About authors:

KHUSAINOV, Yuldash Gamirovich Senior Prof., Dept. of Mechanical engineering. Dipl. Process engineer (Ufa State Aviation Technical Univ., 2012). Cand. of Tech. Sci. (MGTU, 2015).

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

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

LAPITSKY, Dmitry Robertovich Mast. Student. Bachelor degree in Machine and Technology (USATU, 2017).