УДК 669.295:621.785

ТЕРМІЧНА СТАБІЛЬНІСТЬ ДЕФОРМОВАНОГО ПОВЕРХНЕВОГО ШАРУ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ ВТ22 В АЗОТОВМІСНОМУ СЕРЕДОВИЩІ

I. М. ПОГРЕЛЮК, С. М. ЛАВРИСЬ

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

Досліджено термічну стабільність поверхневого деформованого шару на титановому сплаві ВТ22 у вакуумі та в середовищі молекулярного азоту. На основі мікроструктурного, дюрометричного та рентгеноструктурного аналізів підтверджено його термічну стабільність в умовах насичення азотом до температури 820°С. Виявлено, що під час нагрівання в азоті процеси рекристалізації деформаційно зміцненого шару пригнічуються через твердорозчинне зміцнення.

Ключові слова: титановий сплав ВТ22, обкочування, деформований поверхневий шар, азотовмісне середовище, термічна стабільність, структурно-фазовий стан.

Thermal stability of the surface deformed layer on Ti-5Al-5Mo-5V-1.5Cu–Fe titanium alloy in vacuum and in molecular nitrogen was studied. Based on microstructural, durometric and X-ray diffraction analyses, thermal stability under conditions of nitrogen saturation up to a temperature of 820°C was confirmed. It was shown that when heated in a nitrogen medium, the recrystallization of the deformed strengthened layer was retarded due to the solid solution strengthening by nitrogen.

Keywords: *BT22* titanium alloy, ball burnishing, deformed surface layer, nitrogencontaining medium, thermal stability, phase-structural state.

Вступ. Двофазні титанові сплави володіють комплексом фізико-механічних і антикорозійних властивостей, тому їх часто використовують в авіабудуванні, особливо в деталях агрегатів повітряних суден транспортної категорії, де економія розмірів і маси – одна із основних вимог під час конструювання. Проте через низькі антифрикційні характеристики їх застосування у трибовузлах неможливе без додаткового поверхневого оброблення. Тому слід розробити нові та удосконалити існуючі методи поверхневого зміцнення [1–6]. Перспективним, ефективним й економічно виправданим тут є метод газового азотування. Найчастіше, щоб досягти потрібної зносотривкості, титанові сплави азотують за температур від 780 до 950°С з витримкою більше 20 h, що призводить до високих енергозатрат [4]. Знизити їх можна попередньою холодною поверхневою пластичною деформацією. Виявлено [1–6], що внаслідок подрібнення структури та нагромадження лінійних та точкових дефектів у поверхневому шарі цих сплавів інтенсифікуються процеси нітридоутворення та газонасичення, що спричиняє регламентоване зростання поверхневої мікротвердості та зносостривкості за значно нижчих температур.

Однак ефективність комбінування деформаційних і дифузійних методів інженерії поверхні залежить від термічної стабільності заздалегідь деформованого шару, оскільки під час подальшого азотування у ньому можуть відбуватися процеси рекристалізації, що гальмуватимуть або нівелюватимуть термодифузійне насичення. Тому тут доцільно оцінити термічну стабільність деформованого поверх-

Контактна особа: С. М. ЛАВРИСЬ, e-mail: lavrys92@gmail.com

невого шару під час нагрівання до температури насичення в азотовмісному середовищі та вплив рекристалізації на пришвидшення цього процесу.

Методика випробування. Досліджували титановий сплав BT22 (Ti–5Al– 5Mo–5V–1.5Cu–Fe), який після комбінованого деформаційно-дифузійного оброблення має кращі триботехнічні та втомні характеристики, ніж після традиційного газового азотуванням [5, 6]. Деформований поверхневий шар на сплаві формували методом обкочування алмазною кулькою, виготовленою з полікристалічного композиційного матеріалу системи C_{алмаз}–Co–34Ni, за таких параметрів: діаметр кульки 5 mm, швидкість подачі та частота обертання 0,07 mm/rev, 200 грm, навантаження 300 N і 11 кількість проходів.

Термічну стабільність оцінювали за зміною структурно-фазового стану шару після нагрівання у вакуумі 10^{-3} Ра та азотовмісному (парціальний тиск азоту 10^{-1} Ра) середовищі до температури 820°С, яка близька до температури рекристалізації сплаву. Для цього використовували мікроструктурний, дюрометричний та рентгеноструктурний аналізи. Мікроструктуру поверхневих шарів досліджували на сканувальному електронному мікроскопі EVO 40XVP. Для дюрометричного аналізу застосовували мікротвердомір ПМТ-3М з навантаженням на індентор 0,49 N. Рентгеноструктурний і фазовий аналізи виконували на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3.0 у монохроматичному Си K_{α} -випромінюванні з фокусуванням за схемою Брегга–Брентано. Ідентифікували фази та оцінювали розміри кристалітів, напруження кристалічної ґратки та густини дислокацій з допомогою пакетів програмного забезпечення Sietronix, Powder Cell 2.4 i FullProf.

Результати та їх обговорення. Виявили, що (рис. 1a) на поверхні вихідного зразка після поверхневого деформування формується зміцнений шар із подрібненою структурою (рис. 1b) завтовшки ~10 µm. Після нагрівання у вакуумі та в азоті подрібнені зерна у ньому укрупнюються внаслідок рекристалізаційних процесів (рис. 1c, d). Найменший ріст зерна зафіксували після нагрівання в азоті.



Рис. 1. Мікроструктура поверхневого шару сплаву ВТ22 у вихідному стані (*a*), після поверхневого деформування (*b*) та нагрівання у вакуумі (*c*) і азоті (*d*).

Fig. 1. Microstructure of the Ti5Al5Mo5V1.5CuFe alloy surface layer in the initial state (*a*), after surface deformation (*b*) and heating in vacuum (*c*) and nitrogen (*d*).

Відомо, що рекристалізація деформованого поверхневого шару внаслідок збільшення розмірів зерна повинна сприяти зменшенню поверхневої мікротвердості сплаву [7]. Однак, згідно з дюрометричним аналізом, вона після нагрівання як у вакуумі, так і в азоті зростає на 13 та 32%, відповідно (рис. 2*a*). Це свідчить про те, що процеси термодифузійного насичення (в даному випадку киснем чи азотом) під час нагрівання домінують над процесами рекристалізації. Атоми азоту чи кисню взаємодіють з поверхнею титану [8, 9], формуючи на ній тонкі плівки нітриду Ti_2N чи оксиду TiO_2 титану, а також дифузійну зону (твердий розчин кисню чи азоту в α-фазі титані), на що вказують піки низької інтенсивності нітриду Ti₂N чи оксиду TiO₂ (у модифікації рутил) титану і зсув піків матричної α-фази в бік ближніх кутів відбиття у дифракційному спектрі (рис. 2*b*).



Рис. 2. Поверхнева мікротвердість (*a*) та дифрактограми (*b*) сплаву ВТ22 у вихідному стані (*1*), після поверхневого деформування (*2*) та нагрівання у вакуумі (*3*) і азоті (*4*).

Fig. 2. Surface microhardness (*a*) and diffraction patterns (*b*) of Ti5Al5Mo5V1.5CuFe alloy in the initial state (*1*), after surface deformation (*2*) and heating in vacuum (*3*) and nitrogen (*4*).

Рентгеноструктурним методом виявили, що через подрібнення структури поверхневого шару після деформування розміри кристалітів зменшуються, а деформація (спотворення) кристалітної гратки у ньому збільшується, що призводить до підвищення напружень та густини дислокації (рис. 3). Подальше нагрівання як у вакуумі, так і в азоті сприяє збільшенню внаслідок рекристалізації розмірів кристалітів, а отже, зменшенню напружень кристалічної гратки та густини дислокацій. Однак після нагрівання розміри кристалітів менші, ніж у вихідному стані. Отже, процеси рекристалізації не такі інтенсивні, щоб нівелювати деформований шар, тобто процеси твердорозчинного зміцнення елементами проникнення пригнічують процеси рекристалізації. Найістотніше цей ефект проявляється під час нагрівання в азоті.





Рис. 3. Розмір кристалітів (*a*), густина дислокацій (*b*) та середня деформація гратки (*c*) сплаву ВТ22 у вихідному стані (*I*), після поверхневого деформування (2) та нагрівання у вакуумі (*3*) і азоті (*4*).

Fig. 3. Crystallite size (*a*), dislocation density (*b*) and lattice strain (*c*) of Ti5Al5Mo5V1.5CuFe alloy in the initial state (*1*), after surface deformation (*2*) and heating in vacuum (*3*) and nitrogen (*4*).

Це можна пояснити так. По-перше, азот є сильним α -стабілізатором [7] і розширює температурний інтервал існування α -області, а отже, суттєво підвищує поріг рекристалізації сплаву (рис. 4). Також тут потрібно враховувати й інші чинники, які впливатимуть на цей процес у деформованому поверхневому шарі сплаву. Зокрема, в працях [10–12] вказано, що у металах з низькою енергією дефектів пакування (в нашому випадку α -титан з ГЩУ-граткою) інтенсивного перерозподілу дислокацій не відбувається аж до рекристалізації. Особливо стійкі дислокаційні конфігурації утворюються після значних деформацій.



У таких металах міцність помітно зменшується лише з початком збиральної і вторинної рекристалізації, тобто на етапах відновлення, полігонізації та первинної рекристалізації дислокаційні субструктури залишатимуться стійкими, а отже, пришвидшуватимуть твердорозчинне зміцнення, полегшуючи дифузію азоту, через що рекристалізація уповільнюватиметься. Також, згідно з працями [13, 14], з введенням у твердий розчин атомів проникнення (в нашому випадку атомів азоту) різко знижується швидкість міграції меж зерен під час збиральної рекристалізації. Це, вочевидь, пов'язано з тим, що атоми азоту в першу чергу дифундують межами зерна, створюючи стискальні напруження в них, що перешкоджатиме росту зерна, а отже, блокуватиме рекристалізацію.

ВИСНОВОК

Підтверджено термічну стабільність деформаційно зміцненого поверхневого шару сплаву ВТ22 під час нагрівання до температури 820°С у середовищі азоту. Виявлено, що за цих умов у ньому інтенсифікуються процеси твердорозчинного зміцнення, які пригнічують рекристалізацію.

- 1. *Vacuum* tribological properties of titanium enhanced via ultrasonic surface rolling processing pre-treatment and plasma nitriding / Dingshun She, Wen Yue, Jiajie Kang, Fei Huang, Chengbiao Wang, and Jing Shen // Tribol. Trans. 2018. **61**, № 4. P. 612–620.
- Liling Ge, Na Tian, Zhengxin Lu, Caiyin You. Influence of the surface nanocrystallization on the gas nitriding ofTi–6Al–4V alloy // Appl. Surf. Sci. – 2013. – 286. – P. 412–416.
- Термодифузійне насичення поверхні титанового сплаву ВТ22 з контрольованого кисеньазотовмісного газового середовища на стадії старіння / В. М. Федірко, І. М. Погрелюк, О. Г. Лук'ненко, С. М. Лаврись, М. В. Кіндрачук, О. І. Духота, О. В. Тісов, В. В. Загребельний // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 2017. 53, № 5. С. 100–109. (*Thermodiffusion* saturation of the surface of VT22 titanium alloy from a controlled oxygen-nitrogen-containing atmosphere in the stage of aging / V. M. Fedirko, I. M. Pohrelyuk, O. H. Luk'yanenko, S. M. Lavrys, M. V. Kindrachuk, O. I. Dukhota, O. V. Tisov, and V. V. Zahrebel'nyi // Materials Science. 2017. 53, № 5. P. 100–109.)
- 4. *Farokhzadeh K., Qian J., and Edrisy A.* The Effect of SPD surface layer on plasma nitriding of Ti–6Al–4V alloy // Mat. Sci. Eng. A. 2014. **589**, № 1. P. 199–209.

 Погрелюк І. М., Кіндрачук М. В., Лаврись С. М. Зносотривкість титанового сплаву ВТ22 після азотування, суміщеного з термічною обробкою // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2016. – 52, № 1. – С. 56–60.

(*Pohrelyuk I. M., Kindrachuk M. V., Lavrys' S. M.* Wear resistance of VT22 titanium alloy after nitriding combined with heat treatment // Materials Science. -2016. -52, No 1. -P.56-61.)

- 6. Pohrelyuk I. M., Fedirko V. M., and Lavrys S. M. Effect of preliminary ball burnishing on wear resistance of the nitrided VT22 alloy // J. Frict. Wear. 2017. **38**, № 3. P. 221–224.
- Солонина О. П., Глазунов С. Г. Титановые сплавы. Жаропрочные титановые сплавы. – М.: Металлургия, 1976. – 448 с.
- Fedirko V. N., Luk'yanenko A. G., and Trush V. S. Solid-solution hardening of the surface layer of titanium alloys. Part 2. Effect on metallophysical properties // Met. Sci. Heat Treat. - 2015. - 56, №11-12. - P. 661-664.
- Труш В. С., Лук'яненко О. Г., Стоєв П. І. Вплив модифікування поверхневого шару домішками проникнення на тривалу міцність сплаву Zr-1%Nb // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2019. – 55, № 4. – С. 114–118.

(*Trush V. S., Lukianenko O. H., Stoev P. I.* Influence of modification of the surface layer by penetrating impurities on the long-term strength of Zr-1% Nb Alloy // Materials Science. - 2020. - 55, No 4. - P. 585-589.)

- 10. *Han J., Sheng G. M., and Hu G. X.* Nanostructured surface layer of Ti–4Al–2V by means of high energy shot peening // ISIJ International. 2008. **48**, № 2. C. 218–223.
- Olidko I. A. and Reizis A. B. Grain-bondary dislocation climb and diffusion in nanocrystalline // Phys. Solid State. – 2001. – 43. – C. 35–38.
- Электроискровое диспергирование металлических материалов. III. Влияние технологических факторов на размеры, форму и структурное состояние высокодисперсных частиц / А. Е. Перекос, А. И. Устинов, С. Н. Захарченко, О. Ф. Бойцов, В. З. Войнаш, В. П. Залуцкий // Металофіз. новітні технології. – 2019. – 41, № 1. – С. 101–120.
- 13. Федирко В. Н., Погрелюк И. Н. О кинетике азотирования титановых сплавов при температуре 1173°К // Физ.-хим. механика материалов. – 1983. – 19, № 6. – С. 33–35. (Fedirko V. N. and Pogrelyuk I. N. Kinetics of nitriding of titanium alloys at 1173°К // Materials Science. – 1983. – 19, № 6. – Р. 511–513.)
- 14. *Chuvil'deev V. N. and Smirnova E. S.* Recrystallization temperature in metals with small impurity additions // Phys. Met. Metallogr. 2001. 92, № 2. C. 117–122.

Одержано 21.10.2020