

УДК 669.295:621.785

## ЗАКОНОМІРНОСТІ ТЕРМОДИFUЗІЙНОГО НАСИЧЕННЯ АЗОТОМ, СУМІЩЕНОГО ЗІ ШТАТНОЮ ТЕРМІЧНОЮ ОБРОБКОЮ, ТИТАНОВОГО СПЛАВУ VT22

*І. М. ПОГРЕЛЮК, В. М. ФЕДІРКО, С. М. ЛАВРИСЬ, Т. М. КРАВЧИШИН*

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

Встановлено закономірності термодифузійного насичення азотом двофазного титанового сплаву VT22, суміщеного з його штатною термічною обробкою. Виявлено кінетичні особливості азотування ( $\alpha+\beta$ )-сплаву VT22, котрі зумовлені температурно-часовими параметрами обробки. Оцінено вплив цих параметрів на фазово-структурний стан матеріалу та його взаємозв'язок з рівнем приповерхневого зміцнення та глибиною азотованого шару.

**Ключові слова:** *титановий сплав VT22, термічна обробка, азотування, кінетика насичення, шорсткість, поверхневе зміцнення, структура.*

На сьогодні найперспективнішою, ефективною та економічно виправданою поверхневою хіміко-термічною обробкою високоміцних титанових сплавів залишається азотування. Воно технологічно просте, забезпечує надійні фізико-хімічні та триботехнічні характеристики оброблювальних поверхонь та не потребує додаткових технологічних операцій [1, 2]. Азотування двофазного титанового сплаву за діючими технологічними інструкціями хоча і забезпечує необхідне приповерхневе зміцнення, проте нівелює результати попередньої термічної обробки сплавів, яка задавала рівень міцнісних характеристик [3]. Для вирішення цього завдання запропоновано [4] сумістити в одному технологічному циклі формування азотованого шару заданих параметрів і термічну обробку сплаву для отримання зносотривкого поверхневого шару зі збереженням регламентованого рівня міцнісних характеристик матеріалу.

Мета цієї роботи – встановити закономірності термодифузійного насичення азотом, суміщеного зі штатною термічною обробкою, двофазного титанового сплаву VT22.

**Методика досліджень.** Досліджували високоміцний двофазний титановий сплав VT22, який широко застосовують у машинобудуванні, в тому числі і в авіабудуванні [5, 6]. Сплав VT22 здатен гартуватись за охолодження з малими швидкостями (2...4°C/min), що дає можливість здійснювати процес без переносу у гартувальне середовище [7]. Для збереження об'ємного зміцнення, яке задає штатна термічна обробка, і формування поверхневого зміцнення термодифузійним насиченням поверхневих шарів азотом, сплав VT22 обробляли за режимами, котрі суміщали штатну термічну (ШТО) і хіміко-термічну (ХТО) обробки в одному технологічному циклі. Термодифузійне насичення азотом здійснювали на першому (рис. 1а) або на другому ступені ШТО (рис. 1б), причому процес супроводжували різними ізотермічними витримками (1; 2 та 3 h).

Циліндричні зразки розміром 9,7×2,8 mm обробляли на установці, яка дає змогу відтворювати технологічний регламент ШТО сплаву та забезпечувати температурно-часовий та газодинамічний режими азотування в одному технологічно-

му циклі. Використовували газоподібний азот технічної чистоти (ГОСТ 9293-74), який перед подачею в реакційний простір печі висушували та вивільняли від кисню, пропускаючи через капсулу з силікагелем і нагріту на  $\sim 50^\circ\text{C}$  вище температури насичення титанову стружку.

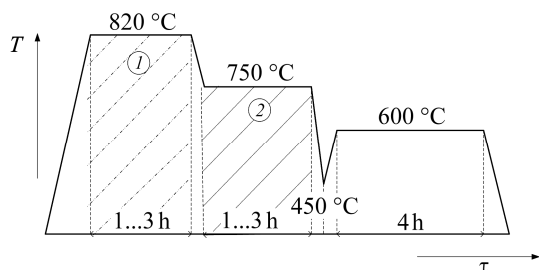


Рис. 1. Штатний режим термічної обробки титанового сплаву BT22:

1 – перший ступінь ШТО;  
2 – другий ступінь ШТО.

Fig. 1. Standard heat treatment of BT22 titanium alloy:

1 – first degree standard heat treatment (SHT); 2 – second degree SHT.

Перед дослідженням зразки механічно шліфували на абразивному папері та полірували з послідовним використанням алмазних паст від АП 10/7 до АП 3/2. Щоб зняти жир та інші забруднення, безпосередньо перед обробкою зразки промивали в бензині, ацетоні, спирті, а потім висушували.

Зміну маси зразків після оброблення оцінювали зважуванням на вазі Voyager фірми “ОНАУС” з точністю  $\pm 0,0001$  g. Мікроструктуру приповерхневих шарів досліджували на “скісних” шліфах, використовуючи металографічний мікроскоп “Еріquant”, оснащений камерою та комп’ютерною приставкою з фіксацією зображення у цифровому вигляді. Поверхнєве зміцнення та мікротвердість по перерізу приповерхневих шарів сплаву оцінювали за допомогою мікротвердоміра ПМТ-3М за навантаження на індентор 0,49 N. Глибину азотованого шару визначали як металографічно, так і методом мікротвердості. Шорсткість поверхні оброблених зразків вимірювали на профілометрі моделі 170621 з автоматичним визначенням середньоарифметичного відхилення профілю  $R_a, \mu\text{m}$  (ГОСТ 2789-73).

**Результати та їх обговорення.** Кінетику азотування двофазного титанового сплаву BT22 вивчали за температур першого ( $820^\circ\text{C}$ ) та другого ( $750^\circ\text{C}$ ) ступенів штатної термічної обробки. Час ізотермічної витримки – 1; 2 та 3 h. Співвідношення між приростом маси сплаву і тривалістю азотування для досліджуваних температур, яке характеризує відносну інтенсивність протікання процесу, наведено на рис. 2. Аналіз поданих кінетичних залежностей дає змогу стверджувати, що приріст маси зразків збільшується після термодифузійного насичення азотом як на першому, так і на другому ступені ШТО. Збільшення тривалості експозиції інтенсифікує азотування і найвищий приріст маси в обох випадках отримуємо після 3 h. Слід зазначити, що на першому ступені термічної обробки інтенсивність протікання процесу в 1,5–1,8 рази більша порівняно з інтенсивністю насичення на другому ступені, що є свідченням сильнішої дифузії азоту в титан, а отже, і активнішого нітридоутворення на поверхні за вищої температури (рис. 2).

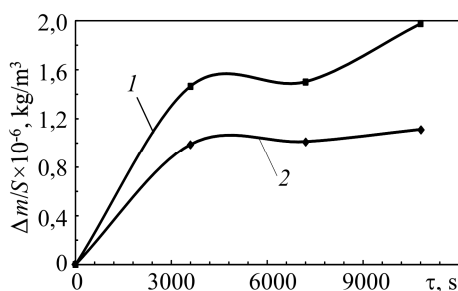


Рис. 2. Ізотерми азотування титанового сплаву BT22:

1 – перший ступінь ШТО;  
2 – другий.

Fig. 2. Isotherms of titanium BT22 alloy nitriding: 1 – first degree SHT; 2 – second.

Після ХТО, яка поєднує ШТО і азотування, за усіх температурно-часових параметрів насичення, поверхня зразків сплаву VT22 гладка, блискуча, світло-золотиста. Незалежно від режиму азотування на поверхні VT22 формується плівка нижчого нітриду титану  $Ti_2N$ , фіксуючи рефлекси цієї фази у дифракційному спектрі, про що свідчать результати рентгенівського фазового аналізу. Зменшення інтенсивності ліній нітридної фази у поверхневому дифракційному спектрі свідчить про гальмування нітридоутворення на поверхні зі зниженням температурно-часових параметрів насичення, що відповідає переходу від азотування на першому до насичення на другому ступені ШТО.

Нітридна плівка, яка утворюється на поверхні титанового сплаву після азотування, має характерний рельєф, який відтворює межі  $\beta$ -зерен титанової матриці. Збільшення температури та часу експозиції азотування призводить до зростання рельєфності зміцненої поверхні (рис. 3). Це пояснюється тим, що під час термодифузійного насичення атоми азоту насамперед дифундують межами зерен, оскільки ті є сприятливими шляхами для їх полегшеної дифузії. З підвищенням температурно-часових параметрів насичення нітридні плівки розростаються межами зерен, об'єднуються, наростають одна на одну та поступово заповнюють усю оброблювану поверхню. В результаті топографія поверхні відтворює межі зерен, і тим виразніше, що більша температура та тривалість експозиції насичення. Тобто мікроструктурний аналіз поверхні зразків свідчить про те, що в енергетично вигідних місцях (межі зерен) зароджується і росте поверхнева нітридна плівка. Найрельєфнішу поверхню, яка повторює межі зерен матеріалу, отримали за азотування, суміщеного з першим ступенем ШТО сплаву (температура насичення  $820^\circ C$ ) (рис. 3).

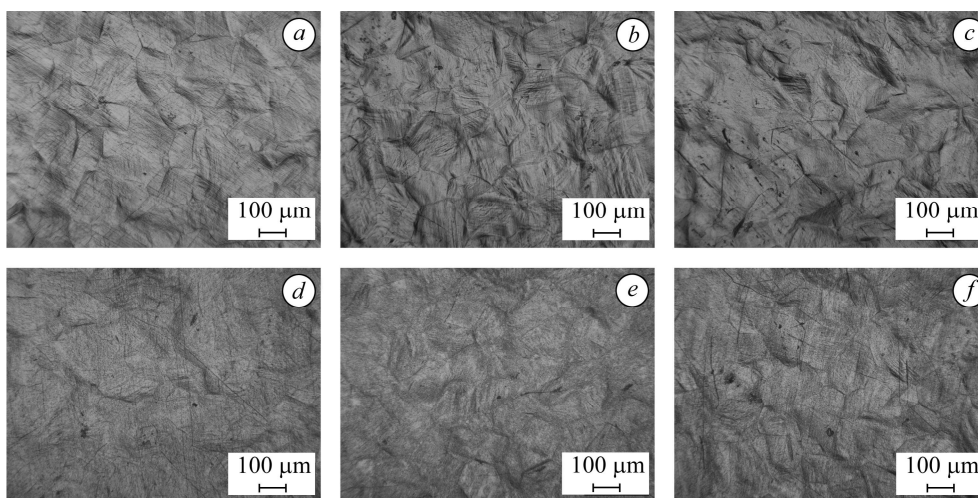


Рис. 3. Топографія поверхні титанового сплаву VT22 після азотування на першому (*a–c*) та другому (*d–f*) ступенях ШТО впродовж 1 (*a, d*); 2 (*b, e*) та 3 h (*c, f*).

Fig. 3. Topography of the surface of VT22 titanium alloy after nitriding at the first (*a–c*) and second (*d–f*) stages of SHT for 1 (*a, d*); 2 (*b, e*) and 3 h (*c, f*).

Збільшення рельєфності поверхні сплаву VT22 з підвищенням температурно-часових параметрів азотування внаслідок інтенсифікації нітридоутворення, формування і росту нітридної плівки негативно впливає і на якість азотованої поверхні. Найбільше шорсткість зростає за насичення на першому ступені термічної обробки, і тим інтенсивніше, що триваліша експозиція процесу (рис. 4). Зі зниженням температури азотування до  $750^\circ C$  (друга ступінь ШТО) погіршення якос-

ті поверхні менш відчутне. При цьому параметр  $R_a$  після різних режимів термодифузійного насичення не виходить за межі квалітету чистоти вихідних зразків.

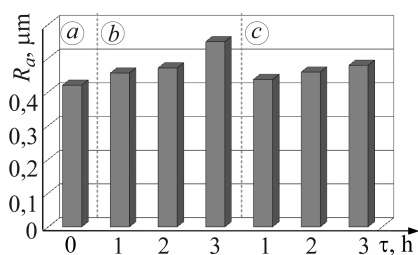


Рис. 4. Шорсткість поверхні сплаву BT22 у вихідному стані (a), після азотування на першому (b) та другому (c) ступенях ШТО.

Fig. 4. Surface roughness of BT22 alloy in the initial state (a), after nitriding at the first (b) and the second (c) stages of SHT.

Поверхнева мікротвердість сплаву у вихідному стані становить 3,4 GPa, при цьому рівень навантаження на індентор не впливає на її значення, що опосередковано свідчить про незмінність характеристик по глибині приповерхневого шару. З підвищенням температурно-часових параметрів термодифузійного насичення спостерігаємо загальну тенденцію до зростання поверхневої твердості. Це вказує на посилення ефекту зміцнення внаслідок активізації газонасичення та фазотворення на поверхні сплавів (рис. 5).

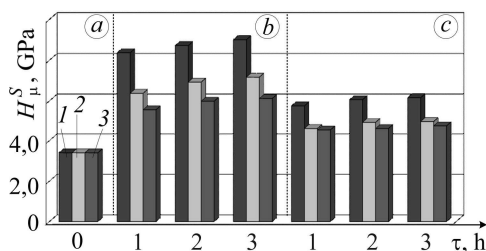


Рис. 5. Поверхнева мікротвердість титанового сплаву BT22 у вихідному стані (a) і після термодифузійного насичення за температур 820°C (b) та 750°C (c): 1 – 0,198 N; 2 – 0,49 N; 3 – 0,981 N.

Fig. 5. Surface microhardness of BT22 titanium alloy in the initial state (a) and after thermal diffusion saturation at temperatures 820°C (b) and 750°C (c): 1 – 0.198 N; 2 – 0.49 N; 3 – 0.981 N.

Найбільша поверхнева мікротвердість сплаву BT22 після азотування за навантаження на індентор 0,198 N. Зі зростанням навантаження до 0,49 та 0,981 N вона дещо знижується. Це зумовлено тим, що поверхнева мікротвердість є інтегральною характеристикою, яка залежить від глибини проникнення індентора. Ця залежність свідчить про градієнтне приповерхнєве зміцнення, яке властиве для дифузійних процесів. За більшої глибини проникнення індентора твердість знижується, оскільки зменшується вміст дифундуючого елемента (зокрема, азоту), а відповідно і рівень зміцнення. Зі збільшенням температури і тривалості експозиції насичення градієнт приросту поверхневої твердості за меншого навантаження різкіший, що зумовлено формуванням тонкого поверхневого шару нітриду титану.

Загалом найбільший приріст мікротвердості спостерігали після термодифузійного насичення азотом за вищої температури (на першому ступені ШТО), що в 1,4 рази більший порівняно з насиченням за нижчої температури (на другому ступені ШТО). Причому таку тенденцію поверхневого зміцнення сплаву BT22 спостерігаємо незалежно від часу азотування, що свідчить про домінуючий вплив температури насичення порівняно з витримкою. Найвища твердість зафіксована після суміщеного з ШТО азотування за температури 820°C, 3 h.

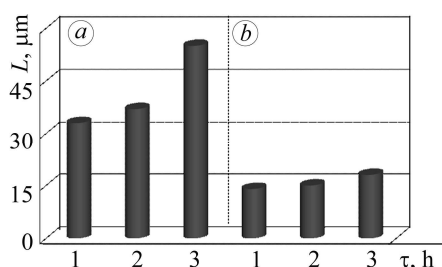
За високотемпературної взаємодії титанових сплавів з азотом формується азотований зміцнений шар, до складу якого, окрім поверхневої нітридної зони, входить і градієнтний дифузійний шар з підвищеною мікротвердістю (газонаси-

чений). Глибину азотованого шару визначали як прямим методом (металографічним), так і методом мікротвердості як зону, що перевищує твердість осердя зразка на  $\delta H = 0,2$  GPa. Розмір газонасиченого шару, який виявляють металографічно, не фіксує реальної глибини проникнення азоту в титан [8], тому цю глибину оцінювали методом мікротвердості.

Зі збільшенням температури та часу витримки азотування, суміщеного з ШТО, глибина зміцненого шару зростає. Найбільша глибина – за температури першого ступеня ШТО (820°C) після 3 h витримки (55  $\mu\text{m}$ ). Глибина проникнення азоту за температури першого ступеня ШТО є більшою порівняно з насиченням на другому ступені у 2,5–3 рази і така тенденція зберігається за усіх часових експозицій термодифузійного насичення (рис. 6).

Рис. 6. Вплив часу витримки на глибину зміцненої зони титанового сплаву BT22 після азотування на першому (a) та другому (b) ступенях ШТО.

Fig. 6. Effect of holding time on the depth of hardening zone of BT22 titanium alloy after nitriding at the first (a) and second (b) stages of SHT.



Зміна фазово-структурного стану сплаву BT22 на кожному етапі ХТО впливає на дифузію і розчинення азоту. Особливістю ( $\alpha+\beta$ )-титанового сплаву є його двофазність, тобто присутність областей із різною потенційною здатністю до розчинення азоту та його дифузійною рухливістю. Зокрема, розчинність азоту в  $\alpha$ -фазі на два порядки більша, ніж у  $\beta$ -фазі, однак коефіцієнт дифузії азоту в  $\beta$ -титані на два-три порядки більший, ніж в  $\alpha$ -титані [9]. За вищих температур насичення (див. рис. 1a) розміри зерен  $\beta$ -фази укрупнюються (рис. 7c), що пояснюється наближенням температури процесу до температури поліморфного перетворення. Також зі збільшенням витримки спостерігаємо подрібнення та зростання кількості зерен  $\alpha$ -фази (рис. 7). Саме ці чинники інтенсифікують насичення поверхні азотом і забезпечують вищий ступінь поверхневого зміцнення сплаву.

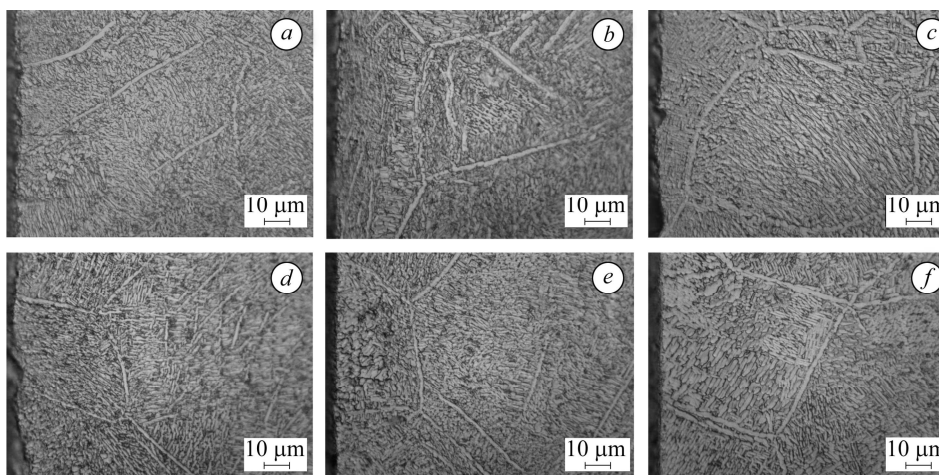


Рис. 7. Мікроструктура приповерхневих шарів сплаву BT22 після азотування на першому (a–c) та другому (d–f) ступенях ШТО впродовж 1 (a, d); 2 (b, e) та 3 h (c, f).

Fig. 7. Microstructure of near-surface layers of BT22 alloy after nitriding at the first (a–c) and the second (d–f) stages of SHT for 1 (a, d); 2 (b, e) and 3 h (c, f).

Таким чином, азотування, суміщене зі штатною термічною обробкою, призводить до незначного погіршення якості азотованої поверхні титанового сплаву BT22 (квалітет чистоти  $\epsilon$  в межах одного класу) за усіх режимів насичення. Найбільше приповерхнєве зміцнення (поверхнєву мікротвердість, глибину азотованого шару) спостерігали після термодифузійного насичення азотом за температури 820°C (на першому ступені ШТО), яке в 1,4 рази більше порівняно з насиченням за температури 750°C (на другому ступені ШТО).

*РЕЗЮМЕ.* Установлена закономірність термодифузійного насичення азотом двухфазного титанового сплаву BT22, совмещенного с его штатной термической обработкой. Обнаружено кинетические особенности азотирования ( $\alpha+\beta$ )-сплава BT22, обусловленные температурно-временными параметрами обработки. Оценено влияние этих параметров на фазово-структурное состояние материала и его взаимосвязь с уровнем приповерхностного упрочения и глубиной азотированного слоя.

*SUMMARY.* The regularity of thermal diffusion saturation with nitrogen of two-phase titanium BT22 alloy, combined with its standard heat treatment was established. The kinetic features of BT22 ( $\alpha+\beta$ )-alloy nitriding, caused by the temperature and time treatment parameters were found. The effect of these parameters on the phase-structural condition of the material and its relationship with the level of the near-surface hardening and depth of the nitrided layer were estimated.

1. *Механіка руйнування і міцності матеріалів: Довідн. посібник / Під заг. ред. В. В. Панасюка. Т. 9: Міцність і довговічність авіаційних матеріалів та елементів конструкцій / О. П. Осташ, В. М. Федірко, В. М. Учанин, С. А. Бичков, О. Г. Моляр, О. І. Семенець, В. С. Кравець, В. Я. Дереча. – Львів: Сполом, 2007. – 1068 с.*
2. *Ванжула Т. В., Замков В. Н., Прилуцький В. П. Повышение износостойкости деталей их титановых сплавов. Обзор // Автоматическая сварка. – 2003. – № 8. – С. 31–35.*
3. *Pohrelyuk I. and Fedirko V. Chemico-thermal treatment of titanium alloys – Nitriding // Titanium Alloys – Towards Achieving Enhanced Properties for Diversified Applications (Chapter 7) / Ed.: Akm Nurul Amin. – InTech, 2012. – P. 141–174.*
4. *Погрелюк І. М., Кіндрачук М. В., Лаврись С. М. Зносотривкість титанового сплаву BT22 після азотування, суміщеного з термічною обробкою // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2016. – 52, № 1. – С. 56–60.  
(Pohrelyuk I. M., Kindrachuk M. V., Lavryś S. M. Nitriding combined with heat treatment // Materials Science. – 2016. – 52, № 1. – P. 56–61.)*
5. *Хорев А. И., Хорев М. А. Титановые сплавы: применение и перспективы развития // Титан. – 2005. – № 1. – С. 40–53.*
6. *Титановые сплавы для авиационной промышленности Украины / С. Л. Антонюк, А. Г. Моляр, А. Н. Калинюк, В. Н. Замков // Современная электрометаллургия. – 2003. – № 1. – С. 10–14.*
7. *Осташук В. В., Семишов Н. И. Влияние режимов упрочняющей термической обработки на структуру и свойства титанового сплава BT22 // Питання проектування та виробництва конструкцій літальних апаратів. Зб. наук. праць. – 2010. – № 2. – С. 38–43.*
8. *Федірко В. М., Погрелюк І. М. Азотування титану та його сплавів. – К.: Наук. думка, 1995. – 222 с.*
9. *Матичак Я. С., Погрелюк І. М., Федірко В. М. Кінетичні особливості азотування ( $\alpha+\beta$ )-титанових сплавів // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2010. – 46, № 5. – С. 82–88.  
(Matychak Ya. S., Pohrelyuk I. M., Fedirko V. M. Kinetic features of the process of nitriding of ( $\alpha+\beta$ )-titanium alloys // Materials Science. – 2011. – 46, № 5. – P. 660–668.)*

Одержано 21.06.2016