

УДК 669.295: 621.785.062

А.Т.Пічугін, О.Г.Лук'яненко, В.С.Труш

Фізико-механічний інститут ім. Г.В. Карпенка НАН України

ЗМІЦНЕННЯ ПОВЕРХНІ ТИТАНОВИХ СПЛАВІВ ТЕРМОДИFUЗІЙНИМ НАСИЧЕННЯМ ЗІ СТАТИЧНОЇ АТМОСФЕРИ АРГОНОКИСНЕВОЇ ГАЗОВОЇ СУМІШІ

У роботі наведені експериментальні результати впливу регламентованого модифікування поверхні металу елементами втілення зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші на фізико-механічні властивості титанових сплавів ВТ1-0, ПТ7-М та ОТ4-1. Зокрема, показано, що регламентованим твердорозчинним зміцненням поверхні елементами втілення можна досягнути значного підвищення втомних властивостей титану за умов обертового згину та руйнівних напружень за умов статичного навантаження.

Ключові слова: титановий сплав, термодифузійне насичення, поверхневий шар, елементи втілення.

Розвиток сучасної науки і техніки потребує використання конструкційних матеріалів з унікальними фізико-механічними властивостями: високою питомою міцністю, корозійною стійкістю в агресивних середовищах, біосумісністю тощо [1-3]. Титан і сплави на його основі задовольняють вище переліченим вимогам. У той же час для титану характерна активна взаємодія з газами (киснем, азотом, вуглецем) за підвищених температур [4, 5]. Наслідки взаємодії з газами є значно серйозніші для титану ніж для інших металів, оскільки газоподібні елементи не тільки утворюють хімічні з'єднання (оксиди) на поверхні металу, але й проникають у кристалічну ґратку, підвищуючи при цьому крихкість титану.

Наявність на поверхні газонасиченого шару та оксидних плівок призводить до виникнення поверхневих макро- та мікротріщин при деформації. Методи видалення окалини та дифузійної зони (хімічне травлення, піскоструминна обробка) трудомісткі, унеможливають обробку деталей складної конфігурації та призводять до значних втрат металу [6, 7]. Крім того, необхідно зауважити, що хімічна дія на поверхню металу травником може погіршувати її шорсткість, наводнювати метал, а за піскоструминної обробки - поверхневий наклеп, мікроцарапини, що є причиною корозійних та інших явищ, які впливають на ресурс роботи виробу в цілому. Тому у випадках, коли термічна обробка повинна забезпечувати досягнення заданих фізико-механічних властивостей матеріалу, збереження високої якості поверхні і зниження рівня залишкових напружень, застосовують неокислювальні способи обробки: обробку у вакуумі [5, 8] або в атмосфері інертних газів (аргон, гелій) [8].

Підвищення надійності та довговічності виробів з титанових сплавів також неможливе без врахування його схильності до водневого окрихчення. Адже відомо, що в процесі різноманітних технологічних операцій вміст водню може підвищуватися [5].

Отже, хіміко-термічна обробка (ХТО), як заключна операція при виготовленні виробів з титанових сплавів, повинна бути неокислювальною і забезпечувати, за необхідності, зниження водню в об'ємі матеріалу до допустимого рівня [8]. Крім того ХТО повинна підвищувати експлуатаційні характеристики виробів з титанових сплавів (втомну довговічність, опірність руйнуванню за статичного навантаження тощо). Тому пошук шляхів вирішення даної проблеми є актуальним.

Частковим вирішенням цієї проблеми, на нашу думку, може бути ХТО титанових сплавів у контрольованому кисневмісному газовому середовищі з регламентованим твердорозчинним зміцненням поверхні металу термодифузійним насиченням домішками втілення [9-11]. З технологічної точки зору цей процес можна реалізувати двома способами: перший - обробка з динамічного розрідженого реакційного середовища (основна складність - забезпечення рівномірності натікання в реакційну камеру та зміцнення поверхні металу), другий - термодифузійне насичення зі статичної атмосфери реакційної суміші.

Якщо науково-технічної та технологічної інформації про вплив ХТО за першим способом на фізико-механічні властивості титанових сплавів присвячено значну кількість робіт, то про

доцільність та основні аспекти впливу ХТО зі статичної атмосфери аргоноокисневої газової суміші - досить незначна. Хоча і зараз з впевненістю можна констатувати деякі переваги останнього методу, зокрема: відсутність необхідності витримувати газодинамічні параметри реакційного середовища у вузькому діапазоні під час термодифузійного насичення; незначне пошкодження поверхні виробів та зміни її елементного складу завдяки пригніченню процесів сублімації у статичній атмосфері реакційної суміші за температур ХТО.

Мета роботи – порівняти вплив різних способів регламентованого термодифузійного насичення на зміцнення поверхні α - та псевдо- α -сплавів титану та їх фізико-механічні характеристики.

Характеристика досліджуваних матеріалів. Об'єктами досліджень обрано α -сплав ВТ1-0 (технічно чистий титан), ПТ7-М (Ti-2,5Al-3,0Zr) та псевдо- α -сплав ОТ4-1 (Ti-2,0Al-1,5Mn) – усі у відпаленому стані. На зразках цих сплавів формували поверхневі газонасичені шари глибиною 30...60 мкм з різним рівнем зміцнення $5\% < K < 100\%$, який визначали за величиною відносного приросту твердості поверхні $K = ((H_{\mu}^e - H_{\mu}^c) / H_{\mu}^c) \cdot 100\%$, де: H_{μ}^e - твердість поверхні титану; H_{μ}^c - твердість серцевини титану.

Для забезпечення порівнянності результатів досліджень та нівелювання впливу об'ємного структурного фактору на властивості металу зразки всіх обраних титанових сплавів піддавали термічній обробці для формування вихідного структурного стану.

Виготовлення і підготовка зразків. Для металографічних і дюрOMETричних досліджень використовували зразки розміром 10×15×1 mm (рис. 1 а). Дослідження мікроструктури титанових сплавів, а також вивчення розподілу мікротвердості по перерізу зразків визначали на приладі ПМТ-3М при навантаженні на індентор 50 g. Металографічні дослідження зразків у вихідному та у зміцненому станах проводили методами оптичної („Epiquant“, „Neophot-2“) та скануючої електронної мікроскопії (SEM – „JEOL Superprobe 733“). Металографічні та дюрOMETричні дослідження проводили на „косих“ шліфах, виконаних під кутом $\sim 15^\circ$, що дозволяє розтягнути майже у три рази газонасичену зону і збільшити точність визначення її параметрів.

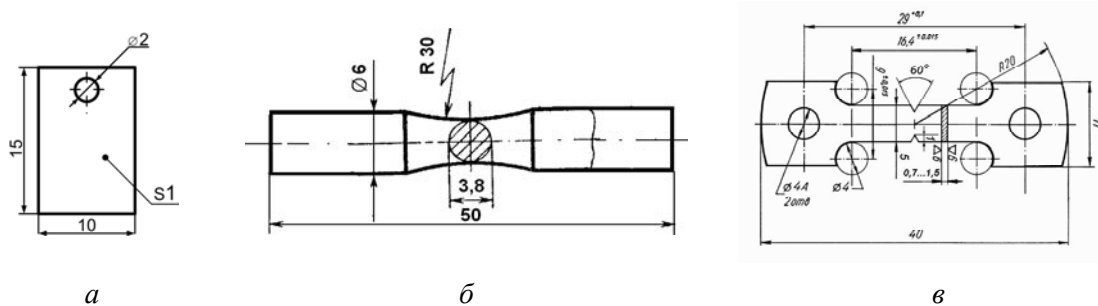


Рисунок 1. Зразки для фізичних досліджень (а) та механічних випробувань: б – на обертовий згин; в – на сповільнене руйнування.

Для випробувань на обертовий згин застосовували циліндричні зразки з діаметром робочої частини 3 mm (рис. 1 б) відповідно, а випробування на сповільнене руйнування проводили на плоских зразках шириною 4 mm з V-подібним концентратором глибиною 0,5 mm (рис. 1 в).

Методика хіміко-термічної обробки титанових сплавів. Після виготовлення зразки відпалювали у вакуумі за режимом: $T = 800^\circ\text{C}$, $t = 1\text{ h}$, $P = 0,05\text{ mPa}$, $I_{\text{in}} = 0,1\text{ mPa} \times \text{dm}^3 \times \text{s}^{-1}$ – для формування вихідного фазово-структурного стану (зняття залишкових напружень, видалення водню, гомогенізації й стабілізації структури). У вихідному стані міцність і пластичність досліджуваних сплавів становили: ВТ1-0 – $\sigma = 450\text{ MPa}$, $\delta = 27\%$; ПТ-7М – $\sigma = 550\text{ MPa}$, $\delta = 24\%$; ОТ4-1 – $\sigma = 655\text{ MPa}$, $\delta = 21,5\%$.

Поверхневі газонасичені шари з різним рівнем зміцнення формували двома способами: термодифузійним насиченням з розрідженого газового динамічного кисневмісного середовища (рис. 2 а) та зі статичної атмосфери реакційної аргоноокисневої суміші (рис. 2 б).

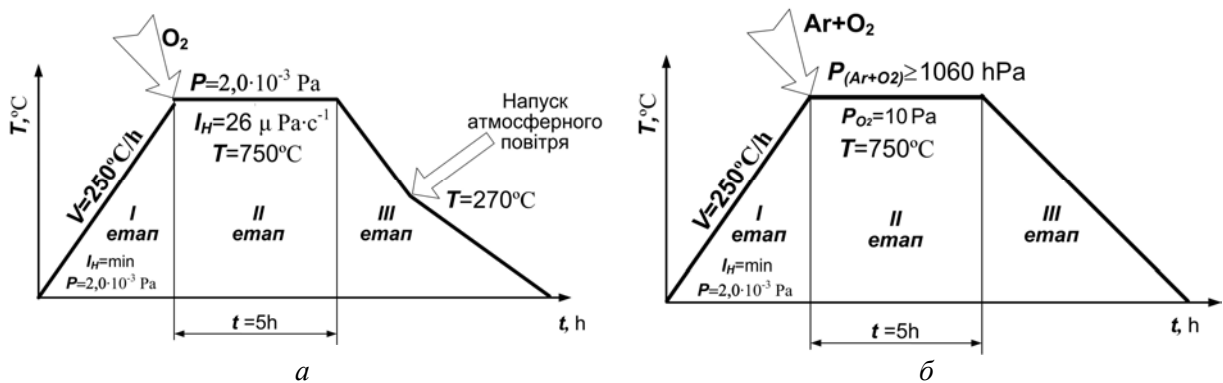


Рис. 2. Схеми режимів термодифузійного насичення титанових сплавів з динамічного розрідженого кисневмісного газового середовища (а) та зі статичної атмосфери реакційної аргонокисневої суміші (б).

За першим способом режими ХТО вибирали за встановленими кореляціями між температурно-часовими і газодинамічними параметрами насичувального середовища і характеристиками зміцнених шарів. Змінюючи парціальний тиск кисню, температуру, тривалість насичення і швидкість натікання кисню в реакційну камеру одержували зміцнені шари із заданим співвідношенням K і I [11].

За другим способом цикл обробки включає нагрівання у глибокому вакуумі $P \leq 1,3 \times 10^{-3}$ Pa до температури 750°C , напуск реакційної суміші до тиску 1060 hPa та ізотермічну витримку протягом 3...5 h. Парціальний тиск кисню у газовій реакційній суміші регламентується заданими рівнем та глибиною зміцнення поверхневих шарів металу, об'ємом реакційної камери, площею зміцнюваної поверхні металу та змінюється в діапазоні $1,3 \times 10^{-1} \dots 13,0$ Pa. Слід зауважити, що нагрівання виробів з альфа- та псевдо-альфа-сплавів титану у глибокому вакуумі до температури термодифузійного насичення сприяє зневодненню об'єму металу та активації його поверхні через розчинення поверхневих оксидних плівок, що інтенсифікує дифузійні процеси та покращує об'ємні властивості металу. Застосування статичного газового реакційного середовища тиском більшим за атмосферний під час термодифузійного насичення запобігає натіканню зовні хімічно активних газів в реакційну камеру, забезпечує стабільність та рівномірність розподілу технологічного середовища по всьому об'єму камери, поліпшує теплообмін та вирівнює температурне поле в камері під час хіміко-термічної обробки, що, як наслідок, забезпечує відтворюваність результатів хіміко-термічної обробки та виключає вплив просторової орієнтації виробів в камері та їх геометричної форми (глухі отвори, пази, заглиблення тощо) на параметри зміцнених шарів. Окрім того газова реакційна суміш (інертний газ аргон та газоподібний кисень регламентованого парціального тиску) може бути підготовлена заздалегідь на спеціалізованих підприємствах, що забезпечує підвищену технологічність хіміко-термічної обробки.

Результати та їх обговорення.

Згідно результатів дюрOMETричних досліджень регламентоване твердорозчинне зміцнення зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші призводить до аналогічного за градієнтом та глибиною розподілу твердості у приповерхневих шарах титанових сплавів, як і при насиченні з розрідженої динамічної кисневмісної газової атмосфери (рис. 3) [9]. Спосіб термодифузійного насичення не впливає й на структуру матриці досліджуваних титанових сплавів (рис. 4 а, б) - тобто вплив обох способів ХТО на матрицю металу є однаковим.

У той же час структура приповерхневої (зміцненої) зони металу після різних способів термодифузійного насичення дещо відрізняється. Це пов'язано з тим, що за умов насичення з розрідженого газового середовища можливі процеси сублимації легувальних елементів (Mn – сплав ОТ4-1), що призводить до зміни елементного складу приповерхневого шару металу, розвитку рельєфу сублимації на поверхні металу. За умов термодифузійного насичення з аргонокисневої суміші за атмосферного тиску процеси сублимації повністю загальмовані, а розчинення кисню в сплаві ОТ4-1 сприяє дифузійному перерозподілу марганцю у приповерхневому шарі внаслідок зменшення його розчинності у стабілізованій киснем альфа-фазі титану - марганець відтісняється від поверхні, дифундує до границь зерен, а його сегрегації з часом коагулюють. Однак в обох випадках формується приповерхневий шар збагачений марганцем, а його глибина корелює з

глибиною зміцненого шару. Зокрема після термодифузійного насичення зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші ця зона має більш виражений характер (рис 4 в та 4 з).

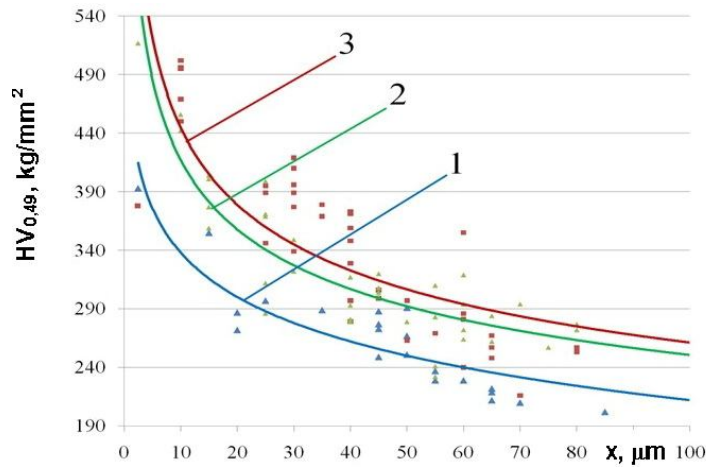


Рисунок 3. Розподіл мікротвердості по перерізу зразків сплаву VT1-0 (1), ПТ-7М (2) та ОТ4-1 (3) після термодифузійного насичення зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші.

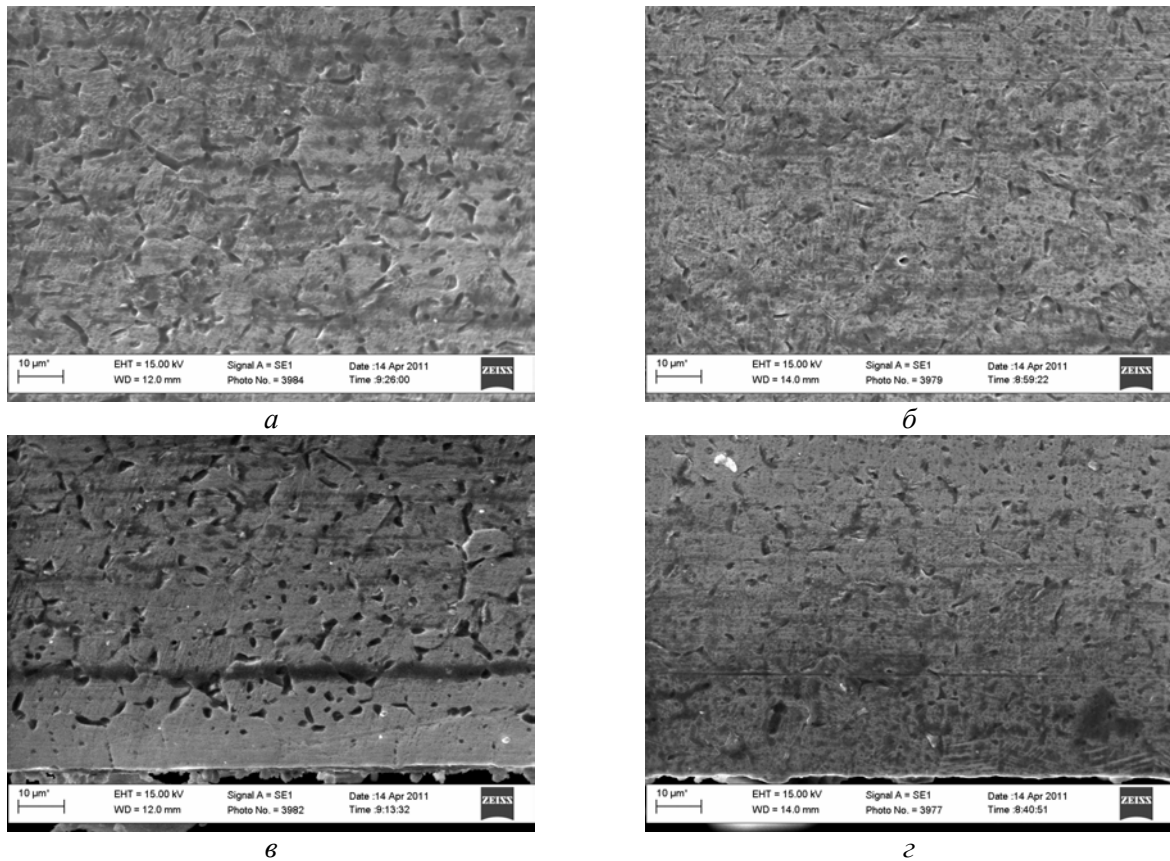


Рисунок 4. Структура серцевини *а, б* та приповерхневого шару *в, з* зразка сплаву ОТ4-1 після регламентованого твердорозчинного зміцнення за різних способів насичення: *а, в* – з розрідженого динамічного газового середовища, *б, з* – зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші.

Результати порівняльних досліджень з впливу термодифузійного насичення зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші та з розрідженої динамічної повітряної атмосфери на втомні властивості титанових сплавів за умов обертового згину та їх схильність до сповільненого

руйнування під статичним навантаженням на базі 1000 h наведені у таблиці 1. За базу порівняння взяті зразки досліджуваних сплавів титану у відпаєленому стані.

Згідно отриманих результатів хіміко-термічна обробка за обома способами (РТЗ-1 та РТЗ-2) забезпечує підвищення границі втоми альфа- та псевдо-альфа-титанових сплавів ВТ1-0, ПТ7М та ОТ4-1 на 20–35%, порівняно з вихідним станом, сприяє 15...20% зростанню величини напружень руйнування за умов статичного навантаження на базі випробувань 1000 h. Однак РТЗ титанових сплавів термодифузійним насиченням зі статичної атмосфери аргонкисневої газової суміші забезпечує більш рівномірне зміцнення поверхні незалежно від просторового розташування зразків в камері (розкид значень твердості поверхні на 25% менший порівняно зі способом РТЗ-1) та збереження її якості (параметри шорсткості не змінюються, в той час як після обробки за способом РТЗ-1 вони незначно зростають). Окрім того, застосування заздалегідь приготовленої газової реакційної суміші забезпечує стабільність (відтворюваність) результатів та технологічність хіміко-термічної обробки через спрощення процесу контролю за газодинамічними параметрами середовища.

Таблиця 1

Вплив різних способів регламентованого твердорозчинного зміцнення (РТЗ) на параметри зміцнених шарів та механічні характеристики альфа- та псевдо-альфа-сплавів титану.

Сплав	Спосіб РТЗ	Стандартна похибка середнього значення твердості поверхні, НРа	Шорсткість поверхні, R_a , μm	Границя втоми σ_{-1} , МПа	Відносний приріст границі втоми $\Delta\sigma_{-1}$, %	Напруження руйнування за статичного навантаження на базі 1000 h, МПа
ВТ1-0	Вихідний стан	$\pm 0,05$	0,65	≤ 225	0	330,0
	РТЗ-1	$\pm 0,50$	0,80	≤ 290	+28,8	345,0
	РТЗ-2	$\pm 0,10$	0,70	≤ 295	+31,1	350,0
ПТ7М	Вихідний стан	$\pm 0,05$	1,70	≤ 420	0	515,0
	РТЗ-1	$\pm 0,55$	1,90	≤ 495	+17,8	570,0
	РТЗ-2	$\pm 0,15$	1,75	≤ 490	+18,0	575,0
ОТ4-1	Вихідний стан	$\pm 0,05$	0,80	≤ 330	0	615,0
	РТЗ-1	$\pm 0,60$	1,10	≤ 455	+37,8	635,0
	РТЗ-2	$\pm 0,25$	0,90	≤ 460	+39,3	635,0

Примітка: після термодифузійного насичення за обома способами РТЗ-1 та РТЗ-2 приріст твердості поверхні металу становив близько 1,0 НРа при глибині зміцненого шару 40...50 μm . РТЗ-1 РТЗ-1 - РТЗ поверхні металу термодифузійним насиченням з розрідженого динамічного кисневмісного газового середовища;

РТЗ-2 – РТЗ поверхні металу термодифузійним насиченням зі статичної атмосфери аргонкисневої газової реакційної суміші.

Висновки. Встановлено, що регламентоване твердорозчинне зміцнення поверхні зі статичної атмосфери аргонокисневої газової суміші підвищує границю втоми альфа- та псевдо-альфа-сплавів титану ВТ1-0, ПТ7М та ОТ4-1 на 20–35%, порівняно з вихідним станом, а також спричинює 15...20% зростання величини напружень руйнування за умов статичного навантаження на базі випробувань 1000 h. Слід відмітити, що такий спосіб ХТО титанових сплавів, у порівнянні з термодифузійним насиченням з розрідженого динамічного газового кисневмісного середовища, забезпечує рівномірність зміцнення поверхні незалежно від просторового розташування зразків в камері та збереження її якості. Застосування заздалегідь приготовленої газової реакційної суміші забезпечує стабільність та відтворюваність результатів хіміко-термічної обробки та підвищує її технологічність через спрощення процесу контролю за газодинамічними параметрами середовища.

1. Цвиккер У. Титан и его сплавы. – М.: Металлургия, 1979. – 512 с.
2. Gerd Lutjering, James C. Williams. Titanium 2nd edition. – Berlin: Springer-Verlag Heidelberg, 2007. - 438 p.
3. Valentin N. Moiseyev. Titanium Alloys. Russian Aircraft and Aerospace Applications. Boca Raton, London, New York Singapore, - Taylor & Francis Group, 2006. – 207 p.
4. Ильин А.А., Колачев Б.А., Польшкин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник. - М.: ВИЛС-МАТИ, 2009. - 520 с.
5. Вакуумный отжиг титановых конструкций / Б.А. Колачев, В.В. Садков, В.Д. Талалаев и др. – М.: Машиностроение, 1991. – 224 с.
6. Способ поверхностного упрочнения изделий из титана и титановых сплавов / Патент РФ №2318077, МПК6 С23С 8/06, Авторы: Пешков А.В.; Балбеков Д.Н., Перненко В.Р. Оpub-но: 27.02.2008. Бюл. №8
7. Способ поверхностной обработки изделий из титана и титановых сплавов/ Патент РФ №2205890, МПК7 С22 F1/18, Заявитель: Коломенский А.Б.; Опубликовано: 2003.06.10
8. Термическая обработка титановых и алюминиевых сплавов в вакууме и инертных средах / Г.Г. Максимович, В.Н. Федирко, Я.И. Спектор, А.Т. Пичугин. – Киев: Наук. думка, 1987. – 184 с.
9. Спосіб хіміко-термічної обробки для підвищення втомних властивостей виробів з альфа- та псевдо-альфа-сплавів титану / В.М. Федірко, А.Т. Пичугін., О.Г. Лук'яненко // Патент на корисну модель України 22333. С23С 8/10 / Оpubл. 25.04.2007. - Бюл. 5, 2007.
10. Оцінка експлуатаційної придатності виробів з титанових сплавів різних структурних класів з газонасиченими шарами / В.М. Федірко, А.Т. Пичугін, О.Г. Лук'яненко, З.О. Сірик // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 1996. – т. 32, № 6. – С. 49–54.
11. Пичугін А., Лук'яненко О., Труш В. Підвищення опірності титанових сплавів втомі твердорозчинним зміцненням поверхні // Дев'ятий міжнародний симпозиум українських інженерів-механіків у Львові: Праці. – Львів: Кінпатрі ЛТД. – 2009. – С. 237-239.