

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«УФИМСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ НАУКИ И ТЕХНОЛОГИЙ»**

На правах рукописи



**ТАГИРОВ АЙНУР ФИРГАТОВИЧ**

**ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО  
АЗОТИРОВАНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ  
ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СЛОЖНОПРОФИЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ  
СПЛАВА ВТ6**

Специальность 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и  
сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:

кандидат технических наук, доцент  
Агзамов Рашид Денисламович

Москва 2024

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА I. СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧ	
ИССЛЕДОВАНИЯ.....	10
1.1 Методы поверхностного модифицирования титановых сплавов .....	11
1.2 Технология ионного азотирования титановых сплавов.....	25
1.3 Анализ влияния параметров ионного азотирования на формирование модифицированной поверхности .....	29
1.4 Влияния ионного азотирования на остаточные напряжения и усталостную прочность .....	41
1.5 Заключение по литературному обзору. Постановка цели и задач исследования.....	48
ГЛАВА II. ОБЪЕКТ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	
2.1 Объекты исследований .....	51
2.2 Методы исследования.....	55
ГЛАВА III. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ	
ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО	
СОСТАВА, СТРУКТУРУ И ГЛУБИНУ МОДИФИЦИРОВАННОГО СЛОЯ	
3.1 Исследование влияния температуры азотирования на фазовый состав и микроструктуру поверхностного слоя титановых сплавов .....	61
3.2 Исследование влияния параметров азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов .....	68
3.2.1. Исследование влияния температуры азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов.....	68
3.2.2. Исследование влияния длительности азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов	71
3.2.3. Исследование влияния давления рабочей среды на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов .....	75
3.3 Исследование температуры азотирования на шероховатость поверхности .....	76

3.4 Выводы по Главе 3 .....	78
ГЛАВА IV. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТНЫЕ ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ.....	80
4.1 Методы определения остаточных напряжений .....	80
4.2 Влияние низкотемпературного ионного азотирования на остаточные напряжения в поверхностном слое.....	84
4.3 Выводы по главе 4.....	91
ГЛАВА V .ТЕХНОЛОГИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ИМИТАТОРА МОНОКОЛЕСА КОМПРЕССОРА ГТД В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ.....	92
5.1 Результаты обработки опытной партии лопаток из титанового сплава BT6 по отработанным режимам в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде .....	94
5.2 Технологический процесс низкотемпературного ионного азотирования имитатора моноколеса компрессора ГТД в тлеющем разряде.....	101
5.3 Выводы по главе 5.....	104
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ.....	105
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....	107
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	122

## ВВЕДЕНИЕ

Титановые сплавы занимают важное место среди современных конструкционных материалов благодаря удачному сочетанию физико-механических и технологических свойств.

В газотурбинных двигателях, применяемых в авиации, титановые сплавы играют важную роль при изготовлении лопаток компрессора первых четырех ступеней, представляющих собой важнейшие элементы для функционирования двигателя. В разработке современных ГТД, особенно в области гражданской авиации, наблюдается тенденция замены традиционных дисков с лопатками на интегральные конструкции - моноколеса или блиски. Повышение усталостных характеристик лопаток моноколес и блисков становится актуальной задачей, поскольку ресурс и надежность данных деталей важны для безопасной и эффективной эксплуатации авиационных газотурбинных двигателей.

При знакопеременных нагрузках в условиях длительной эксплуатации, разрушение лопаток, как правило, начинается либо с поверхности, либо в тонком поверхностном слое, который формируется на окончательных этапах обработки.

Прочностные характеристики лопаток ГТД тесно связаны с их физико-химическими свойствами, структурой и фазовым состоянием материала, микрогеометрией, а также с остаточными напряжениями, которые формируются в их поверхностных слоях. Поверхностные остаточные напряжения оказывают существенное влияние на усталостную прочность деталей, работающих под статическими и переменными нагрузками.

Наведение сжимающих остаточных напряжений в поверхностном слое возможно достичь различными отделочно-упрочняющими методами (ППД, ХТО и т.д.). Применение наиболее часто употребляемых методов дробеструйной обработки и ионной имплантации, приводит к сложности и ограничению обработки сложнопрофильных деталей, например, моноколес.

Применение ионной имплантации вызывает трудности при обработке деталей со сложной конфигурацией (неравномерная обработка поверхности детали и невозможность обработки теневых зон), а ППД может привести к изменению геометрических параметров тонкостенных и особо ответственных деталей.

Процесс плазменного насыщения азотом используется для улучшения характеристик титановых сплавов путем создания модифицированных поверхностных слоев. В процессе азотирования титана и его сплавов при температурах, превышающих 800-900°C, происходят полиморфные превращения, что отрицательно сказывается на механических свойствах основного материала. Кроме того, длительное воздействие высоких температур приводит к короблению и микродеформациям тонкостенных и сложнопрофильных деталей авиационной техники. Снижение температуры ионного азотирования титановых сплавов до 450...700°C приводит к формированию на поверхности сплошной нитридной пленки, препятствующей эффективной диффузии азота вглубь материала.

В настоящее время, как за рубежом, так и в нашей стране активно ведутся работы по изучению низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов, основной целью которого является создание небольшого по протяженности модифицированного слоя с сохранением высокого уровня механических свойств.

Таким образом, применение низкотемпературного ионного азотирования к моноколесам ГТД, с целью сохранения высокого уровня механических свойств материала, формирования на поверхности остаточных напряжений сжатия и повышения усталостной прочности, является актуальной задачей.

В связи с этим, **целью данной работы** является изучение закономерности влияния режимов низкотемпературного ионного азотирования поверхности титанового сплава ВТ6 на структурно-фазовые и

механические характеристики поверхностного слоя и разработка технологии модифицирования поверхности сложнопрофильных деталей.

Для достижения поставленной цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Определить влияние технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на структуру, фазовый состав, микротвердость поверхностного слоя титанового сплава ВТ6.

2. Определить влияние технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования на знак и величину остаточных напряжений, их распределение по глубине в поверхностном слое титанового сплава ВТ6.

3. Исследовать влияние низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на усталостную прочность деталей из титанового сплава ВТ6.

4. Разработать опытную технологию низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей из конструктивных титановых сплавов, обеспечивающую равномерное формирование остаточных напряжений сжатия в поверхностном слое и методику их неразрушающего контроля .

#### **Научная новизна работы:**

1. Показано, что ионное азотирование при температурах 450-500°C приводит к образованию  $\alpha$ -раствора азота в поверхностном слое титанового сплава ВТ6. Ионное азотирование при температурах 550-600°C приводит к образованию нитридов титана в структуре сплава с различным стехиометрическим составом  $Ti_xN_y$ .

2. Установлено, что на поверхности образцов из титанового сплава ВТ6, азотированных в тлеющем разряде, формируются сжимающие напряжения. Показано, что уменьшение температуры азотирования с 600°C до 450°C приводит к росту величины сжимающих напряжений.

3. Установлено, что после ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на поверхности образцов из титанового сплава ВТ6 возникают растягивающие напряжения. Показано, что снижение температуры азотирования с 600°C до 450°C ведет к уменьшению значения поверхностных растягивающих напряжений.

4. Проведена апробация технологии низкотемпературного ионного азотирования на сложнопрофильных деталях, имеющих теневые зоны.

### **Практическая и теоретическая значимость работы**

1. Установлена взаимосвязь влияния технологических параметров ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде и в тлеющем разряде, в частности температуры обработки, на формирование остаточных напряжений в поверхностном слое титанового сплава ВТ6.

2. Предложен способ низкотемпературного ионного азотирования изделий из титановых сплавов, включающий подачу в вакуумную камеру плазмообразующей газовой смеси, содержащей 15 мас. % азота и 85 мас. % аргона. Этот способ отличается тем, что азотирование проводят в тлеющем разряде при температуре 450°C с постоянной прокачкой газовой смеси и поддержанием в ней давления 150 Па.

3. Апробирован неразрушающий метод определения поверхностных остаточных напряжений методом свободных колебаний, основанный на зависимости упругих свойств материалов от их напряженного состояния, суть которого заключается в ударном возбуждении свободно затухающих упругих колебаний в контролируемом объекте и анализе характеристик собственных колебаний объекта.

4. Экспериментальные результаты по исследованию влияния технологических режимов ионного азотирования на формирование в поверхностном слое остаточных напряжений сжатия и методика их контроля могут быть использованы при разработке новых технологических процессов низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей.

**Положения, выносимые на защиту:**

1. Закономерности влияния технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования на микротвердость, структуру, фазовый и химический состав титанового сплава ВТ6.

2. Закономерности влияния низкотемпературного ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде и в тлеющем разряде на знак и величину остаточных напряжений в поверхностном слое титанового сплава ВТ6.

3. Рекомендации к технологии низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей, типа моноколесо, обеспечивающей формирование остаточных напряжений сжатия в поверхностном слое деталей.

**Апрбация работы.** Основные результаты работы докладывались и обсуждались: на студенческих конференциях «Неделя науки» (Уфа, 2017-2021 гг.), на IX Всероссийской научно-технической конференции УМПО (Уфа, 2018 г.), на X Всероссийской научно-технической конференции УМПО (Уфа, 2018 г.), «6th International Congress Energy Fluxes and Radiation Effects» (Томск, 2018 г.), XLV Международная молодежная научная конференция «Гагаринские чтения» (Москва, 2019 г.), Труды 30-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2023» (Санкт-Петербург), Третья Международная школа-конференция молодых ученых «Кайбышевские чтения» (Уфа, 2023 г.), GDPA

2023 (Уфа), 20-я Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (Москва, 2023 г.).

**Публикации.** По материалам диссертации опубликовано 12 работ, из них 3 в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ, 2 работы опубликованы в журналах, входящих в базу цитирования Scopus и Web of Science, а также опубликованы 3 патента РФ.

**Структура и объем работы.**

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы и приложений. Основной текст изложен на 128 страницах машинописного текста, имеется 47 иллюстрации, 8 таблиц, список литературы из 127 наименований.

## ГЛАВА I. СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ

Повышение надежности и долговечности газотурбинного двигателя является важной проблемой современного авиадвигателестроения.

В процессе воздействия циклических нагрузок в металлах и сплавах постепенно возникают трещины, которые могут привести к полному разрушению детали или образца. Это разрушение особенно опасно, так как может произойти при напряжениях ниже пределов прочности и текучести. Процесс постепенного накопления дефектов в материале под воздействием циклических нагрузок, которые уменьшают его долговечность из-за образования трещин и разрушения, называется усталостью, а способность материала противостоять усталости - выносливостью.

Усталостные характеристики зависят от сочетания прочностных и пластических свойств материала при статической нагрузке. Следовательно, любые изменения в составе и структуре способны улучшить механические свойства поверхности сплавов при растяжении и других статических испытаниях, что приведет к увеличению их долговечности.

При изгибе детали по поперечному сечению возникает градиент напряжений, максимум которых приходится на поверхностные зоны. Свойства поверхности изделий играют ключевую роль в сопротивлении усталостному разрушению металла в условиях переменного действующего нагрузок. В результате циклических нагрузок повреждения накапливаются в поверхностных слоях, где чаще всего образуются усталостные трещины под воздействием растягивающих напряжений. Деформации в поверхностных слоях начинаются раньше, чем в сердцевине изделия, из-за интенсивного накопления дислокаций. При достижении критической плотности дислокаций возникают микротрещины, которые впоследствии могут привести к излому поверхностных зон изделия.

Результаты исследования сопротивления усталости образцов из сплава ВТ6 в зависимости от уровня остаточных напряжений в поверхностном слое (по данным ЦИАМ) показали, что при равных условиях предел выносливости образцов с остаточными напряжениями на базе  $10^7$  циклов отличается от предела выносливости образцов без остаточных напряжений. Оказывается, что сжимающие остаточные напряжения способствуют увеличению предела выносливости, а растягивающие – его уменьшению. Поэтому всевозможные способы, направленные на упрочнение или модифицирование поверхности и создание поверхностных сжимающих остаточных напряжений, благоприятно воздействуют на усталостную прочность материала.

Появление остаточных напряжений связано с условиями изготовления деталей, поэтому технологические процессы изготовления деталей должны проектироваться так, чтобы сформированные в поверхностных слоях остаточные напряжения гарантировали надежность и долговечность деталей при эксплуатации в заданных условиях [43].

### **1.1 Методы поверхностного модифицирования титановых сплавов**

Титан и его сплавы применяют во многих отраслях промышленности (авиастроение, ракетостроение, автомобилестроение), поскольку являются ключевыми конструкционными материалами.

В зависимости от условий работы, особое внимание уделяется определенным характеристикам, значение которых должно быть максимальным. Одним из таких ключевых характеристик считается высокий предел выносливости при комнатной (должен быть не менее 45% предела прочности) и высоких температурах (должен быть не менее половины предельной прочности при соответствующих температурных условиях).

Данная характеристика играет важную роль для деталей, которые подвергаются знакопеременным нагрузкам в процессе эксплуатации,

например, лопатки компрессоров ГТД. Известно, что усталостная прочность сильно зависит от состояния поверхности деталей: их чистоты после обработки, наличия и уровня остаточных напряжений, а также поверхностного упрочнения [123].

Создавая контролируемые остаточные напряжения, можно существенно повысить предел выносливости. Это позволяет снизить воздействие вредных растягивающих напряжений путем намеренного создания сжимающих напряжений в поверхностном слое. Именно с этим связано применение различных технологий поверхностной обработки материалов, например химико-термическая обработка (ХТО).

ХТО и поверхностно-упрочняющие методы обработки (цементация, азотирование, ППД и т.д.) представляют собой эффективные способы изменения физико-химического и механического состояния поверхностного слоя деталей. Эти методы позволяют достичь необходимых эксплуатационных характеристик (например, устойчивость к износу, сопротивление усталости, термостойкость и другие). Применение указанных методов является не только эффективно, но в некоторых случаях является единственно возможным способом обеспечения требуемого ресурса и надежности деталей.

Далее будут проанализированы различные методы поверхностного модифицирования титановых сплавов и их влияние на поверхностные остаточные напряжения, а также усталостную прочность.

*Поверхностная пластическая деформации (ППД).* Упрочнение поверхностного слоя происходит благодаря упруго-пластическому деформированию, которое возникает при механическом воздействии на поверхность детали.

Для повышения усталостной прочности лопаток и других деталей применяются разнообразные методы обработки поверхности, такие как

гидродробейструйная обработка, виброгалтовка, пневмодробеструйный наклеп (ПДН), ультразвуковая обработка [123].

Виброгалтовку осуществляют стальными шариками, диаметр которых составляет 2-3 мм, в смеси, состоящей из 0,25% нитрата натрия, 0,25% кальцинированной соды, 0,25% буры, 0,65% тринатрийфосфата, остальной вода.

При обработке ПДН в объемной камере используются стальные шарики диаметром от 2 до 5 мм для создания напряжений сжатия величиной до  $80 \text{ кгс/мм}^2$  и глубиной залегания более 200 мкм.

Дробеструйная обработка заключается в обработке поверхности материала стальными шариками, которые при бомбардировки поверхности детали вызывают упруго-пластическое деформирование поверхностного слоя. Это приводит к появлению высоких остаточных напряжений сжатия в металле, улучшающих эксплуатационные характеристики деталей, особенно подверженных циклическим нагрузкам изгиба и кручения [125]. Величина остаточных напряжений зависит от следующих технологических параметров процесса: длительности, расстояния сопла от поверхности, размера дробы и скорости ее подачи. Поверхностные сжимающие напряжения, близкие к пределу текучести, могут распространяться на глубину 1-2 мм.

Увеличение предела выносливости, а также устойчивости к коррозии после обработки поверхности объясняется двумя основными факторами: 1) благоприятное воздействием сжимающих остаточных напряжений, 2) улучшение механических характеристик поверхностного слоя за счет его упрочнения [43].

Таким образом, благоприятные технологические остаточные напряжения способствуют увеличению прочности и долговечности металла за счет разгрузки поверхностного слоя. Однако при пластической деформация поверхности металла одновременно наблюдается термодинамическая нестабильность материала. Данное свойство может

привести к процессам разупрочнения при эксплуатации. Кратковременные испытания показывают, что каждая степень деформации имеет свою предельную температуру, при которой достигается положительный эффект от упрочнения. Однако при длительной эксплуатации важным становится фактор времени, который оказывает сильное влияние на процесс разупрочнения [90].

Все же несмотря на привлекательность процесса, дробеструйная обработка имеет следующие недостатки:

- невозможность равномерной обработки сложнопрофильных деталей;
- приводит к изменению геометрических параметров тонкостенных деталей.

*Ионная имплантация.* Одним из методов повышения физико-механических свойств титановых сплавов является ионное внедрение, или ионная имплантация, при помощи которой происходит насыщение поверхности материала различными ионами газов (аргон, азот) [4, 8, 65, 79]. При ионной имплантации высокоэнергичные ионы бомбардируют поверхность детали и внедряются вглубь материала от 0,01 до 1 мкм [54]. При этом после облучения визуального эффекта модификации не наблюдается.

Так в работе [79] описан процесс ионной имплантации титанового сплава ВТ1-0. На поверхности титанового сплава в необлученном состоянии после механической обработки наблюдались микротрещины (рис.1.1, а). После облучения поверхности титана, по мнению авторов, наблюдается «залечивание» микротрещин (рис. 1.1, в, г) [79].

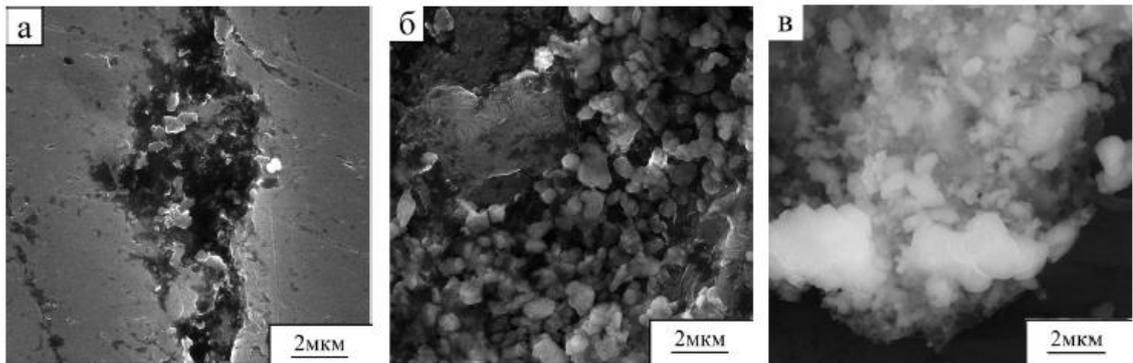


Рисунок 1.1 - Изображения поверхности образцов, полученные с помощью РЭМ: а – титан без облучения; б - титан, облученный с дозой азота  $\Phi=1000$  мкКл/см<sup>2</sup>; в – титан, облученный с дозой азота  $\Phi=1000$  мкКл/см<sup>2</sup> [79]

Анализ как отечественной, так и зарубежной литературы показывает, что после проведения ионной имплантации происходит увеличение микротвердости, износостойкости, коррозионной стойкости, усталостной прочности, а также снижение коэффициента трения [4, 37, 54, 93]. В результате формирования благоприятных сжимающих поверхностных остаточных напряжений, радиационных дефектов, возникают условия, которые препятствуют появлению и распространению трещин, что способствует увеличению сопротивления усталости [117].

Технология ионной имплантации азота перспективна не только в медицине при производстве различных ортопедических протезов, но также нашла широкое применение для упрочнения поверхности различных режущих инструментов (фрезы, сверла), и в авиационной отрасли для модифицирования поверхностного слоя таких деталей как, например, шестерни и подшипники и др. [120].

Среди основных недостатков ионной имплантации следует выделить высокую стоимость необходимого оборудования и процесса обработки, ограниченную глубину проникновения ионов (1-3 мкм). Также следует отметить, что обработка деталей с большим диаметром затруднена из-за

расфокусировки ионного пучка при больших отклонениях, а также возможность попадания различных газовых примесей, которые могут негативно повлиять на свойства титановых сплавов. Важно отметить, что при ионной имплантации обрабатываются только поверхности, непосредственно подвергающиеся воздействию ионного пучка, что создает трудности при обработке сложнопрофильных деталей.

Лазерная обработка (ЛА). Лазерные технологии получают все более широкое применение. Существуют различные способы использования лазеров для обработки материалов.

Наиболее популярным стал процесс лазерного легирования неметаллическими веществами, такими как азот, углерод, бор и другие. В процессе легирования поверхность материала нагревается выше точки плавления, после чего в расплавленную зону вводятся различные легирующие элементы [51, 52, 54].

Для повышения прочности и стойкости к износу титановых сплавов часто используется метод лазерного азотирования. В процессе этой технологии поверхность детали быстро расплавляется при помощи лазера, что позволяет улучшить ее характеристики. При этом данный процесс производится при высоких температурах (900-1600°C), в результате которого в расплавленную поверхность подводится направленный поток азота [20, 21, 51, 54]. Принципиальная схема лазерного азотирования представлена на рисунке 1.2.

После обработки титановых сплавов лазером, в результате образуется слой, содержащий нитриды титана, что приводит к увеличению микротвердости до 17000...20000 Мпа [51].

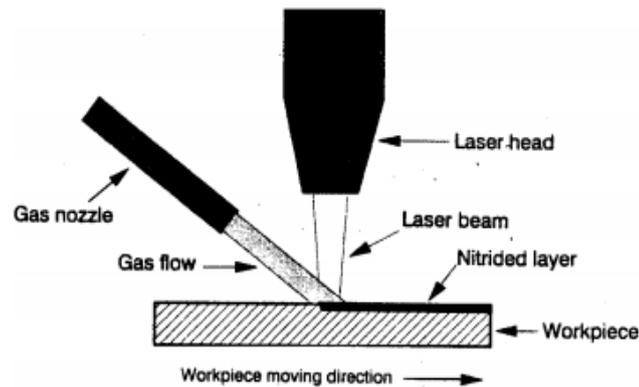


Рисунок 1.2 - Схема лазерного азотирования [20]

Увеличение микротвердости материала в области поверхности в значительной степени определяется скоростью, с которой движется лазерный луч. Толщина нитридного слоя соответствует толщине оплавленного слоя и зависит от параметров обработки [86-89]. При медленном сканировании лазерным лучом структуры титановых сплавов происходит увеличение числа дефектов материала, возможно, из-за образования хрупкого TiN на поверхности [20, 86-89]. Лазерная обработка титановых сплавов, такая как модификация поверхности азотом, оказывает существенное влияние на механические свойства материала, в частности, на распределение остаточных напряжений. После ЛА поверхности титанового сплава формируются ПОН сжатия с максимальным значением до 140 Мпа, которые на определенной глубине сменяются растягивающими. В работе [21] авторы напротив установили, что после ЛА, на поверхности возникают растягивающие остаточные напряжения величиной до +950 Мпа.

Несмотря на достаточно высокие значения твердости и удовлетворительные толщины азотированных слоев, лазерное азотирование, в силу своей сложности обработки и недостаточной изученности процесса, не получило применения в промышленности. Одним из главных недостатков лазерного азотирования, который часто упоминается в литературе, является

то, что при данной обработке поверхность подвергается оплавлению, что в может привести к образованию пор, трещин, ухудшению шероховатости поверхности и снижению усталостной прочности. Авторы работы [21] отмечают, что на поверхности титанового сплава ВТ6 после лазерного азотирования наблюдаются трещины следующих типов:

1) макротрещины, которые связаны накоплением растягивающих напряжений во время лазерной обработки;

2) микротрещины, которые, возможно, связаны с присущей для сформированного на поверхности TiN хрупкостью.

Кроме того к недостаткам стоит отнести:

- в результате обработки полностью изменяется микроструктура обрабатываемой поверхности;

- сложно спрогнозировать однородность распределения азота по глубине модифицированного слоя;

- низкий КПД и высокая стоимость оборудования и самого процесса;

- малая величина воздействия лазерного луча на обрабатываемую поверхность, что вызывает сложность обработки ответственных сложнопрофильных деталей.

Газовое азотирование (ГА). Исследования показывают, что традиционное азотирование является наиболее изученным методом химико-термической обработки титана и его сплавов. Он широко используется в различных отраслях промышленности для увеличения твердости и износостойкости поверхности материалов [72].

Основная цель процесса азотирования заключается в формировании прочного поверхностного слоя, который обеспечивает высокую износостойкость в условиях трения. Кроме того, азотирование способно увеличить устойчивость к усталости и коррозии деталей.

Процесс азотирования заключается в насыщении поверхности деталей азотом и образовании твердого износостойкого слоя, глубина которого

зависит от различных параметров процесса: температуры обработки, длительности, давления азота, состава сплава [123].

Азот проявляет высокую активность в реакции с титаном при повышенных температурах от 500°C [68, 72]. Механизм процесса взаимодействия титана и азота можно понять проанализировав диаграмму состояния Ti-N (рис.1.3).

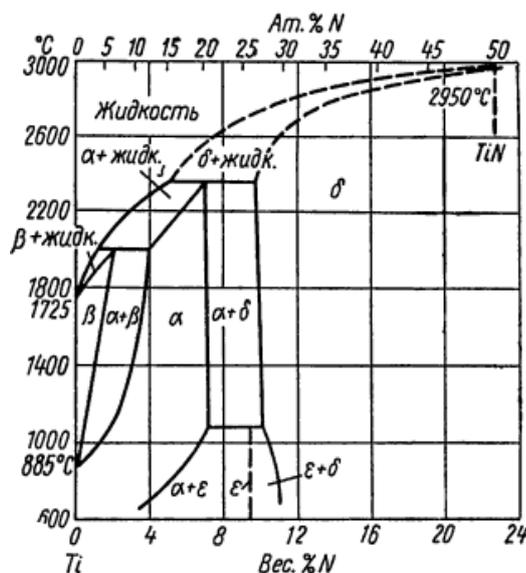


Рисунок 1.3 - Диаграмма состояния системы титан – азот [68]

ГА титановых сплавов осуществляется в условиях высоких температурах (850-1000 °C) и длительности до несколько десятков часов [49]. В результате ГА на поверхности титана и его сплавов формируется защитная нитридная пленка толщиной 5-8 микрон, содержащая соединения типа TiN с высоким уровнем твердости (примерно 1500 HV), и под ней располагается более мягкий, до 700 HV, слой, обогащенный азотом, глубиной 40-80 микрон. Такая модификация поверхности несмотря на улучшение износостойкости имеет недостатки, связанные с высокой хрупкостью нитридного слоя и его склонностью к растрескиванию, что делает актуальным поиск параметров процесса, способствующих минимизации образования нежелательной нитридной зоны [49, 80].

В первых исследованиях было установлено, что процесс азотирования титановых сплавов осуществлялся путем обработки в атмосфере аммиака. При ГА в среде аммиака, процесс насыщения сплава азотом происходит более интенсивно по сравнению с использованием чистого азота. Однако, азотирование в атмосфере аммиака приводит к дополнительной диффузии водорода, что негативно сказывается на их механических характеристиках [29, 65, 80, 85]. Авторы [80] также подчеркивают, что аммиак следует вводить в смесь с инертным газом, таким как аргон.

Из-за формирования нитридной пленки в процессе ГА, которая препятствует диффузии азота, невозможно достичь требуемой глубины упрочненного слоя при азотировании в чистом азоте. Поэтому было проведено несколько исследований [80] по азотированию титановых сплавов в газовой смеси азота и аргона. Это позволяет избежать образования нитрида титана на поверхности и облегчает диффузию азота вглубь металла.

Механические характеристики титановых сплавов после азотирования в аммиаке оказываются ниже, чем после азотирования в азоте. Тем не менее, если механическим свойствам сердцевины титановых сплавов уделяется меньшее внимание, то азотирование в аммиаке может быть использовано. [85].

Морфология азотированного слоя титановых сплавов изменяется в зависимости от химического состава сплава и условий его обработки [85].

На рисунке 1.4 представлена микроструктура азотированного слоя титанового сплава при температурах 950°C и 1050°C. При нагреве до температуры азотирования на поверхности начинает формироваться корочка нитрида титана, в результате чего поверхностный слой титана приобретает золотистый оттенок. Ниже располагается зона, состоящая твердого раствора азота в  $\alpha$ -Ti.

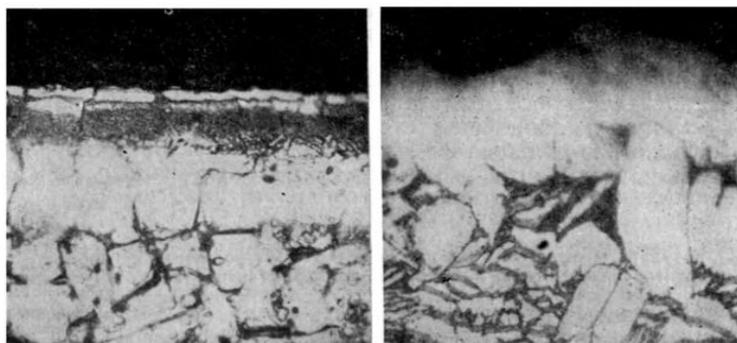


Рисунок 1.4 - Микроструктура титана, азотированного в течение 16 ч при 950°С (а), и литого сплава, азотированного в течение 4 ч при 1050°С (б) ( $\times 400$ ) [85]

Между ними иногда наблюдается темная полоса, смесь  $\alpha$ +Ti<sub>2</sub>N или Ti<sub>2</sub>N+TiN. Глубинный слой часто называют альфированной зоной, где содержится небольшое количество азота [65, 85].

Основными недостатками процесса ГА титановых сплавов являются высокая температура обработки и длительное время обработки, что приводит к ухудшению механических свойств сердцевины материала из-за структурных изменений. Кроме того, в процессе насыщения поверхности титановых сплавов азотом происходит изменение размеров и деформации деталей, что является недопустимым при обработке ответственных, тонкостенных и сложнопрофильных изделий.

Коробление связано с релаксацией внутренних напряжений, которые образуются при формировании слоя. Насыщение материала азотом сопровождается увеличением его объема и уменьшением температурного коэффициента линейного расширения, что приводит к формированию ПОН сжатия и остаточных напряжений растяжения в основном материале [36].

В настоящее время ведутся исследования по разработке новых технологий ГА. Эти инновации направлены на эффективное обогащение титановых сплавов азотом, причем процесс происходит при сравнительно небольших температурных значениях. Этот подход крайне значим, так как

позволяет сохранить высокий уровень прочностных характеристик материала.

В исследованиях [9-13] продемонстрировано, что формирование мелкозернистой структуры (методом ППД) в поверхностном слое титановых сплавов способствует увеличению насыщения поверхности титана азотом в процессе последующего азотирования.

Пластическая деформация приводит к появлению больших локальных сжимающих и сдвиговых напряжений. Также ППД способствует увеличению прочности азотированного слоя титана за счет быстрой диффузии атомов азота в поверхностном слое. Однако с развитием ионно-плазменных методов обработки газовое азотирование теряет свое преимущество.

Нанесение покрытий и комбинированная обработка. Для повышения характеристик титановых сплавов часто используется метод нанесения износостойких покрытий. В начале применения титановых сплавов применялась технология гальванического осаждения покрытия [123], из-за ее распространенности при обработке сталей. Однако, специфические сложности возникают вследствие образования на поверхности титана стойкой оксидной пленки, которая препятствует формированию надежного адгезионного слоя между подложкой и покрытием. Поверхностное качество детали оказывается решающим фактором для успешного применения покрытия. Загрязненная поверхность затрудняет взаимодействие покрытия с основным материалом и может привести к образованию дефектов в покрытии и участков с высокими локальными напряжениями, что в конечном итоге ухудшает сцепление покрытия с основным материалом и может вызвать его отслоение в процессе нанесения [125]. Для обеспечения качественного нанесения гальванических покрытий необходимо выполнить:

- предварительную обработку поверхности, включающую вакуумный отжиг для выравнивания структуры поверхности и снижения напряжений;

- предварительное травление для удаления газов, обогащающих поверхностный слой [49].

При проведении гальванического покрытия также наблюдается значительное наводороживание, что отрицательно сказывается на качестве исходного металла. В результате диффузии водорода в поверхностные слои металла в течение длительного времени его пластичность уменьшается, а наводороживание увеличивается.

В различных областях промышленности чаще применяются технологии плазменного и детонационного напыления, при которых формируются толстые многослойные покрытия при относительно низких температурах нагрева деталей (200-300 °С). При детонационном напылении наблюдается увеличение износостойкости антивибрационных полок лопаток вентилятора. Однако покрытия, полученные таким способом, снижают усталостную прочность деталей из титановых сплавов [78].

В последние годы широкое применение нашли ионно-вакуумные методы нанесения покрытий. В работе [91] представлена технология, которая позволяет создавать многослойные ионно-плазменные покрытия в условиях плазменного ассистирования в одном технологическом цикле.

Эта технология включает предварительную ионную очистку поверхности с использованием плазмы несамостоятельного сильноточного диффузионного разряда, нагрев деталей ионами металла, а также нанесение многослойных покрытий. Объединение этих процессов в одном вакуумном цикле делает технологию более удобной и эффективной благодаря своей относительной простоте реализации. По мнению авторов [91], данная технология позволяет:

- обеспечить высокую производительность и точность выполнения процессов ионно-плазменной технологии;
- уменьшить остаточные напряжения в покрытии;
- гарантировать равномерный нагрев детали;

- обеспечить однородность толщины покрытия.

Существуют основные проблемы, связанные с применением покрытий на титановых поверхностях и сплавах, в числе которых:

- низкую адгезионную прочность напыленного материала;
- подготовка поверхности титановых сплавов усложняется из-за присутствия естественной оксидной пленки, которая мешает обеспечить надежное сцепление между покрытием и основным материалом;
- снижение сопротивления усталости сплавов в результате формирования растягивающих остаточных напряжений.

Использование разнообразных способов нанесения покрытий не всегда дает возможность полностью решить задачи по улучшению качества изделий, так как при больших нагрузках на деталь с покрытием в ряде случаев наблюдается локальное отслаивание покрытия. Кроме того, после нанесения покрытия возникают растягивающие напряжения у границ раздела с подложкой, что может привести к снижению нагрузочной способности и усталостной прочности. Например, в исследовании [83] попытка нанести покрытие из нитрида титана на титановый сплав ВТ6 не привела к положительному результату. При анализе результатов зафиксировано, что при эксплуатации наблюдалось отслаивание покрытия.

Увеличить стойкость детали можно, повысив адгезию между покрытием и деталью. Одним из важных тенденций развития методов упрочнения и нанесения покрытий является разработка и применение комбинированных методов обработки. Суть комбинированной обработки заключается в одновременном применении различных физико-химических воздействий, каждое из которых способствует формированию требуемых функциональных слоев. Важно, чтобы эти воздействия не препятствовали друг другу, а, наоборот, усиливали их воздействие [55].

Используя комбинированные методы упрочнения можно улучшить адгезию с помощью наличия твердого промежуточного слоя между слоем и

подложкой. Авторы работы [26] отмечают, что адгезия покрытий, полученных вакуумно-дуговым способом, может быть как очень хорошей, так и плохой – в зависимости от материалов покрытия и подложки, и от внутренних напряжений. Адгезия особенно сильна, когда между подложкой и покрытием образуется промежуточный градиентный слой ("интерфейс") за счет перемешивания при ионной бомбардировке. Бомбардировка ионами высокой энергии обычно вызывает появление сжимающих напряжений. Эти напряжения могут достигать очень высоких значений, превышающих 5 ГПа. Однако энергия деформации, вызванная этим процессом, ограничивает толщину покрытия, так как она может превысить энергию связи на интерфейсе, что приводит к трещинам и отслаиванию покрытия [26].

Комбинированный процесс, включающий в себя ионную имплантацию или плазменное азотирование, а затем нанесение упрочняющего покрытия, представляет собой уникальное решение, которое способствует увеличению прочности детали и повышению ее устойчивости к усталости. Исследования в работе [120] показали, что для увеличения эрозионной стойкости поверхности рабочих лопаток ГТД предлагается комбинированная упрочняющая обработка. Эта технология включает в себя ионную очистку, ионную имплантацию азотом и нанесение многослойных наноструктурированных покрытий на основе титана. Благодаря процессу ионной имплантации усталостная прочность лопаток увеличивается на 10-25%, что позволяет компенсировать потери после нанесения вакуумно-плазменных покрытий и сохранить необходимые усталостные свойства лопаток ГТД.

## **1.2 Технология ионного азотирования титановых сплавов**

Развитие метода химико-термической обработки титана и его сплавов привело к использованию диффузионного насыщения поверхности азотом в плазме газовых разрядов. Использование ионного азотирования позволяет

значительно улучшить прочностные свойства деталей из титановых сплавов, работающих в условиях длительной эксплуатации. Этот метод также обеспечивает возможность контролировать состав поверхностного слоя, уменьшить время обработки и упростить процесс очистки перед насыщением [31, 34].

Для увеличения насыщающей способности газовой среды применяются различные типы разрядов, наиболее распространенным, из которых является ионно-плазменное азотирование в тлеющем разряде. ИА в тлеющем разряде обеспечивает быстрое насыщение сплавов азотом, а также позволяет создать контролируемую структуру поверхностного слоя и сохранить механические свойства материала с учетом конкретных условий эксплуатации деталей [5, 30, 38-42, 63, 72-76, 81, 92, 104-113]. Азотирование в тлеющем разряде проводится при давлении в рабочей камере 100-500 Па, при котором обеспечивается стабильное зажигание и горение тлеющего разряда при плотностях тока до нескольких сотен мкА/см<sup>2</sup>. Время обработки может варьироваться от нескольких единиц до десятков часов.

Технология ионного азотирования в тлеющем разряде продолжает развиваться высокими темпами, что отражается на ее широком применении в различных промышленно-развитых странах [1, 3, 29, 30, 72].

При необходимости создания регулируемой структуры в модифицированном слое, деталь должна быть подвергнута процессу азотирования с окончательными размерами, чтобы избежать удаления остаточных напряжений и нитридной зоны при последующей обработке шлифовкой [29].

Для азотирования материалов обычно используют смесь азота с другими инертными газами (аргон, гелий, неон или водород), которые способствуют усилению ионизационных процессов в плазме.

Анализ литературных материалов показывает, что локальное азотирование является перспективным методом для улучшения прочностных

характеристик титана и его сплавов. Данный процесс предусматривает химико-термическую обработку поверхности под действием плазмы, обогащенной азотом или смесью азота и аргона. Генерация плазмы достигается через дуговой разряд, используя накаливаемые или специальные полые катоды в вакуумных условиях [27, 28, 38, 62, 94, 127].

Дуговые разряды различных типов эффективно применяются при создании генераторов плазмы. В работе [94] представлен метод локального азотирования поверхности с использованием дугового разряда с накаливаемым полым катодом. При азотировании титанового сплава при давлении газа в рабочей камере до 600 Па и токе разряда до 30 А за примерно 5 минут авторам удалось сформировать на поверхности слой нитрида титана толщиной 5-7 мкм с твердостью до 7 ГПа. Толщина диффузионной зоны составила 70-90 мкм. Высокая эффективность азотирования связана во-первых с высокой температурой азотирования ( $\sim 900^\circ\text{C}$ ), а во-вторых значительной концентрацией активных компонентов плазмы вблизи поверхности изделия.

Технология ионного насыщения азотом позволяет эффективно снижать не только температурные, но и временные параметры процесса обработки. Например, в работах [82, 83] предложена методика ионно-вакуумного азотирования титановых сплавов в дуговом разряде в интервале температур 500...600 °C. Результаты данных исследований демонстрируют, что при выполнении процесса при температуре 550 °C на протяжении часа можно достигнуть формирования диффузионного слоя глубиной до 32 мкм и увеличить микротвердость обработанной поверхности в 1,5-2 раза. [82, 83]

Преимуществом данного способа азотирования является то, что высокая энергия ионов, попадающих на обрабатываемую поверхность, способствует образованию значительного количества дефектов в поверхностных слоях, что, в свою очередь, значительно ускоряет процесс диффузии азота. Кроме того, проведение данного процесса в более чистых

вакуумных условиях при сниженном давлении рабочего газа на 1-2 порядка обеспечивает дополнительные преимущества.

Из литературных источников следует, что процесс азотирования в дуговом разряде находится на этапе научных исследований и еще не нашел широкого практического применения.

В настоящее время, в условиях развития технологии модифицирования поверхности, титан и его сплавы подвергают не только высокотемпературному (850-950 °C), но и низкотемпературному (450-600 °C) ионному азотированию. Проведение ионного азотирования при низких температурах позволяет сохранить структурно-фазовое состояние и свойства материала на протяжении всего объема [44-47, 48, 96-101].

При высокотемпературном азотировании титана и его сплавов, кристаллическая структура материала изменяется, увеличиваются размеры кристаллитов, изменяются микроструктурные характеристики, что влияет на ухудшение физико-механических свойств основного материала. В связи с этим главной целью процесса ионного азотирования титановых сплавов при низких температурах является формирование тонкого модифицированного слоя, который сохраняет высокие механические характеристики, достигнутые после предварительной термической обработки или других методов обработки [48, 53, 96]. Кроме того из литературных источников можно сделать вывод, что активная диффузия азота в поверхность материала происходит в первые минуты процесса, что приводит к формированию тонких модифицированных слоев.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа [101], после ионного азотирования ( $\alpha+\beta$ )-сплавов как при высоких, так и при низких температурах на рентгенограммах фиксируются интерференционные линии, соответствующие кристаллографическим плоскостям следующих фаз: моонитрида  $\delta$ -TiN,  $\epsilon$ -фазы различных модификаций и твердых растворов азота в  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазах. Аналогично, после ионного азотирования  $\alpha$ -сплавов, при

увеличении температуры обработки с 500 до 1000 °С наблюдается увеличение интенсивности линий от  $\delta$ - и  $\epsilon$ -фаз..

Послойный рентгеноструктурный анализ азотированных  $\alpha$ - и ( $\alpha+\beta$ )-титановых сплавов показал, что на поверхности сплавов титана формируется тонкий слой нитрида, состоящий из различных фаз ( $\delta$ - и  $\epsilon$ -фазы). Под этим слоем располагается твердый раствор азота в  $\alpha$ -титане (для однофазных сплавов) или в  $\alpha$ - и  $\beta$ - титане (для двухфазных сплавов), содержащий включения  $\epsilon$ -нитридов, количество которых уменьшается с удалением от поверхности. Авторы также отметили, что  $\epsilon$ -фаза присутствует в зоне твердых растворов азота в виде включений, соответствующих стехиометрическому составу  $Ti_2N$  и  $Ti_3N$  [101].

В различных работах [48], [56, 57] и [82, 83] авторы исследований отмечают, что после низкотемпературного азотирования (до 600 °С) и малых длительностях фазовый состав поверхности образцов состоит из: 1) твердого раствора азота в  $\alpha$ -фазе; 2) нитридной фазы  $Ti_2N$ . Доля нитрида  $TiN$  незначительна.

В исследовании Панайоти Т.А. установлено, что при температуре ионного азотирования 600 °С формируются диффузионные слои толщиной до 0,1 мм. При это значение поверхностной твердости достигает до 1500 HV, а износостойкость поверхности титановых сплавов увеличивается примерно в два раза. [96].

### **1.3 Анализ влияния параметров ионного азотирования на формирование модифицированной поверхности**

Технологические параметры процесса ионного азотирования, включая напряжение между электродами, состав используемого газа, давление внутри камеры, температуру обрабатываемой поверхности и длительность обработки, существенно влияют на структурные изменения, а также на улучшение механических характеристик обработанных деталей [64, 75].

Исследование влияния состава газовой смеси в рабочей камере, давления насыщающего газа, температуры и времени обработки на результат модифицирования поверхности титановых сплавов, подробно представлены в работе [30].

В процессе ионного азотирования ключевыми технологическими параметрами являются температура и длительность обработки, которые играют решающую роль в формировании качества модифицированного поверхностного слоя. Проведение процесса при температурах, способствующих полиморфному превращению, нежелательно, поскольку это приводит к ухудшению структуры сплавов и, как следствие, снижению их прочностных свойств [100].

В процессе низкотемпературного ионного азотирования ( $\alpha+\beta$ )-сплавов титана формируются различные фазы на их поверхности в порядке, аналогичном тому, что наблюдается при азотировании при более высокой температуре (800 °C), однако этот процесс происходит при температуре ниже, чем температура полиморфного превращения титана. Азотированный слой состоит из нитридной зоны (толщиной менее 1 мкм) и диффузионной зоны, в которой в основном присутствуют высокоазотистые  $\alpha$ - и  $\beta$ -твердые растворы. Эффект низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов обусловлен образованием твердых растворов азота в  $\alpha$ - и  $\beta$ -титане. Помимо образования твердых растворов азота, также наблюдается гетерогенизация структуры, в результате появления высокодисперсных включений избыточной  $\epsilon$ -фазы двух модификаций [99, 100].

Динамика процесса ионного азотирования титановых сплавов при температуре 600 °C показывает (рисунок 1.5), что с увеличением температуры насыщения толщина диффузионного слоя увеличивается, что объясняется повышением подвижности атомов азота в металле [100].

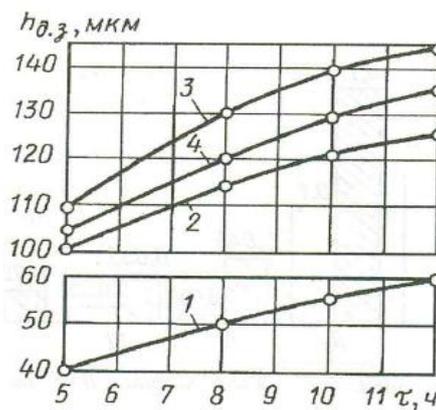


Рисунок 1.5 - Зависимость толщины диффузионной зоны от продолжительности ионного азотирования сплавов титана VT6 (1), VT3-1 (2), VT8 (3), VT9 (4) при 600 °С [100]

Полученные зависимости между толщиной насыщенного слоя и параметрами температуры и времени процесса азотирования позволяют определить оптимальные условия обработки для достижения требуемой глубины модифицированного слоя.

В работе [101] авторами исследован процесс ионного азотирования в интервале температур от 500 до 1000 °С. Было установлено, при увеличении температуры ионного азотирования зерна нитридной фазы становятся крупнее и приобретают пористую структуру. Рост некоторых зерен подавляется соседними с более благоприятной ориентацией. Обычно зерна растут вглубь металла перпендикулярно к поверхности, образуя столбчатую структуру. На рис 1.6 представлена микроструктура поверхности титанового сплава VT8 после ионного азотирования при различных температурах.

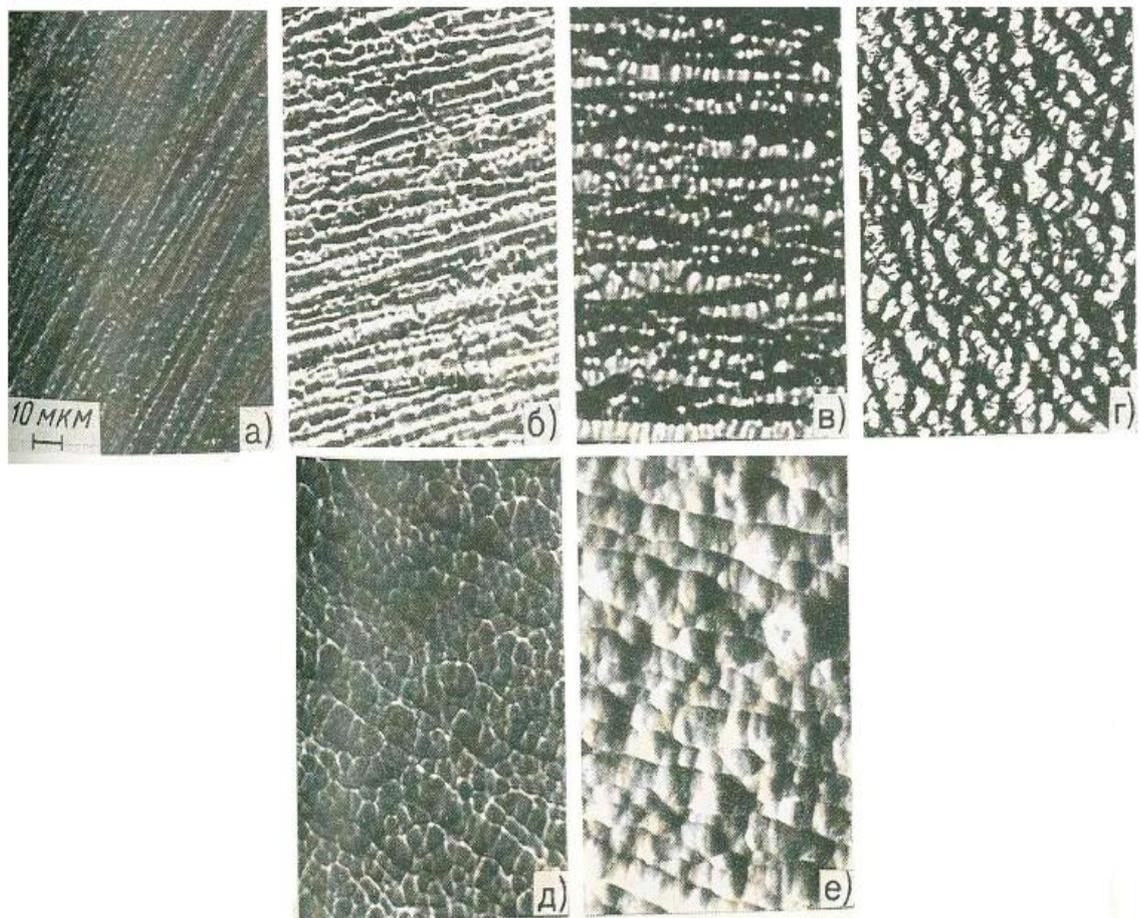


Рисунок 1.6 - Микроструктура поверхности титанового сплава ВТ8 после азотирования в течение 3 ч при давлении 0,8 гПа при температурах, °С ( $\times 500$ ): а – 500; б – 600; в – 700; г – 800; д – 900; е – 1000 [101]

Представителями Томского института сильноточной электроники СО РАН проведено исследование низкотемпературного азотирования ( $\leq 550$  °С) титана марки ВТ1-0, для изучения процесса формирования модифицированного слоя в зависимости от температуры образца во время процесса. Процесс азотирования проводился при различных температурах образцов 450, 550 и 750 °С в течение 4,5 ч [32, 33].

Зависимость между поверхностной микротвердостью обрабатываемой поверхности образца и параметрами тлеющего разряда, а также температурой, представлена в таблице 1.1.

Таблица 1.1. Зависимость микротвердости от параметров азотирования [32]

Материал	P, Pa	T, °C	U <sub>p</sub> , kV	J <sub>i</sub> , mA/cm <sup>2</sup>	HV, GPa	HV/HV <sub>0</sub>
BT1-0	3,9	750	1,4	4,0	14	4,7
	2,8	550	1,4	3,9	8,2	2,7
	2,1	450	1,0	1,9	6,4	2,1

В ходе анализа результатов, представленных таблице, было установлено, что увеличение плотности ионного тока, энергии ионов (напряжения разряда) и, особенно, температуры образца способствует росту значения поверхностной микротвердости. Увеличение температуры на 300 °C, что приводит к более чем 2-кратному увеличению микротвердости поверхности образца. При этом после азотирования формируется протяженный слой толщиной 50-60 мкм, твердость которого значительно превышает твердость исходного материала. Графики профилей микротвердости азотированного титана марки BT1-0 при различных значениях температуры представлены на рис. 1.7.

Исследование показало, что толщина нитридного слоя уменьшается от 1.5 до 0.1 мкм при снижении температуры азотирования от 750 до 450 °C. После обработки на поверхности образца образуется сложная многослойная структура с высокой микротвердостью (до 14 ГПа), состоящая из: 1) слоя нитрида титана, 2) диффузионного яля, 3) слоя термического воздействия, плавно переходящего в основной материал (рис. 1.8) [32].

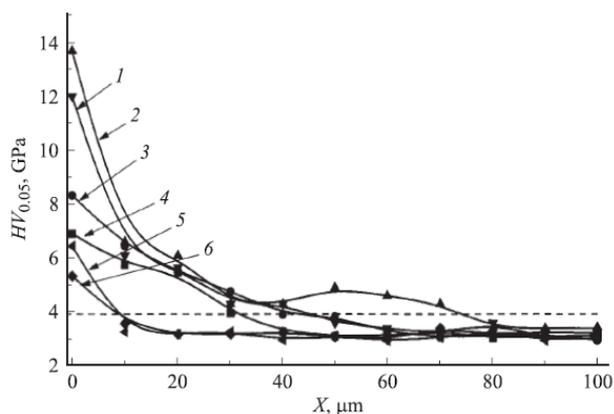


Рисунок 1.7 - Профили микротвердости титана марки ВТ1-0, подвергнутого азотированию в плазме тлеющего разряда с полым катодом при изких давлениях и температурах, °С: 1,2 – 750; 3,4 – 550; 5,6 – 450. Кривые 1,3,5 – тыльная; 2,4,6 – лицевая стороны образца. Пунктирной линией обозначена величина микротвердости образца до азотирования [32]

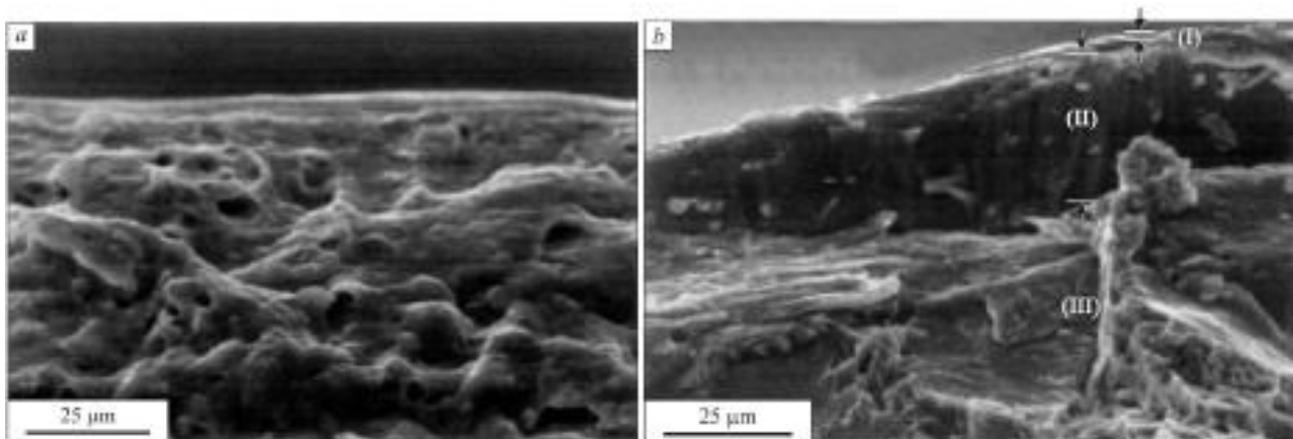


Рисунок 1.8 - Структура поверхности разрушения титана марки ВТ1-0, до (а) и после (б) азотирования при температуре 550°С в течение 4,5 ч в плазме тлеющего разряда. I – нитридный слой, II – слой диффузионного насыщения азотом, III – слой термического влияния [33]

Также важным технологическим показателем является давление рабочего газа в вакуумной камере, которое можно легко контролировать в процессе промышленного ионного азотирования и игнорирование такого важного управляющего фактора является получение неудовлетворительной

глубины азотированных слоев на поверхности сплавов [97]. Увеличение давления в азотосодержащей среде приводит к росту числа ионов атомарного азота. Атомы азота участвуют в сорбционных процессах и последующем диффузионном насыщении, в результате чего кинетическая энергия этих ионов из-за уменьшения длины их свободного пробега, вызванного частыми столкновениями при повышении давления в рабочей камере. В результате часть ионов азота объединяется в молекулы и не участвует в процессе насыщения. Кроме того, увеличение давления рабочего газа уменьшает эффект катодного распыления, что приводит к увеличению толщины внешней нитридной зоны и усилению ее барьерного действия на диффузию азота в металл. В конечном итоге, все эти факторы создают значительную зависимость толщины диффузионной зоны от давления газовой среды [97].

На кинетику процесса диффузионного насыщения, а также на физико-механические характеристики и фазовый состав азотированного слоя в тлеющем разряде оказывают влияние тип и состав газовой среды [31, 63]. Так, к примеру, авторы работы [31] отмечают, что наибольшая толщина азотированного слоя достигается при минимальном содержании азота в рабочей смеси и при последующем его увеличении толщина слоя уменьшается. Это явление можно объяснить тем, что при повышении содержания азота в газовой среде на поверхности формируется нитритная пленка, которая препятствует проникновению азота вглубь материала.

Также в настоящее время, с целью получения комплекса повышенных эксплуатационных характеристик деталей, активно изучается возможность применения титановых сплавов с измельченной структурой в качестве конструкционных материалов

Применение субмикроструктурных (СМК) и нанокристаллических материалов ведет значительному прогрессу в науке и технике, благодаря уникальным свойствам. Эти материалы могут быть применены для создания высоконагруженных деталей силовых установок воздушных судов и для

передачи энергии. Из практической точки зрения, наиболее эффективным способом достижения высоких эксплуатационных свойств является комбинирование деформационного измельчения микроструктуры с методами модификации поверхностных слоев [24, 102, 114, 116, 124].

Однако следует отметить, что материалы с структурами НК и СМК имеют определенные недостатки, которые ограничивают их применение на практике: низкую термостабильность, низкую ударную вязкость, недостаточную циклическую трещиностойкость и повышенную чувствительность к концентраторам напряжений [115, 116].

Авторы работ [19, 44-47, 118] провели исследование низкотемпературного ионного азотирования (420 °С) в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления. Было исследовано влияние состава плазмообразующей смеси на процесс формирования модифицированных слоёв. В качестве объектов исследования были выбраны технически чистый титан ВТ1-0 и титановый сплав ВТ6 в крупнозернистом (КЗ) и субмикроструктурном (СМК) состояниях.

Процесс низкотемпературного азотирования проводился на вакуумной ионно-плазменной установке ННВ-6.6-И1 в режиме электронно-ионного разряда. Азотирование титановых сплавов осуществлялось в газовой смеси азот-аргон с изменением содержания азота от 25% до 60% при температуре 420 °С в течение 40 минут [44-47, 118, 119].

В ходе проведённых исследований авторами установлено, что поверхностная микротвёрдость указанных материалов увеличивается независимо от предварительно сформированной структуры [45].

Поверхностная микротвёрдость образцов из сплава после низкотемпературного ионного азотирования значительно возрастает в отличие с технически чистым титаном как в обычном, так и в состоянии СМК. Дополнительное увеличение микротвёрдости поверхности образцов также наблюдается и при увеличении концентрации азота в рабочей смеси

газов в процессе азотирования. Для титанового сплава ВТ16 как в КЗ состоянии, так и в СМК состоянии увеличение поверхностной микротвёрдости является незначительным, что связано с легированием  $\alpha$ - и  $\beta$ - стабилизаторами.  $\alpha$ -стабилизаторы (например, алюминий) ускоряют диффузию азота вглубь материала,  $\beta$ -стабилизаторы (например, молибден) напротив - замедляют [45, 64]. В работе [124] также отражено, что наличие алюминия в сплаве ВТ6 способствует более быстрой диффузии азота. Присутствие молибдена в сплаве ВТ16, помимо ванадия, замедляет процесс диффузии азота и ведет к образованию менее обширных модифицированных слоев. [45].

В статье [77] представлены результаты исследования, посвященного ИПА титановых сплавов в плазме несамостоятельных и самостоятельных тлеющих разрядов с полым катодом при температуре 730 °С. Процесс азотирования проводили в чистом азоте, а также в смеси азота с гелием. Продолжительность обработки составляла 3 часа.

После процесса азотирования в плазме несамостоятельного разряда образцы лицевой стороны приобрели характерный желтый цвет, присущий нитриду титана. С обратной стороны наблюдался желтый цвет с бордовым оттенком, которые характерен для нитрида титана с повышенным содержанием азота. Измерения поверхностной микротвердости (см. таблицу 1.2) показали, что твёрдость увеличилась на всех образцах с обеих сторон. Особенно высокая поверхностная микротвердость была зафиксирована на обратной стороне образцов, обработанных в плазме чистого азота при низких нагрузках на индентор (0,5 Н), по сравнению с микротвердостью лицевой стороны всех образцов [77].

Таблица 1.2. Зависимость твердости на поверхности образцов титановых сплавов после азотирования в плазме несамостоятельного тлеющего разряда от рода газа и нагрузки на индентор (обозначение: ЛС – лицевая сторона, ОС – обратная сторона) [77]

Нагрузка, Н	Газ	BT6		BT1-0	
		ЛС HV, ГПа	ОС, HV, ГПа	ЛС HV, ГПа	ОС, HV, ГПа
0,5	N <sub>2</sub>	24,9	34,3	16,8	21,5
	N <sub>2</sub> +He	25	17,4	13,6	115,4
1	N <sub>2</sub>	18	18,2	12,5	16,1
	N <sub>2</sub> +He	13,4	11,8	8,3	7,4

Авторы [77] объясняют полученный результат тем, что отсутствие травления на обратной стороне образца приводит к образованию нитридного слоя, который замедляет диффузию ионов азота вглубь материала. Увеличение микротвердости как на лицевой, так и на обратной стороне свидетельствует о значительной роли атомарного азота в процессе ионного азотирования, который не может находиться в ионизированном состоянии на обратной стороне. Введение гелия (He) в рабочую смесь при азотировании способствует увеличению толщины нитридного слоя на поверхности образцов, что, в свою очередь, приводит к повышению микротвердости. Этот эффект объясняется ростом концентрации атомарного азота вблизи поверхности благодаря процессам диссоциативной перезарядки ионов в катодном слое разряда.

Высокий интерес вызывает исследование [61], где авторы, применив интенсифицированный тлеющий разряд, провели ионное азотирование на детали с относительно сложной конфигурацией при температуре до 600 °С.

Для увеличения интенсивности тлеющего разряда помимо катода и анода добавляется источник электронов с низким отрицательным потенциалом. Присутствие дополнительного потока электронов значительно увеличивает плотность плазмы и ток тлеющего разряда, не повышая давление. Это приводит к увеличению средней энергии ионов, при этом снижая тепловую мощность плазмы [61].

В качестве материала-подложки использовали прутки диаметром 30 мм двухфазного ( $\alpha + \beta$ ) титанового сплава (Ti -6Al - 4V). Из этих прутков были изготовлены образцы в форме дисков и поршней ( см. рис. 1.9).

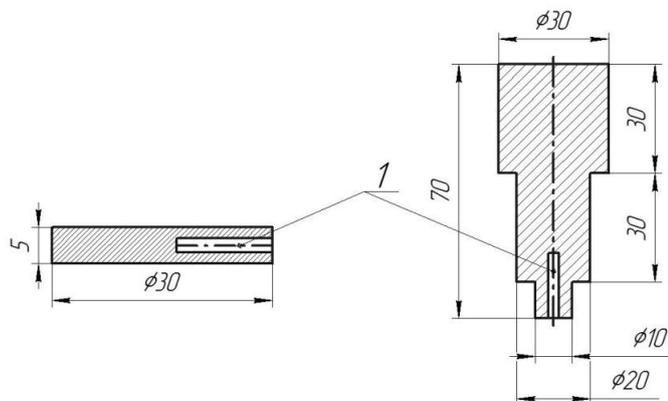


Рисунок 1.9 - Схема образцов для изучения диффузионного слоя 1 — отверстие под термопару [61]

В процессе азотирования азотирования в тлеющего разряда температура образцов достигала 600 - 700 °С. Ионное азотирование проводили в рабочей смеси газов аргона с азотом.

После ионного азотирования в чистом азоте из анализа металлографических данных видно, что на поверхности формируется слой толщиной около 10 мкм (нитридная зона). Под ним находится двухфазная зона, состоящая из обогащенных азотом фаз  $\alpha$ -Ti и  $\beta$ -Ti. В основе материала присутствует глобулярная  $\alpha$ -фаза ( $\alpha$ -Ti) и пластинчатая  $\beta$ -фаза ( $\beta$ -Ti), которые образуют игольчатую  $\alpha'$ -фазу титана.

На металлографических поперечных шлифах наблюдается диффузионный слой толщиной примерно 100 мкм. После обработки образцов в рабочей смеси азот+аргон, с содержанием 7% азота, в поверхностном слое формируется исключительно диффузионный слой [61].

На рисунке 1.10 представлены результаты измерения поверхностной микротвердости, полученные на поперечном шлифе образца в форме диска после азотирования.

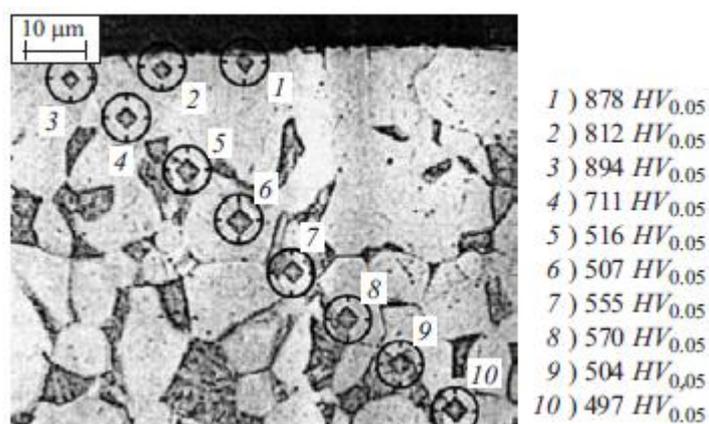


Рисунок 1.10 - Распределение твердости по сечению дисков из сплава Ti – 6%Al – 4%V, азотированных при 600°C, 8ч [61]

Микротвердость поверхности составила 878  $HV_{0.05}$ . При увеличении расстояния от поверхности вглубь материала значение микротвердости уменьшается и практически не зависит от структурных составляющих.

На рисунке 1.11 приведены значения микротвердости в семи точках на поверхности азотированного образца поршня.

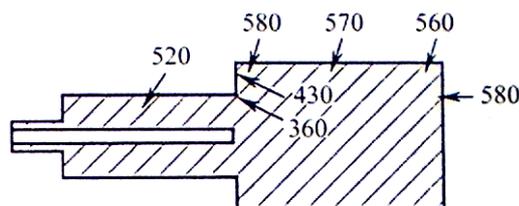


Рисунок 1.11 - Микротвердость  $HV_{0.05}$  на расстоянии ~ 3 мкм от поверхности в поршнях из сплава Ti–6%Al–4%V, азотированных при 630°C, 6ч [61]

После обработки при  $630^{\circ}\text{C}$  в течение 6 ч достигнуто максимальное значение микротвердости ( $\sim 580 \text{ HV}_{0,05}$ ).

Таким образом, правильный подбор технологических параметров процесса ионного азотирования, даже при относительно низких температурах обработки можно добиться требуемых свойств модифицированного слоя, а также улучшить эксплуатационные свойства поверхности материала за более короткое время процесса в отличие с традиционным ГА, что делает данный процесс более привлекательным.

#### **1.4 Влияния ионного азотирования на остаточные напряжения и усталостную прочность**

Выбор методов улучшения механических свойств и устойчивости к усталости в большинстве случаев зависит от температуры нагрева и окружающей среды, в которой работает деталь. Изменение характеристик прочности при усталости может быть вызвано различными поверхностными процессами (поверхностными остаточными напряжениями, хрупкостью поверхностных слоев, дефектами), а также изменением свойств основного материала под действием различных методов поверхностной обработки.

Основные факторы, которые влияют на работоспособность и долговечность деталей и изделий при длительной эксплуатации, связаны, в первую очередь, с характеристиками их поверхностных слоев. Чаще всего именно поверхностный слой становится местом начала разрушения детали (например, образование усталостной трещины, износ, эрозия, коррозия) [125].

Помимо геометрических параметров и физико-механических свойств, на эксплуатационные характеристики деталей машин существенное влияние оказывает величина и направления технологических остаточных напряжений, возникающих в процессе изготовления детали.

Растягивающие остаточные напряжения в поверхностных слоях представляют собой угрозу для деталей, подвергающихся циклическим нагрузкам, так как они способствуют возникновению усталостных разрушений (усталостная трещина, как правило, начинается на поверхности детали).

Следует отметить, что правильное распределение остаточных напряжений в изделиях может повысить их устойчивость к усталости. Поскольку поверхность деталей обычно является наиболее уязвимой частью, любая обработка, способствующая формированию и увеличению поверхностных сжимающих напряжений, будет положительно влиять на характеристики деталей во время их эксплуатации [43].

Таким образом, при разработке технологий производства деталей важно сосредоточиться не на устранении остаточных напряжений, а на их оптимальном управлении, то есть на поиске таких распределений напряжений, которые смогут улучшить эксплуатационные характеристики изделий. Для улучшения эксплуатационных свойств деталей в поверхностном слое специально создают остаточные напряжения сжатия, которые снижают растягивающие рабочие напряжения. Для этой цели используются различные методы поверхностной обработки деталей, такие как ШПД, ХТО и комбинированные подходы.

В современном машиностроении широко применяется химико-термическая обработка для увеличения долговечности и надежности машин. Этот процесс помогает повысить сопротивление коррозии и усталостному разрушению деталей. Например, ионное азотирование позволяет изменить микротвердость, сформировать остаточные сжимающие напряжения и улучшить предел выносливости различных материалов [126].

Существует большое количество исследований, посвященных анализу изменений усталостных характеристик, прочности и механических свойств титановых сплавов после обработки (модификации, упрочнения) их

поверхности. Однако мнения исследователей относительно влияния различных методов поверхностного модифицирования на поверхностные остаточные напряжения и предел выносливости титановых сплавов расходятся.

Для особо ответственных деталей проведение операции ионного азотирования при температурах 800-900 °С, исключено, поскольку при этом происходит огрубление структуры сплавов, приводящее к снижению прочностных свойств. Образующиеся на поверхности сплавов нитридные и газонасыщенные слои приводят к уменьшению срока службы при циклических испытаниях на 30-40%, а при испытаниях на повторно-статическую выносливость - более чем в 10 раз [30, 103].

В работе [100], по результатам исследования установлено, что азотированный слой толщиной 0,1 мм и более можно получить на ( $\alpha+\beta$ )-сплавах титана при низких температурах (500-650 °С), в пределах температур старения этих сплавов и при относительно небольших выдержках.

Авторами работы [100] приведены данные о сравнении механических свойств титановых сплавов ВТЗ-1 и ВТ8 в состоянии термического упрочнения (закалка + старение) и после процесса низкотемпературного ионного азотирования (таблица 1.4).

Таблица 1.4. Механические свойства сплава ВТ8 в зависимости от температуры ионного азотирования [96]

Температура азотирования, °С	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
Закалка+старение (600 °С)	1355	1060	12	25
500	1355	1050	9	16
550	1360	1060	10	17
600	1355	1050	10	17

700	1060	930	5	8
900	1085	850	4	7

При определении оптимальной температуры ионного азотирования предварительно упрочненных  $(\alpha+\beta)$ -титановых сплавов необходимо учитывать требуемый уровень механических свойств деталей. Авторы указывают, что прочностные характеристики титановых сплавов ВТЗ-1 и ВТ8 после низкотемпературного ионного азотирования (до 600 °С) остаются на уровне, сопоставимом с исходным состоянием (до азотирования). Последующее повышение температуры азотирования приводит к снижению механических свойств сплавов. После ионного азотирования при высокой температуре (900 °С) показатели прочности и пластичности сплавов значительно ниже, чем после насыщения азотом в диапазоне температур 500-650 °С. Таким образом, для сохранения механических свойств рекомендуется проводить ионное азотирование при относительно низких температурах [100].

Поверхностные остаточные напряжения возникают после процесса азотирования за счет образования фаз с увеличенным объемом. Напряжения, находящиеся непосредственно под азотированным слоем, становятся растягивающими [35, 36]. Однако в исследовании [82] авторы указывают, что повышение температуры в процессе азотирования до 550 °С и выше приводит к образованию растягивающих напряжений на поверхности титановых сплавов.

В работах [57, 82, 83] авторами представлено исследование вакуумного ионно-плазменного азотирования (ВИПА) образцов при температуре 550 °С. длительность процесса составляло 60 минут. На часть образцов после азотирования наносили покрытие TiN конденсационным способом. Результаты измерения поверхностных остаточных напряжений и усталостной прочности показали, что механическая полировка приводит к образованию в

поверхностном слое небольших по величине сжимающих остаточных макронапряжений, которые препятствуют зарождению усталостной трещины. Дальнейшее проведение ВИПА при температуре 550 °С в течение 60 минут устраняет сжимающие макронапряжения и приводит к возникновению растягивающих, величина которых возрастает с увеличением температуры обработки. Авторы [57] именно с этим связывают снижение предела выносливости у образцов после ВИПА и нанесения покрытия TiN. Кроме того, к снижению предела выносливости и прочностных характеристик, по мнению авторов, также может приводить ухудшение чистоты поверхности. С учетом полученных результатов, авторы пришли к выводу, что проведение ВИПА при более высоких температурах нецелесообразности.

В исследованиях [14] было проведено поверхностное упрочнение различных бинарных сплавов на основе никеля с использованием метода ионного азотирования. В состав сплавов входили элементы, способствующие образованию нитридов, такие как титан, цирконий, гафний, ванадий, ниобий, тантал, хром, молибден, марганец, железо, алюминий и кремний. Процесс азотирования проводился при температуре от 400 до 800 °С и продолжительностью от 1 до 9 часов.

Результаты исследования показали, что все исследуемые никелевые бинарные сплавы, содержащие Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, Mn, Fe, Al, Si показали повышение микротвердости после ионного азотирования.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии установлено, что упрочнение сплавов на основе Ni вызвано микронапряжениями, которые возникли в результате выделения метастабильных частиц и зон Гинье-Престона в азотированном слое.

В статье [16] никелевый сплав Inconel 600 (Состав: 72,3%Ni–18.6%Cr–8.15%Fe–0.15%Mn–0.53%Si–0.26%C) подвергался ионно-плазменному азотированию при температурах в диапазоне 450-600 °С в течение 1-24 часов.

Азотирование при 600 °С в течение 24 часов привело к созданию слоя азотирования толщиной около 14 мкм, поверхностная твердость увеличилась до 900 HV.

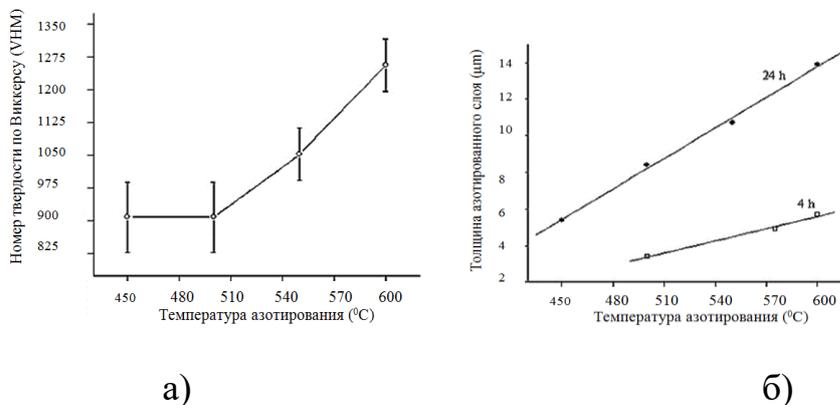


Рисунок 1.12 - (а) Средняя поверхностная твердость сплава Inconel 600; (б) кинетика роста азотированного слоя при различной температуре азотирования

При воздействии циклических нагрузок повреждения преимущественно накапливаются в поверхностных слоях материала. Трещины усталости обычно возникают на поверхности под воздействием растягивающих напряжений. Увеличение усталостной прочности металла при азотировании связано с образованием ПОН сжатия, которые частично компенсируют растягивающие напряжения, возникающие от внешних нагрузок. Максимальные сжимающие напряжения (до 400 МПа) фиксируются в поверхностной нитридной зоне на глубине, не превышающей 20 мкм.

В зоне внутреннего азотирования наблюдаются остаточные напряжения сжатия на уровне 100-200 МПа. Несмотря на относительно низкие значения ПОН, именно эта зона оказывает значительное влияние на повышение предела выносливости благодаря своей большей глубине проникновения.

Проведение азотирования существенно повышает усталостную прочность жаропрочных сплавов на основе никеля как показано в работе [7], где исследовали сплав Alloy 718, содержащий 0,02 % C; 18,7 % Cr; 3,1 % Mo; 0,09 % Co; 0,7 % Al; 0,9 % Ti; 18,7 % Fe; 0,004 % B; 5,1 % Nb и Ta (в сумме). При температуре 500 °C и максимальной нагрузке 800 МПа, данный сплав после процесса старения обеспечил долговечность около  $8,0 \times 10^4$  циклов до разрушения, а после азотирования до уровня  $1,6 \times 10^5$ .

В работе [2] сплав Inconel 625 (химический состав в%: 20Cr, 10Mo, 5Fe, 1Cu, 0.01C, Ni-основа) подвергали азотированию в тлеющем разряде при температуре 560 °C в газообразной смеси азота и водорода (N<sub>2</sub>: H<sub>2</sub> = 4:1). Было установлено, что азотирование повышает усталостную прочность никелевого сплава. После азотирования усталостная прочность сплава Inconel 625, определенная после того же числа циклов  $N=1-4 \times 10^5$ , увеличилась с 680 МПа до 745 МПа.

Вероятно, повышение усталостной прочности связано с образованием сжимающих остаточных напряжений после процесса азотирования. В исследовании [18] подтверждается, что в сталях и сплавах после азотирования возникают сжимающие остаточные напряжения как в нитридном, так и в диффузионном слоях.

Авторы работы [15] проводили исследования влияния содержания азота в рабочем газе (5 и 76%N<sub>2</sub>) и температуры выдержки (от 350 до 500°C) на сформированные в нитридном слое и диффузионной зоне остаточных напряжений. Измерения остаточных напряжений производили в нитридном слое и диффузионной зоне в отдельности.

Анализ графиков показал, что повышение температуры азотирования с 350 до 500°C приводит к росту величины сжимающих ПОН в диффузионной зоне с -600 до -1300 МПа. В то же время, в нитридном слое при температуре 350°C сжимающие остаточные напряжения равны -1000 МПа, однако при

увеличении температуры азотирования до 450°C они изменяются на растягивающие, достигая +700 МПа.

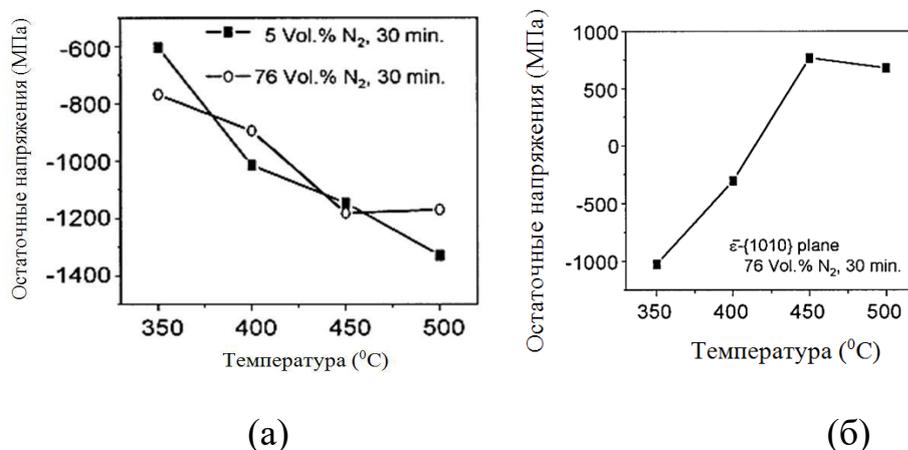


Рисунок 1.13 - Зависимость остаточных напряжений в диффузионной зоне (а) и нитридном слое (б) от температуры азотирования

В ходе анализа данных было обнаружено, что после низкотемпературного азотирования (350°C) формируется упрочненный слой с сжимающими остаточными напряжениями: -1000 МПа в слое нитрида толщиной и -600 МПа в диффузионной зоне. При повышении температуры азотирования до 500°C происходит усиление процесса и образование сплошного нитридного слоя, объем которого больше чем у твердого раствора, толщиной 2,1-2,3 мкм, который характеризуется растягивающими остаточными напряжениями до +700 МПа. Диффузионная зона при этом подвергается сжимающему напряжению до -1000 МПа.

### 1.5 Заключение по литературному обзору. Постановка цели и задач исследования

1. Играющий важную роль в сопротивлении усталости, тонкий поверхностный слой деталей машин обладает уникальными механическими, физическими и химическими свойствами, а также напряженным состоянием,

отличающимся от основной части материала. Качество поверхностного слоя определяется его шероховатостью, физическим состоянием и поверхностными остаточными напряжениями металла. Поэтому улучшение свойств поверхности деталей и повышение качества поверхностного слоя значительно повышает надежность этих деталей.

2. Поверхностные остаточные напряжения существенно влияют на сопротивление усталости деталей, работающих под воздействием переменных нагрузок.

3. Различные методы упрочнения находят все более широкое применение для модификации поверхности титановых сплавов, вследствие того, что потребность применения данных материалов растет в самых различных сферах промышленности. Однако не все методы модификации поверхности титановых сплавов подходят для обработки сложных деталей из-за своих особенностей и недостатков, описанных в литературном обзоре.

Наиболее привлекательным видится процесс низкотемпературного ионного азотирования, который находит широкое применение в промышленно-развитых странах. Среди проанализированных публикаций имеется достаточное количество работ по исследованию изменения усталостных характеристик, прочностных и механических свойств титановых сплавов и других материалов после ионного азотирования. Однако мнения авторов, затрагивающие вопрос уменьшения или увеличения предела выносливости титановых сплавов после проведения процесса ионного азотирования, разделяются.

Таким образом, **целью данной работы** изучение закономерности влияния режимов низкотемпературного ионного азотирования поверхности титанового сплава ВТ6 на структурно-фазовые и механические характеристики поверхностного слоя и разработка технологии модифицирования поверхности сложнопрофильных деталей.

В диссертационной работе были поставлены и решены следующие задачи:

1. Определить влияние технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на структуру, фазовый состав, микротвердость поверхностного слоя титанового сплава ВТ6.

2. Определить влияние технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования на знак и величину остаточных напряжений, их распределение по глубине в поверхностном слое титанового сплава ВТ6.

3. Исследовать влияние низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на усталостную прочность деталей из титанового сплава ВТ6.

4. Разработать опытную технологию низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей из конструктивных титановых сплавов, обеспечивающую равномерное формирование остаточных напряжений сжатия в поверхностном слое и методику их неразрушающего контроля.

## ГЛАВА II. ОБЪЕКТ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1 Объекты исследований

Объектом исследований являются технологии низкотемпературного ионно-плазменного модифицирования поверхности титановых сплавов.

В частности исследовалось влияние различных технологических параметров низкотемпературного ионного азотирования (состав рабочего газа, длительность процесса, температура обработки) на поверхностные свойства титановых сплавов, включая, микроструктуру, фазовый состав, микротвердость и остаточные напряжения в поверхностном слое.

Для проведения исследования был выбран титановый сплав ВТ6 (хим. состав представлен в таблице 2.1.). В работе использовались образцы двух типов: прямоугольные пластины размером 80×10×1 мм и в форме диска диаметром 20 мм и толщиной 5 мм, вырезанные из прутка.

Таблица 2.1. Химический состав титановых сплавов ВТ6 в % [50]

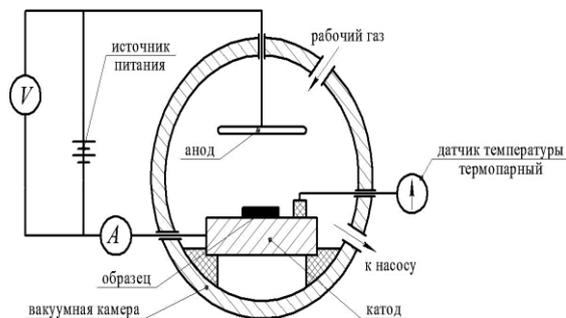
Марка сплава	Fe	C	Si	V	N	Al	Zr	O	H	Примесей
ВТ6	до 0,3	до 0,1	до 0,15	3,5 – 5,3	до 0,05	5,3 – 6,8	до 0,3	до 0,2	до 0,015	прочих 0,3

Сплавы типа ВТ6 ( $\alpha+\beta$ )-класса относятся к наиболее распространенным титановым сплавам. Они широко используются в авиационной и космической промышленности. В авиадвигателестроении из этого сплава производят диски и лопатки компрессоров, работающих при высоких температурах до 400...450 °С [50].

Процесс низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде (ТР) проводили на модернизированной электронно-лучевой установке ЭЛУ-5М (Рисунок 2.1 -).



а)



б)



в)



г)



д)

Рисунок 2.1 - Общий вид модернизированной установки ЭЛУ-5М: а – вакуумная камера от ЭЛУ-5; б – принципиальная схема обработки образцов; в – регулятор расхода газа; г – оптический пирометр «Термикс»; д – источник питания;

Используя пластинчато-роторный насос, внутри рабочей камеры вакуумного оборудования достигается необходимый уровень давления (в диапазоне от 1 до 10 Па), что является критическим для запуска и поддержания процесса горения тлеющего разряда. Ключевую роль в инициации разряда играет подключённый к системе источник электропитания, способный обеспечить постоянное напряжение до 1 кВ и силу тока до 10 А.

Регулятор расхода газов обеспечивает точную подачу газовой смеси в работающую камеру, сохраняя необходимые пропорции.

Процесс азотирования включает в себя два ключевых этапа: очистку поверхности образцов с использованием метода ионного распыления и азотирование ионами.

На первом этапе образцы устанавливаются в вакуумной камере на катод, с последующей откачкой атмосферного газа до давления  $\sim 5$  Па. Далее в рабочую камеру напускается аргон до давления  $\sim 1000$  Па. Затем производится откачка до давления 10-15 Па и зажигание тлеющего разряда с целью очистки поверхности образцов в течение 15-20 минут.

Далее рабочая камера заполняется газовой смесью в строго определенных пропорциях. После этого настраиваются параметры рабочего давления и электрического напряжения. Когда достигается заданная температура на поверхности обрабатываемых образцов, проводится их выдержка на установленный период времени обработки.

Замер температуры во время обработки проводится при помощи хромель-никелевой термопары и откалиброванного инфракрасного пирометра «Термикс».

Для отработки режимов низкотемпературного ионного азотирования в плазме тлеющего разряда образцы подвергались обработке при различных: температуре (450-600 °С); давлении (50-300 Па); длительности обработки (1-3 часа).

Низкотемпературное ионное азотирование в несамостоятельном сильноточном разряде (НСДР) проводилось на модернизированной установке ННВ-6,6-И1 («Булат»), оснащенной плазмогенератором «ПИНК» (разработчик ИСЭ СО РАН) (Рисунок 2.2 -).

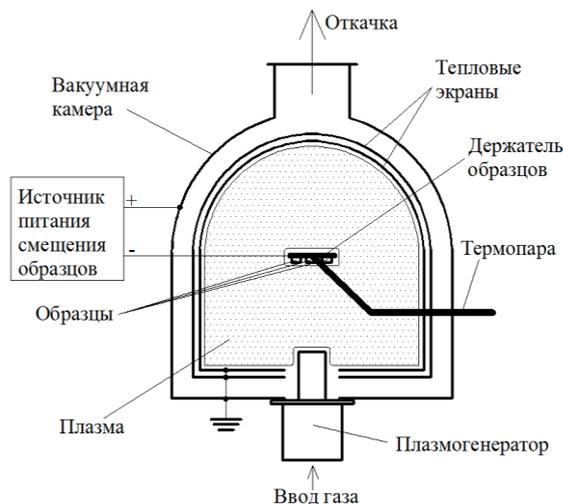


Рисунок 2.2 - а - Общий вид модернизированной установки ННВ 6,6-II1; б – принципиальная схема обработки образцов

Применение плазмогенератора «ПИНК» позволяет осуществлять различные технологические процессы, включая очистку поверхности ионами, активацию поверхности материала и процесс азотирования.

Принцип работы системы "ПИНК" заключается в том, что электроны, высвобождаемые накалившимся катодом в результате термоэлектронной эмиссии, перемещаются вдоль линий магнитного поля в направлении анода (стенок вакуумной камеры). Поскольку рабочий газ вводится в катодную полость, возле накалившегося катода образуется зона повышенного давления.

Поток ускоренных электронов, чьи траектории удлиняются под воздействием магнитного поля, а также области с повышенной концентрацией молекул рабочего газа, способствуют запуску и поддержанию горения несамостоятельного дугового разряда при низком давлении. Этот разряд возникает между накаленной нитью, выполняющей роль катода, и полым анодом, площадь которого равна площади внутренней поверхности вакуумной камеры. Плазма, создаваемая таким разрядом, заполняет анодную полость и служит рабочей средой для обработки поверхностей материалов.

Перед проведением процесса азотирования, образцы были подвергнуты очистке ионами аргона в течение 15 минут, а затем производился нагрев поверхности образцов до требуемой температуры .

Для отработки режимов низкотемпературного ионного азотирования в плазме несамостоятельного сильноточного дугового разряда, образцы подвергались обработке при различных: температуре (450-600 °С); длительности обработки (1-3 часа).

## 2.2 Методы исследования

Для проведения металлографических исследований и замера микротвердости были изготовлены «косые» шлифы с углом наклона  $6^\circ$ .

Дальнейшая подготовка шлифа состояла из последовательного выполнения следующих операций:

- грубая шлифовка, которая выполнялась на абразивном круге до полного выравнивания всей поверхности среза (шлифа).
- тонкая шлифовка на шлифовальной бумаге различной зернистости на двухдисковом станке P25FRS Top Tech Machines , предназначенный для шлифования и полирования.

В работе измерение микротвердости азотированных поверхностей проводились по методу Виккерса (рисунок 2.3).

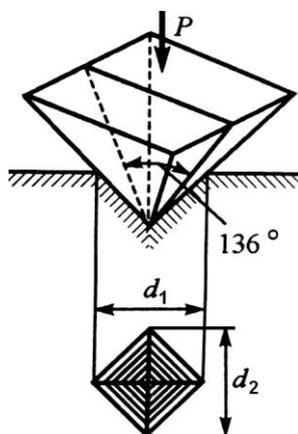


Рисунок 2.3 - Схема определения микротвердости по методу Виккерса

Данный метод измерения микротвердости производится путем вдавливания алмазного индентора в форме правильной четырехгранной пирамиды (с углом при вершине  $\alpha = 136^\circ$ ) в образец под воздействием нагрузки  $P$  (от 0,05 до 5,0 Н), приложенной в течение определенного времени. После удаления нагрузки измерялись диагонали  $d$  квадратного отпечатка, оставшегося на поверхности образца. Величина микротвердости  $HV$  определяется как отношение нагрузки  $P$  к условной площади боковой поверхности полученного отпечатка по формуле:

$$HV = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.854 \cdot P}{d^2}, \quad (2.1)$$

где  $P$ -нагрузка, Н;

$\alpha=136^\circ$  - угол между противоположными гранями пирамиды при вершине;

$d$  –диагональ отпечатка, мкм.

При измерении микротвердости применяли нагрузки 0,49 Н и 0,981 Н (50 г. и 100 г.). Величина микротвердости определялась как среднее из пяти замеров. Измерения проводились на микротвердомере Struers Duramin-1.

Эффективная толщина модифицированного слоя определялась по кривой распределения твердости до достижения значений твердости исходного материала.

Для анализа и выявления структуры титановых сплавов использовался раствор, состоящий из 10% плавиковой кислоты, 15% азотной кислоты и 75% воды. (10%  $\text{HF}$ –15%  $\text{HNO}_3$ –75%  $\text{H}_2\text{O}$ ).

Фотографии микроструктур шлифов были получены с помощью оптического микроскопа Olympus GX-51.

Для более глубокого изучения структуры образцов применялся растровый электронный микроскоп JEOL JSM-6490LV.

В данной работе для определения фазового состава исследуемых материалов использовался метод рентгеноструктурного анализа. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре Rigaku Ultima IV, использующего собирательную геометрию Брегга-Брентано с фиксированной рентгеновской трубкой и образцом, вращающимся во время сканирования, а также детектором. Управление дифрактометром и сбор данных производились через компьютер. Дифрактограммы регистрировались с различной скоростью сканирования:  $0,02^\circ$  за секунду для областей с высокой дифракционной активностью и  $0,1^\circ$  для прочих, при этом время сбора данных для каждой точки составляло 10 секунд и 5 секунд соответственно. Для анализа полученных данных использовалась программа POWDER CELL 2.4.

Измерение шероховатости поверхностей образцов проводилось при помощи контактного профилометра MarSurf PS1.

Измерение параметров шероховатости осуществлялось с использованием контактного метода, предусматривающего сканирование поверхности образца при помощи алмазной шуповой иглы. Данная игла реагирует на неровности поверхности, вызывая свои колебания. Эти колебания затем трансформируются датчиком в электрические сигналы, которые усиливаются гальванометром для дальнейшей фиксации и анализа. Результаты отображаются на экране устройства, предоставляя информацию о структуре поверхности, включая высоту и глубину шероховатостей.

Перед проведением исследования поверхность образцов очищается от посторонних примесей и обезжиривается. Образец закрепляется на плоской неподвижной поверхности. Профилометр устанавливается над образцом, обеспечивая касание алмазной иглы к поверхности исследуемого образца. Выбирается диапазон измерения, а затем длина трассы измерения. Начинается измерение и по завершении цикла на экране появятся результаты измерения параметров шероховатости.

Испытания на усталость проводились на модернизированном электродинамическом вибростенде ВЭДС-1500 при комнатной температуре. Испытания проводились в условиях повторного растяжения с контролируемым напряжением. База испытаний составляла  $N=10^7$  циклов.

### ГЛАВА III. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА, СТРУКТУРУ И ГЛУБИНУ МОДИФИЦИРОВАННОГО СЛОЯ

Анализ методов модифицирования поверхности показал, что процесс низкотемпературного ионного азотирования представляет собой весьма привлекательную альтернативу, по сравнению с другими методами обработки. По результатам литературного обзора (глава 1) можно сделать вывод, что большинство исследований в области ионно-плазменного азотирования титановых сплавов имеют эмпирический характер, и не приводят к фундаментальным обобщениям, необходимым для прогнозирования структуры, фазового состава и эксплуатационных свойств, несмотря на применение современных методов исследования поверхности после обработки.

В целях изучения воздействия процесса низкотемпературного ионного азотирования (ИА) на кинетику роста, изменение микротвердости по глубине модифицированного слоя, а также на фазовый состав и микроструктуру поверхностного слоя, образцы были подвергнуты обработке при различных относительно низких температурах ( $T=450-600^{\circ}\text{C}$ ).

На начальном этапе исследования осуществлялся подбор оптимальных режимов низкотемпературного ионного азотирования. Процесс низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде (ТР) проводился в определенных диапазонах технологических параметров:

- температура:  $T=450-600^{\circ}\text{C}$ ;
- длительность процесса:  $t=1-3$  часа;
- давление в рабочей камере:  $P=50-300$  Па (в качестве рабочей смеси использовали  $15\%N_2+85\%Ar$ ).

Процесс низкотемпературного ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде (НСДР) также

и проводили при температурах  $T=450-600^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=1\text{ часа}$ . Давление в рабочей камере составляло  $P=0,3\text{ Па}$ .

После низкотемпературного ИА был проведен анализ внешнего вида образцов.

Анализ внешнего вида образцов из титанового сплава ВТ6 после ионного азотирования в ТР показал, что образец, обработанный при  $T=450^{\circ}\text{C}$ ,  $P=150\text{ Па}$  в течение  $t=1\text{ ч}$  имеет равномерный насыщенный золотистый цвет без признаков цветов побежалости на поверхности. Повышение давления насыщающей среды с 150 до 300 Па при постоянных значениях температуры и времени обработки не оказало значительного влияния на внешний вид образца, однако цвет образца стал менее насыщенным. Уменьшение давления насыщающей среды до 50-100 Па привело к появлению цветов побежалости (синевы) на поверхности образцов, при этом на острых кромках образцов синева отсутствует, поскольку процессы распыления, на указанных участках, происходят более интенсивно. Предположительно, синева образуется в результате взаимодействия остаточного кислорода в рабочей камере с поверхностью образца.

После ИА при  $500-600^{\circ}\text{C}$  в центре образцов наблюдается золотистый цвет, который постепенно переходит в оттенки побежалости ближе к их краям и на острых кромках также не наблюдается синевы. Это явление объясняется так называемым «эффектом кромки», который вызван значительным увеличением плотности ионного тока вблизи острых краев образцов, что приводит к неравномерности обработки в этой области.

При увеличении длительности процесса низкотемпературного ИА на поверхности образцов также возникают цвета побежалости. Усиление интенсивности цвета побежалости при увеличении длительности обработки может быть обусловлено длительным взаимодействием остаточного кислорода в рабочей камере с поверхностью материала.

Следовательно, наиболее привлекательными режимами для последующего исследования являются:  $T=450-600^{\circ}\text{C}$ ;  $t=1\text{ час}$ ;  $P=150\text{ Па}$ .

Изменение технологических параметров процесса ионного азотирования в НСДР повышенной плотности не оказало существенного влияния на внешний вид образцов из титанового сплава ВТ6. В отличие от образцов, обработанных в плазме ТР, образцы, обработанные в плазме НСДР, сохранили первоначальный цвет и приобрели матовую поверхность.

Далее в исследовании будет рассмотрено воздействие различных технологических параметров на микроструктуру, фазовый состав, микротвердость поверхностного слоя, шероховатость и поверхностные остаточные напряжения при низкотемпературном ионном азотировании.

### **3.1 Исследование влияния температуры азотирования на фазовый состав и микроструктуру поверхностного слоя титановых сплавов**

Температура обработки имеет значительное влияние на характеристики азотированного слоя деталей, поскольку процесс распространения азота в материале обусловлен термически активированной диффузией.

Исследования проводились на образцах титанового сплава ВТ6 в отожженном состоянии. Исходная структура сплава ВТ6 (рис. 3.1) состоит из мелких равноосных и вытянутых кристаллитов  $\alpha$ -фазы, размер которых составляет примерно 7,5 мкм.  $\beta$ -фаза распределена вдоль границ  $\alpha$ -фазы и имеет вытянутую каплевидную и игольчатую форму, при этом средний размер зерна  $\beta$ -фазы равен 2,1 мкм. Наблюдаются также зерна, вытянутые в направлении прокатки.

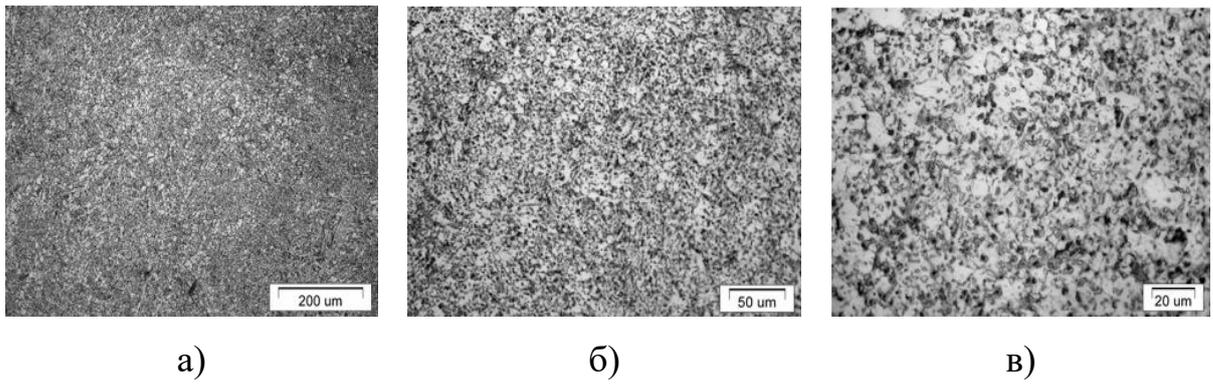


Рисунок 3.1 - Исходная структура титанового сплава ВТ6 в отожженном состоянии при различных увеличениях: а – х20, б – х50, в - х100

На рисунке 3.2 представлена структура титанового сплава ВТ6 после проведения процесса низкотемпературного ионного азотирования в НСДР при разных температурах.

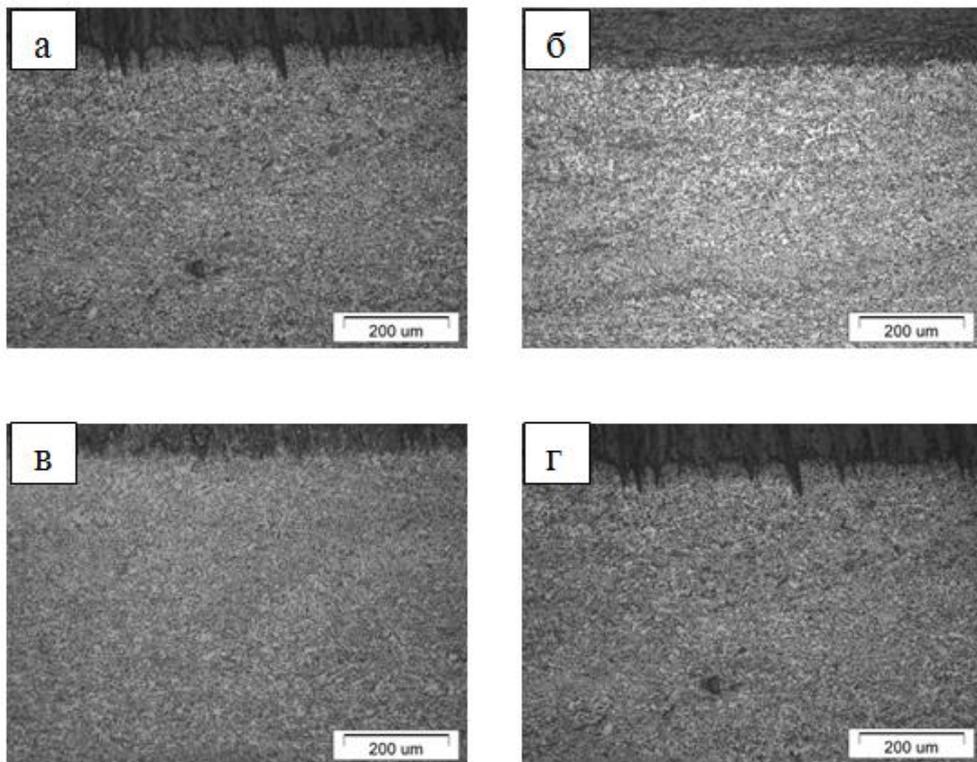


Рисунок 3.2 - Микроструктура образцов после ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде: а – 450 °С, б – 500 °С, в – 550 °С, г – 600 °С

На рисунке 3.3 представлена структура титанового сплава ВТ6 после низкотемпературного ионного азотирования в ТР при разных температурах в течение  $t=1$  час.

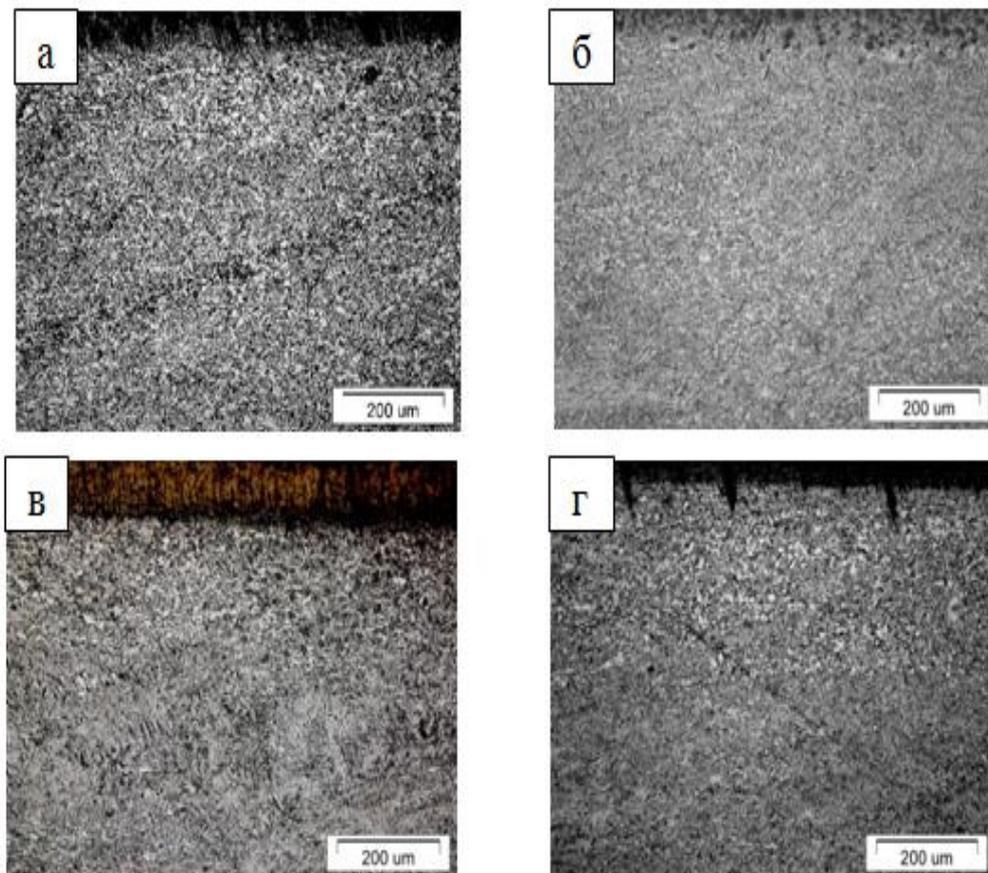


Рисунок 3.3 - Микроструктура образцов после ионного азотирования в тлеющем разряде ( $t=1$  час): а – 450 °С, б – 500 °С, в – 550 °С, г – 600 °С

На рисунке 3.4 представлена структура титанового сплава ВТ6 после низкотемпературного ионного азотирования в ТР при разных температурах в течение  $t=3$  ч.

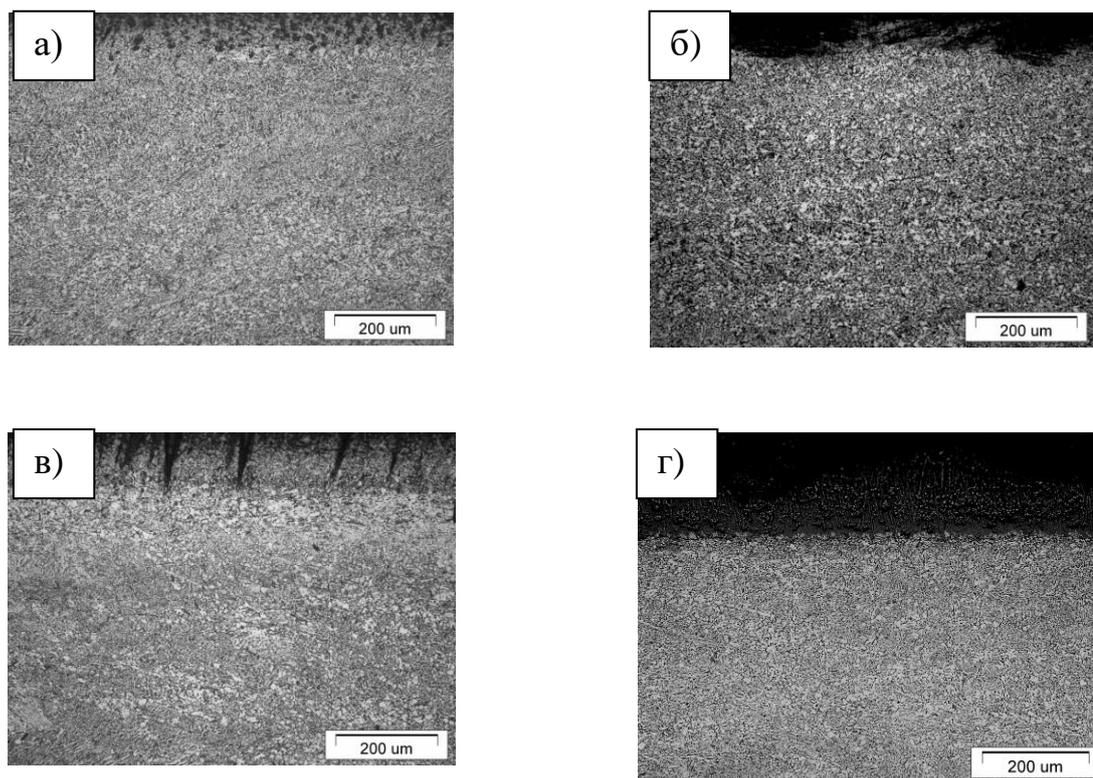


Рисунок 3.4 - Микроструктура образцов после ионного азотирования в тлеющем разряде ( $t=3$  часа): а – 450 °С, б – 500 °С, в – 550 °С, г – 600 °С

Микроструктура образцов, подвергнутых ионному азотированию при различных температурах, в основном состоит из равноосных зерен  $\alpha$ -фазы, окруженных выделениями  $\beta$ -фазы, имеющими каплевидную, игольчатую и вытянутую формы. Обработка при температурах 450 и 500 °С не оказывает влияния на микроструктурные характеристики образцов. Однако при повышении температуры до 550 °С и выше наблюдается увеличение размеров зерен, что может свидетельствовать о начале процесса рекристаллизации. Зерна фаз остаются равноосными. При нагреве до 600 °С также фиксируется увеличение отдельных кристаллитов. Увеличение времени обработки не приводит к значительным изменениям в микроструктуре.

Микроструктурные параметры в приповерхностном слое аналогичны параметрам в объеме материала.

На рисунках 3.5 и 3.6 представлены дифрактограммы, полученные с поверхности образцов из титанового сплава ВТ6 после процесса низкотемпературного ИА в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде и в тлеющем разряде.

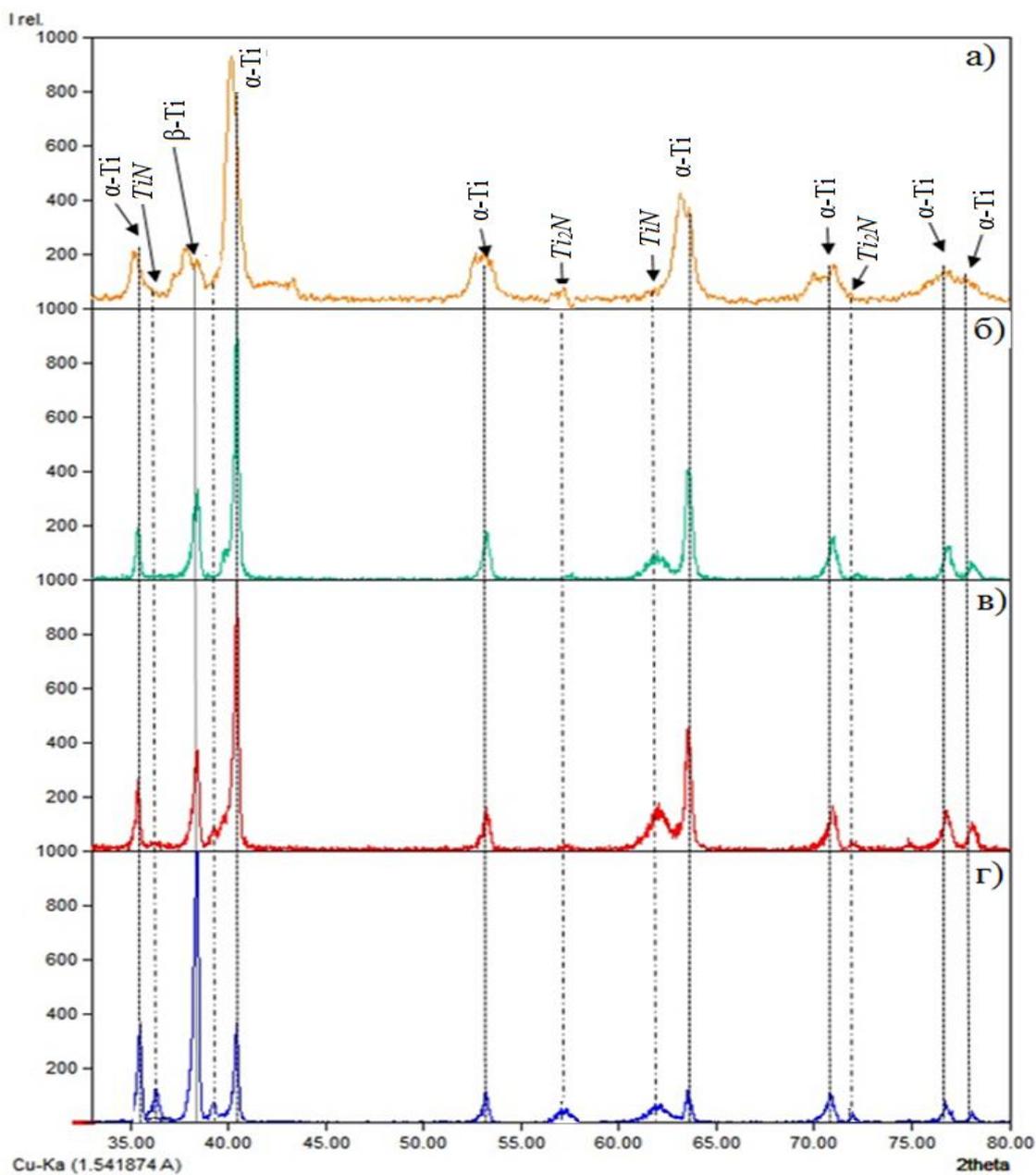


Рисунок 3.5 - Дифрактограмма сплава ВТ6 после азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде: а) 450°C; б) 500°C; в) 550°C; г) 600°C

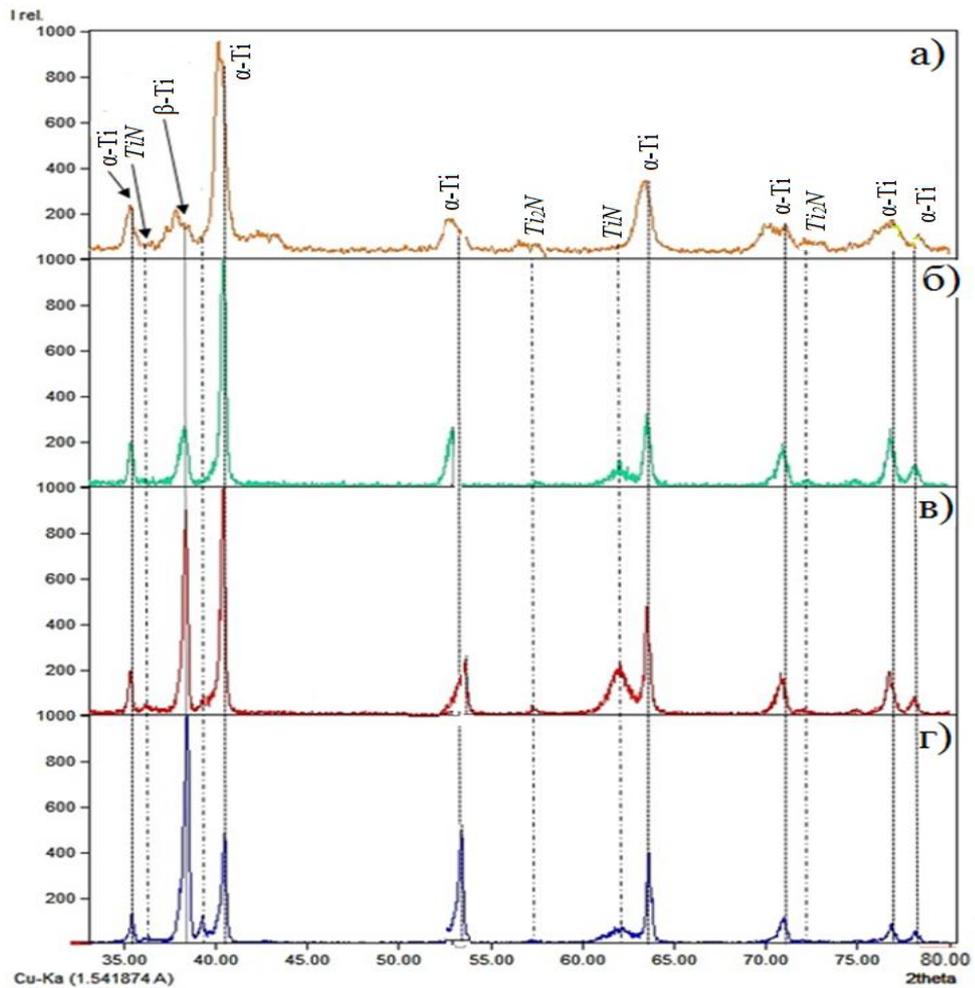


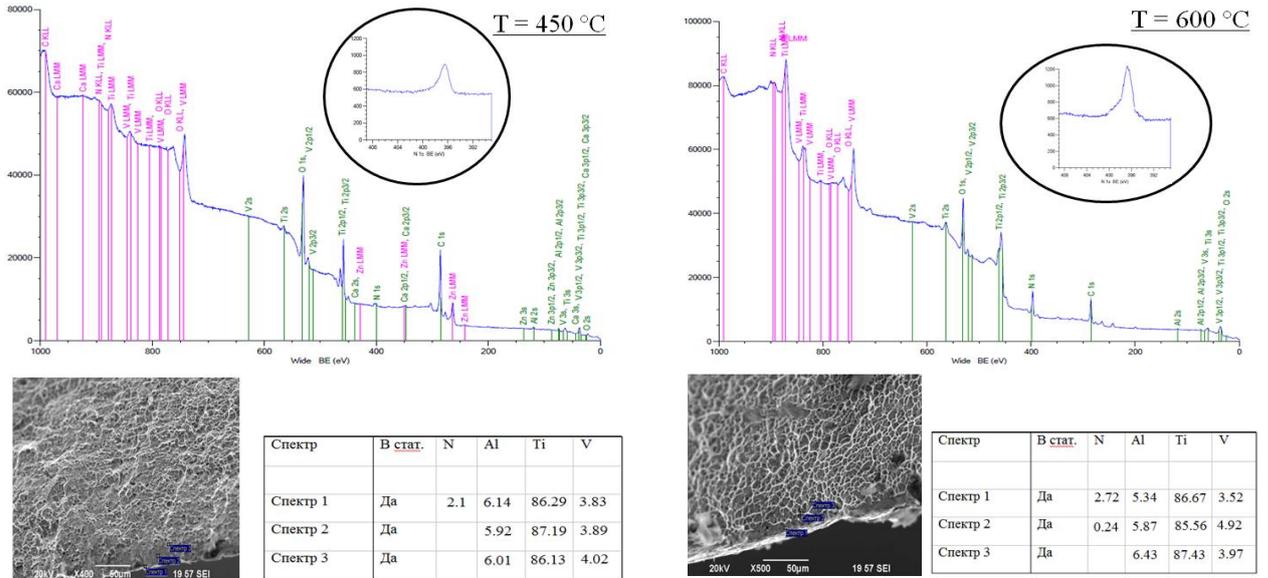
Рисунок 3.6 - Дифрактограмма сплава ВТ6 после азотирования в тлеющем разряде: а) 450°С; б) 500°С; в) 550°С; г) 600°С

Результаты рентгеноструктурного исследования образцов после ИА показали некоторые изменения в фазовом составе материала. На рентгенограммах всех образцов присутствуют пики интенсивности соответствующие  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазам сплава ВТ6 и фазе на основе нитрида титана. Рефлексы  $\alpha$ -Ti на образцах, подвергнутых обработке при температуре 450-500 °С несколько смещены относительно первичных углов дифракции, что, вероятно, указывает на увеличение периода решетки вышеуказанных фаз и образования альфа-раствора азота.

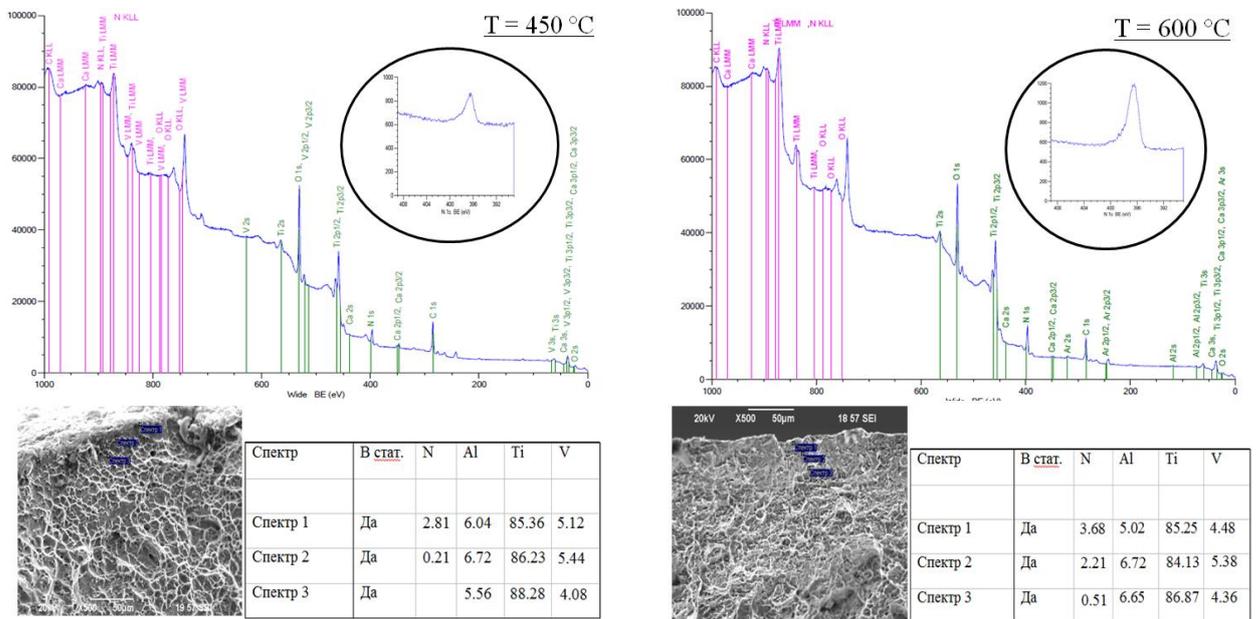
Увеличение времени выдержки приводит к увеличению концентрации нитридов титана в поверхностном слое. При повышении температуры выдержки также наблюдается увеличение содержания нитридов титана в

структуре образцов, что приводит к увеличению микротвердости и глубины модифицированного слоя. Полученные результаты будут представлены далее.

Для подтверждения наличия азота в поверхностном слое образцов после низкотемпературного ионного азотирования был использован метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.



а)



б)

Рисунок 3.7 - Химический состав после ионного азотирования:

Рисунок 3.8 - а) в ТР; б) в НСДР

На спектрах образцов, подвергнутых азотированию в ТР, помимо пиков, соответствующих титану и легирующим элементам, также наблюдаются пики, указывающие на присутствие азота. Это позволяет сделать вывод о наличии нитрида титана на поверхности. В процентном соотношении после ионного азотирования в НСДР, как при 450 °С, так и при 600 °С, содержание азота превышает таковое после обработки в ТР.

Высокая энергия бомбардировки в процессе ионного азотирования в НСДР предполагает наличие сложного диффузионного механизма, связанного с образованием нитридов титана различной стехиометрии.

Таким образом, результаты исследования рентгеновских фотоэлектронных спектров, в сочетании с данными рентгеноструктурного анализа, предоставляют более полную картину.

## **3.2 Исследование влияния параметров азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов**

### **3.2.1. Исследование влияния температуры азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов**

Помимо исследования микроструктуры, также были определены значения поверхностной микротвердости и построены графики, отображающие распределение твердости по глубине образцов. Из анализа литературных источников известно, что одним из ключевых параметров, влияющих на свойства азотированного слоя деталей, является температура во время процесса.

На рисунке 3.9 показано, как изменяется зависимость поверхностная твердость титанового сплава ВТ6 в зависимости от температуры обработки в плазме ТР и в плазме НСДР.

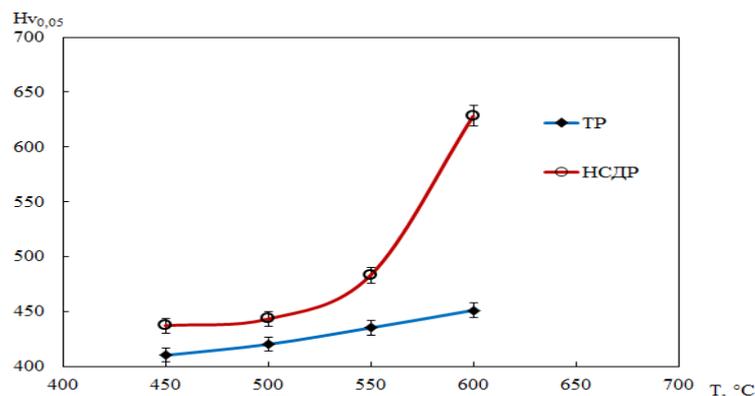


Рисунок 3.9 - Зависимость поверхностной микротвердости от температуры обработки после ионного азотирования

Анализ зависимости (рис. 3.7) показал, что при повышении температуры обработки с 450°C до 600°C поверхностная твердость материала увеличивается. Особенно значительный прирост микротвердости поверхности наблюдается в диапазоне от 550 °C до 600°C .

На рисунке 3.10 представлена динамика изменения микротвердости по глубине модифицированного слоя в зависимости от температуры обработки в плазме ТР в течение 1 часа при давлении рабочей среды 150 Па.

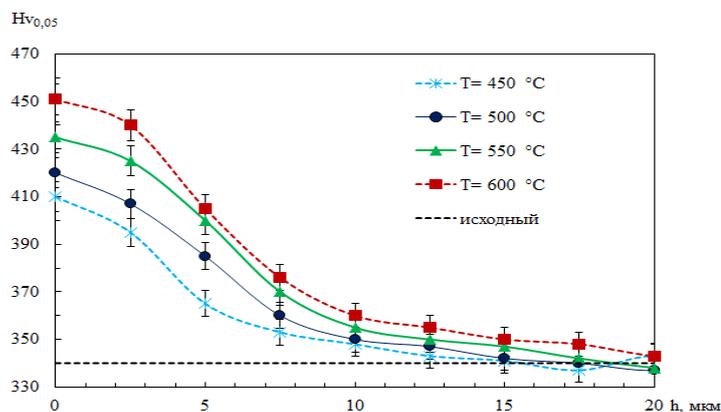


Рисунок 3.10 - Изменение микротвердости по глубине поверхностного слоя после ионного азотирования в плазме тлеющего разряда: P=150 Па, t=1ч

Анализ зависимости (рис. 3.8) показал, что при повышении температуры глубина модифицированного слоя увеличивается. После азотирования в плазме ТР в течение  $t=1$ ч при температуре  $T=450^\circ\text{C}$  толщина

модифицированного слоя составила  $\sim 8$  мкм, при  $T=500^\circ\text{C}$   $\sim 12$  мкм, при  $T=550^\circ\text{C}$   $\sim 14$  мкм, при  $T=600^\circ\text{C}$   $\sim 18$  мкм.

На рисунке 3.11 показано, как изменяется микротвердость по глубине азотированного слоя в зависимости от температуры обработки в плазме ТР в течение трех часов при давлении рабочей среды 150 Па.

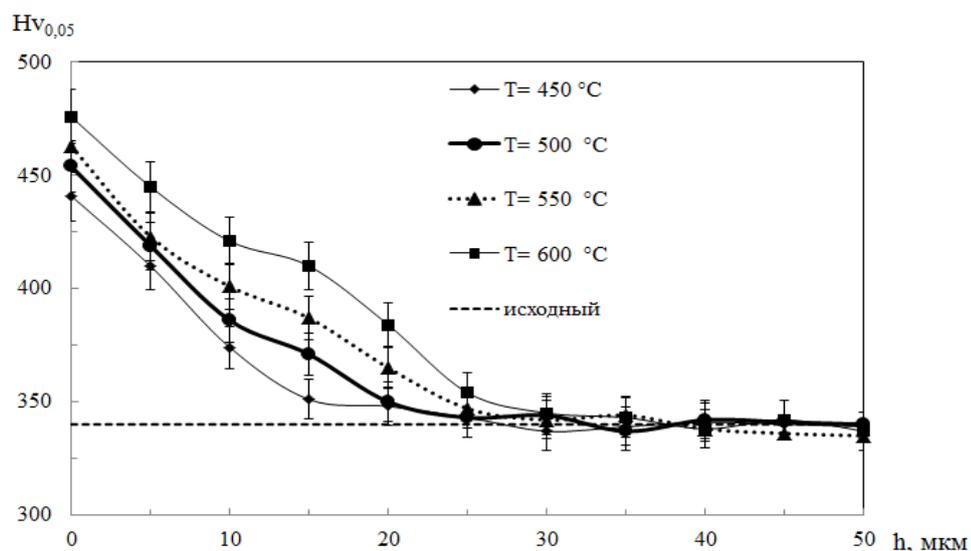


Рисунок 3.11 - Изменение микротвердости по глубине поверхностного слоя после ионного азотирования в плазме тлеющего разряда:  $P=150$  Па,  $t=3$  ч

Анализ зависимости (рис. 3.11) показал, что повышение температуры обработки приводит к увеличению глубины модифицированного слоя. После азотирования в плазме ТР в течение  $t=3$  ч. при  $T=450^\circ\text{C}$  толщина азотированного слоя составила  $\sim 18$  мкм, при  $T=500^\circ\text{C}$   $\sim 22$  мкм, при  $T=550^\circ\text{C}$   $\sim 26$  мкм, при  $T=600^\circ\text{C}$   $\sim 30$  мкм.

На рисунке 3.12 приведена зависимость изменения микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от температуры обработки в плазме несамостоятельного сильноточного дугового разряда

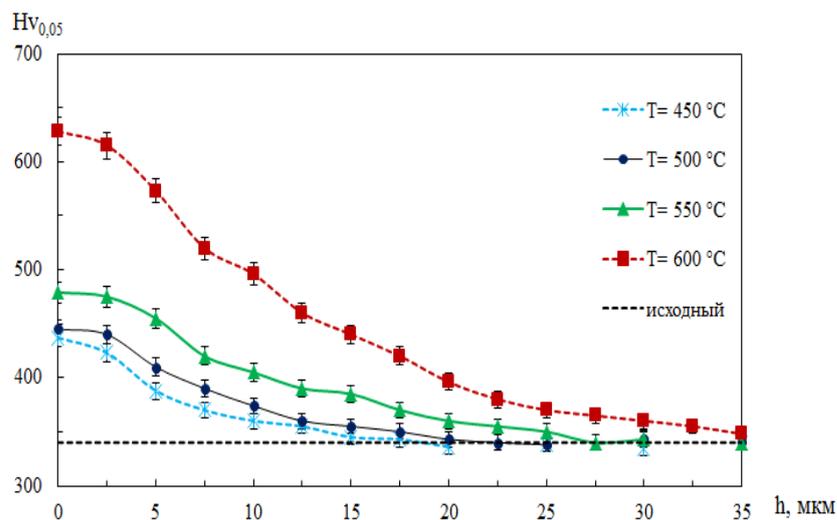


Рисунок 3.12 - Изменение микротвердости по глубине поверхностного после ионного азотирования в плазме несамостоятельного сильноточного дугового разряда

Анализ зависимости (рис. 3.12) показал, что при повышении температуры азотирования увеличивается глубина модифицированного слоя. После азотирования в плазме НСДР при  $T=450^\circ\text{C}$  толщина упрочненного слоя составила  $\sim 12$  мкм, при  $T=500^\circ\text{C}$   $\sim 14$  мкм, при  $T=550^\circ\text{C}$   $\sim 22$  мкм, при  $T=600^\circ\text{C}$   $\sim 32$  мкм.

Из проведенного анализа зависимостей можно сделать вывод, что глубина измененного слоя напрямую зависит от температуры во время процесса ионного азотирования. Это вполне логично, учитывая, что сам процесс ионного азотирования активируется теплом и является термически активируемым диффузионным процессом.

### 3.2.2. Исследование влияния длительности азотирования на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов

Для определения влияния длительности обработки на кинетику роста и изменение микротвердости по глубине модифицированного слоя были

проанализированы образцы, подвергнутые процессу низкотемпературного азотирования при различных временных интервалах.

На рисунках 3.13-3.15 закономерности изменения микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при проведении процесса азотирования в плазме ТР при температурах 450-550°C.

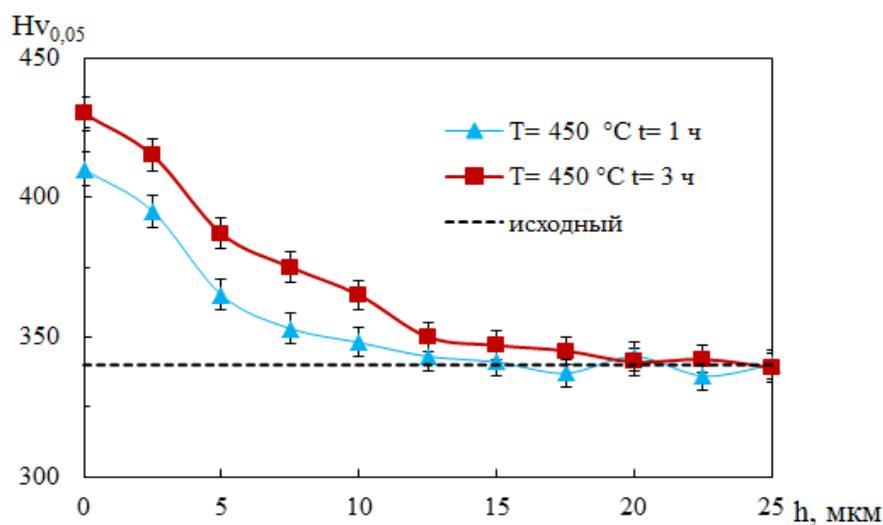


Рисунок 3.13 - Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при азотировании в плазме тлеющего разряда при температуре 450°C

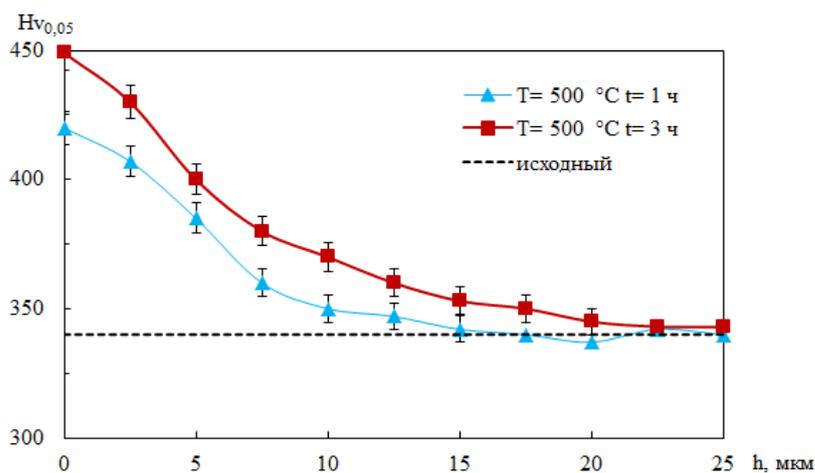


Рисунок 3.14 - Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при азотировании в плазме тлеющего разряда при температуре 500°C

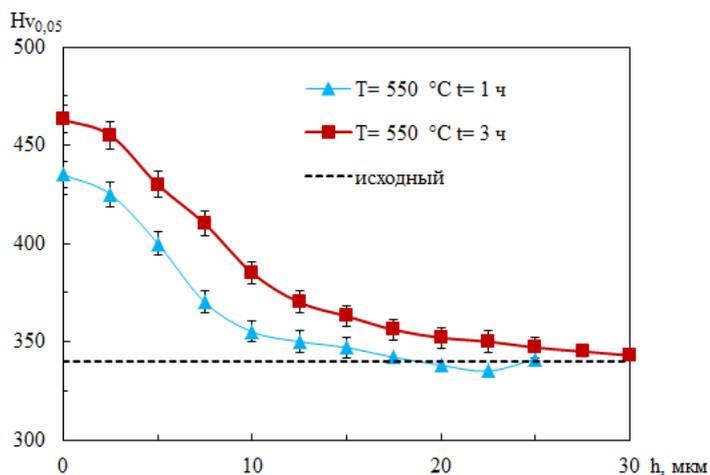


Рисунок 3.15 - Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при азотировании в плазме тлеющего разряда при температуре  $550^{\circ}\text{C}$

Из анализа зависимостей (рис. 3.13-3.15) видно, что с увеличением времени обработки глубина модифицированного слоя возрастает. После проведения низкотемпературного ионного азотирования при  $T=450^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=1\text{ ч}$ . глубина азотированного слоя составила  $\sim 8\text{ мкм}$ , а при  $t=3\text{ ч}$ .  $\sim 14\text{ мкм}$ .

После ионного азотирования при температуре  $T=500^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=1\text{ ч}$ . глубина азотированного слоя увеличилась до  $\sim 12\text{ мкм}$ , а при длительности  $t=3\text{ ч}$ . достигла  $\sim 22\text{ мкм}$ .

После ионного азотирования при температуре  $550^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=1\text{ ч}$ . глубина модифицированного слоя составила  $\sim 14\text{ мкм}$ , а при  $t=3\text{ ч}$ . –  $\sim 26\text{ мкм}$ .

Таким образом, увеличение длительности процесса азотирования с  $t=1\text{ ч}$  до  $t=3\text{ ч}$  приводит к двукратному росту модифицированного слоя. При этом изменение микротвердости от поверхности к сердцевине материала происходит плавно, без резких скачков. Уменьшение микротвердости по глубине модифицированного слоя объясняется снижением концентрации растворенного азота внутри материала.

На рисунке 3.16 представлена зависимость изменения значения микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при азотировании в плазме НСДР при  $T=500^{\circ}\text{C}$ .

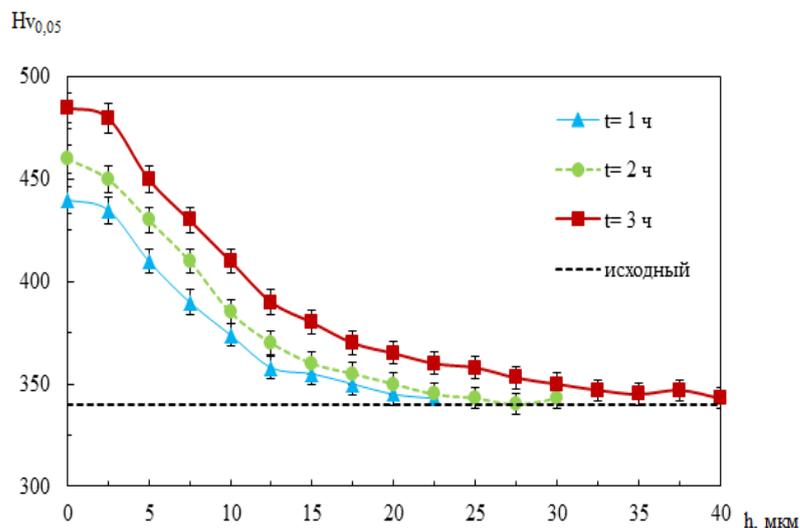


Рисунок 3.16 - Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости от длительности обработки при азотировании в плазме НСДР ( $T=500^{\circ}\text{C}$ )

Анализ зависимости (рис. 3.16) показал, что увеличение длительности обработки приводит к увеличению глубины азотированного слоя. Так при обработке в течение  $t=1$  ч. глубина упрочненного слоя составила  $\sim 14$  мкм, при 2-х часах  $\sim 22$  мкм, а при 3-х часах  $\sim 36$  мкм. Значение поверхностной микротвердости материала плавно увеличивается от поверхности к сердцевине без резких переходов. Сравнение толщин диффузионного слоя при ионном азотировании в плазме ТР и в плазме НСДР показало, что при обработке в плазме НСДР при  $T=500^{\circ}\text{C}$  глубина модифицированного слоя больше, чем после азотирования в ТР. Такая разность толщин азотированного слоя объясняется тем, что азотирование в плазме НСДР происходит при намного меньшем давлении 0,3 Па, при котором количество остаточного кислорода меньше, а также длина свободного пробега ионов и электронов больше, по сравнению с азотированием в ТР.

### 3.2.3. Исследование влияния давления рабочей среды на микротвердость и глубину модифицированного слоя титановых сплавов

Согласно литературным данным, ионное азотирование представляет более широкие возможности для контроля процесса по сравнению с традиционными методами. Помимо температуры и времени обработки, изменение давления газовой среды в рабочей камере также позволяет регулировать процесс.

Для изучения влияния давления насыщающей среды (50, 100, 150, 300 Па) на процессы роста и изменение микротвердости по глубине модифицированного слоя были проазотированы образцы.

На рисунке 3.17 приведена зависимость изменения микротвердости по глубине азотированного слоя при различном давлении насыщающей среды в плазме тлеющего разряда после обработки при температуре  $450^{\circ}\text{C}$ .

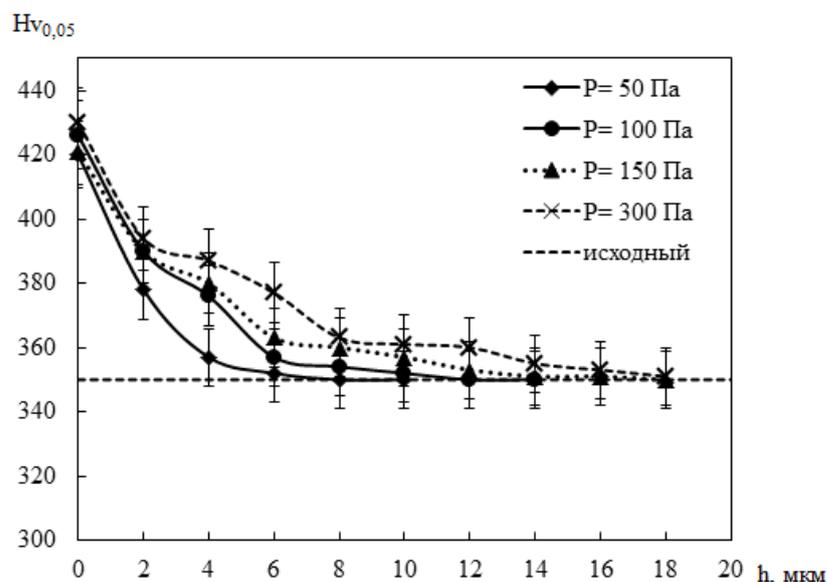


Рисунок 3.17 - Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя при различном давлении насыщающей среды в плазме тлеющего разряда

Анализ зависимости (рис. 3.17) показал, что с увеличением давления насыщающей среды глубина азотированного слоя возрастает. После азотирования в плазме ТР при  $T=450^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=1\text{ч}$ . и давлении  $P=50$  Па

глубина упрочненного слоя составила  $\sim 6$  мкм, при  $P=100$  Па  $\sim 6$  мкм, при  $P=150$  Па  $\sim 10$  мкм, при  $P=300$  Па  $\sim 16$  мкм.

Толщина слоя азотирования зависит от давления в рабочей камере. При увеличении давления растет толщина слоя диффузии. Возможно, это происходит из-за наличия остаточного кислорода. При низком давлении газовой среды уровень остаточного кислорода в камере выше, что нежелательно при азотировании титановых сплавов из-за образования оксидной пленки, которая мешает диффузии азота в материал. Повышение давления газовой среды вытесняет остаточный кислород и создает оптимальные условия для азотирования.

Также был проведен эксперимент изменения микротвердости по глубине азотированного слоя в зависимости условий обработки. Так образец №1 азотировали при  $T=450^{\circ}\text{C}$  в течение  $t=3\text{ч}$  при давлении  $P=150$  Па в среде азот-аргон, при этом смесь менялась каждые 20 минут (без прокачки), а образец № 2 азотировали с постоянной прокачкой-откачкой газовой среды.

Результаты исследования показали, что глубина азотированного слоя зависит от условий обработки. Так при азотировании без прокачки глубина упрочненного слоя составила  $\sim 14$  мкм, а с прокачкой-откачкой  $\sim 20$  мкм. Увеличение глубины модифицированного слоя может быть обусловлено постоянной сменой рабочего газа в процессе азотирования, что препятствует образованию нитридной пленки на поверхности образцов. Это, в свою очередь, затрудняет диффузию азота внутрь материала.

### **3.3 Исследование температуры азотирования на шероховатость поверхности**

Было проведено исследование изменения шероховатости поверхности после низкотемпературного ионного азотирования в НСДР и в ТР при различных температурах, помимо анализа структуры, фазового состава и микротвердости.

Для анализа эффекта низкотемпературного ионного насыщения азотом на шероховатость поверхности прежде провели замеры у исходного материала, где  $Ra$  достигало 0,337 мкм. В таблице 3.1 представлены результаты этих измерений шероховатости образцов.

Таблица 3.1. Результаты измерения шероховатости до и после ионного азотирования

$T, ^\circ\text{C}$	Исходная шероховатость, $Ra$		Шероховатость после обработки в НСДР, $Ra$		Шероховатость после обработки в ТР, $Ra$			
		$Ra_{cp}$		$Ra_{cp}$		$Ra_{cp}$		
450	0,34	0,34	0,45	0,45	0,35	0,35		
			0,46		0,35			
			0,45		0,36			
500			0,33	0,34	0,50	0,50	0,41	0,41
					0,51		0,40	
					0,50		0,42	
550			0,34	0,34	0,71	0,72	0,50	0,50
					0,72		0,51	
					0,72		0,50	
600	0,34	0,34	0,74	0,74	0,61	0,62		
			0,73		0,62			
			0,75		0,63			

В результате проведения процесса низкотемпературного ионного насыщения азотом, как в случае с НСДР, так и ТР, наблюдается повышение величины шероховатости поверхностного слоя образцов. Отмечено, что с увеличением температуры процесса качество поверхностного слоя ухудшается. К примеру, при повышении температуры с 450 до 600 °С, средний показатель шероховатости обрабатываемой поверхности возрастает в два-два с половиной раза.

Повышение шероховатости поверхности после проведения ионного азотирования в условиях тлеющего разряда минимально при температурах в 450-500 °С. На начальных стадиях азотирования при сравнительно низких

температурных условиях общий профиль шероховатости определяется преимущественно изменениями в рельефе, вызываемыми увеличением объема за счет формирования нитридных фаз. В случае проведения азотирования при более высоких температурах (600 °С), общий уровень шероховатости зависит не только от процессов объемного расширения, но и от сложного взаимодействия между процессами распыления поверхности и последующим осаждением нитридных фаз.

При азотировании в НСДР происходит интенсивная бомбардировка обрабатываемой поверхности ионами рабочего газа. Это влечет за собой ионную очистку поверхности от образовавшейся окисной и нитридной пленки. Однако, изучение научных источников выявляет, что данная бомбардировка ионами иногда приводит к селективному удалению материала, что способствует росту шероховатости обработанного слоя. В результате этого процесса поверхность приобретает матовый вид за счет увеличения неровностей.

### 3.4 Выводы по Главе 3

Несмотря на различия двух методов азотирования, в обоих случаях наблюдается эффект модифицирования поверхности титанового сплава ВТ6 при относительно низких температурах и малой длительности обработки.

1. Показано, что после ионного азотирования при низких температурах ( $T=450-600$  °С) на поверхности всех образцов наблюдаются пики интенсивности, соответствующие  $\alpha$ - и  $\beta$ - фазам сплава ВТ6 и фазе на основе нитрида титана. Повышение температуры азотирования приводит к увеличению содержания нитридов титана на поверхности образцов.

2. На поверхностную микротвердость и глубину азотированного слоя, существенное влияние оказывает температура обработки. Так после ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде при температуре 450 °С глубина модифицированного слоя составила ~10

мкм. Повышении температуры до 600 °С ведет к увеличению слоя в 3 раза и составляет ~ 30 мкм. При азотировании в тлеющем разряде повышение температуры с 450°С до 600 °С также приводит к увеличению глубины азотированного слоя с 7 до 17 мкм.

3. Температура ионного азотирования оказывает влияние на шероховатость поверхности образцов. Так при повышении температуры с 450 до 600 °С величина шероховатости обрабатываемой поверхности увеличивается в 2...2,5 раза.

## **ГЛАВА IV. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТНЫЕ ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ**

В настоящее время большое внимание уделяется исследованию формирования, регулирования и влияния остаточных напряжений на прочность и долговечность деталей. Одним из ключевых аспектов является выбор различных методов измерения поверхностных остаточных напряжений, их сравнение и правильное применение на практике.

### **4.1 Методы определения остаточных напряжений**

Для определения остаточных напряжений применяются различные методы, включая механические и рентгеновские. С увеличением размеров и форм деталей, в которых проводятся измерения, постоянно появляются новые методики, использующие различные схемы измерения деформаций образцов и формулы для расчета остаточных напряжений. Особое внимание уделяется исследованию технологических остаточных напряжений в поверхностном слое деталей, так как их физико-механическое состояние существенно влияет на характеристики деталей в процессе эксплуатации.

Механический метод определения остаточных напряжений основан на специальной процедуре, при которой напряженные поверхностные слои образцов удаляются без внесения дополнительных напряжений или нагревания. Затем измеряются деформации образца, определяется толщина удаленного слоя и рассчитываются остаточные напряжения с помощью формул теории упругости.

Для дальнейшего определения остаточных напряжений в вырезанных образцах используется метод электрохимического или химического травления. В результате проведения данного процесса происходит

постепенное удаление напряженных поверхностных слоев, а также одновременная регистрация деформаций изгиба образца.

Рентгеноструктурный анализ используется как в отечественной, так и в зарубежной промышленности для оценки остаточного ресурса деталей, работающих при длительной эксплуатации, а также для корректировки технологических процессов обработки материалов. Этот метод обладает высокой чувствительностью к деформациям кристаллической решетки и основывается на законе Вульфа-Брегга:

$$2d \cdot \sin\theta = n\lambda,$$

где  $\lambda$  – длина волны;

$d$  – межплоскостное расстояние;

$\theta$  – угол дифракции лучей (угол между падающим лучом и атомной плоскостью  $hkl$ ),  $n$  – целое число, порядок дифракции,  $n=1, 2, \dots$

Смещения атомных плоскостей материала происходит под различными воздействиями остаточных напряжений на поверхностном слое детали (см. рисунок 4.1).

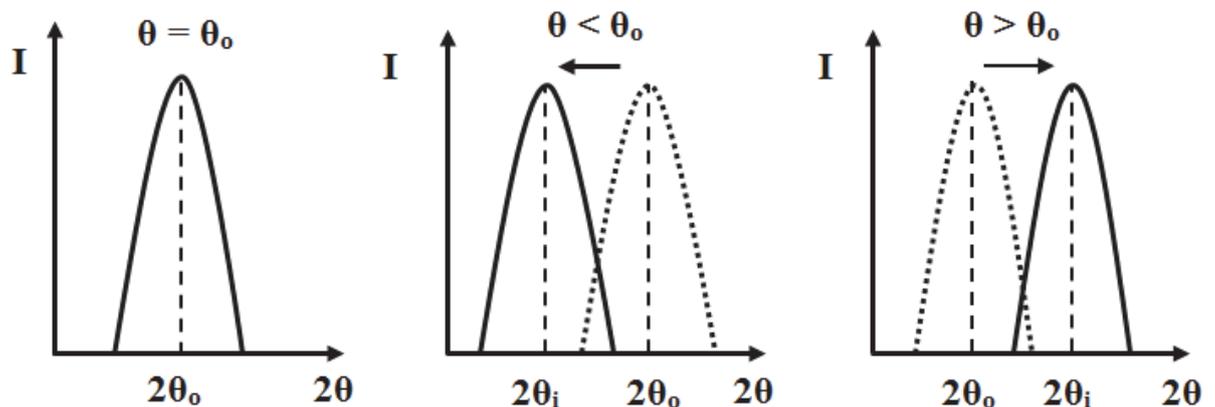


Рисунок 4.1 - Геометрия вектора рассеяния рентгеновских лучей, отвечающая закону Вульфа-Брегга

Изменение положения атомных плоскостей приводит к различиям в периодах решетки и значениях углов Брегга для одной и той же

кристаллографической линии в разных направлениях под воздействием напряжений. Параметры решетки изменяются пропорционально остаточным деформациям. Напряжения, возникающие из-за деформаций кристаллической решетки, вычисляются с использованием уравнений упругости для изотропных, сплошных и однородных материалов. В отличие от механического метода, который учитывает общую деформацию, включающую как упругие, так и пластические компоненты, рентгеновский метод сосредоточен исключительно на упругих деформациях, связанных с напряжениями, что позволяет перейти от деформаций к напряжениям [95].

В данном исследовании было выполнено определение поверхностных остаточных напряжений с использованием рентгеноструктурного метода на универсальном дифрактометре ДРОН 4-07. Эксперимент проводился с помощью фокусировки гониометра по методу Брегга-Брентано, где использовалась неподвижная рентгеновская трубка, вращающийся образец и счетчик.



Рисунок 4.2 - Общий вид дифрактометра ДРОН 4–07

Этот способ измерения напряжений включает в себя двухпозиционное сканирование поверхности образца с использованием метода фокусировки по Бреггу-Брентано,  $2\theta-\theta$ , т.е. при соотношении углов съемки 2:1 (это означает, что детектор движется со скоростью в два раза большей, чем образец). Причем для расчета принимаются дальние углы  $2\theta$ . (фактически в пределах

$2\theta \approx 130...155^\circ$ ). Дальние углы определяются по справочным источникам или непосредственно фактической съемкой в пределах  $2\theta \approx 130...160^\circ$ .

Производится двухпозиционная серия снимков в количестве 6...10 одного и того же интервала углов при  $\varphi=0$  и  $\varphi=0+45^\circ$  при прямом и реверсивном движении образца с детектором, относительно рентгеновской трубки.

Далее путем обработки дифрактограммы находится «центр тяжести» пика. Центр тяжести характеризует максимум интенсивности кривой рентгенограммы в заданной точке.

Для наглядности приведена рентгенограмма реального образца снятого при  $\varphi=0$  и со смещением от первоначального положения  $\varphi=0+45^\circ$  (рисунок 4.3).

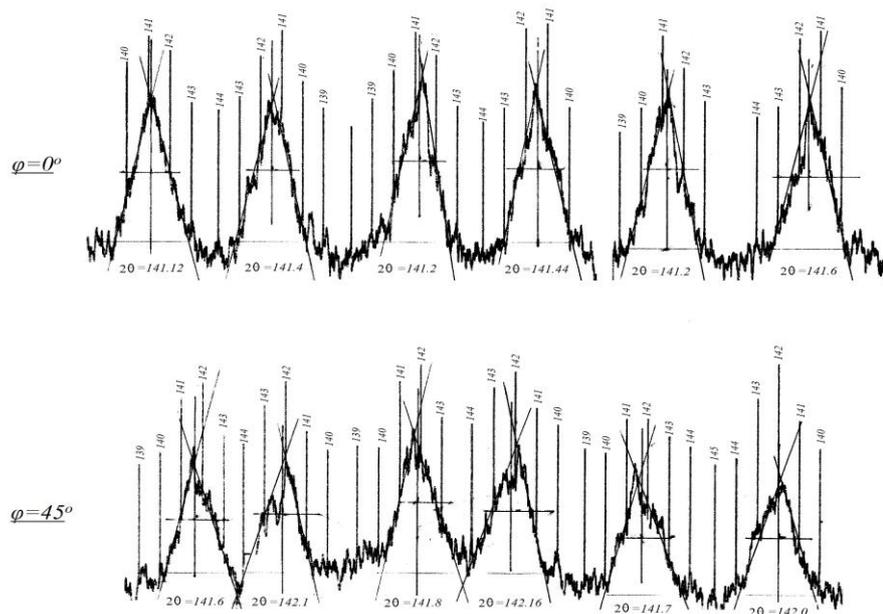


Рисунок 4.3 - Рентгенограмма образца, снятого при  $\varphi=0^\circ$  и  $\varphi=45^\circ$

Знак рассчитываемой величины действующих напряжений определяется так: если центры тяжести кривых снятых при  $\varphi = 0+45^\circ$  смещаются влево от центров тяжести кривых первоначальной съемки, то

результат получается с минусом и определяет действующие напряжения сжатия, и, наоборот, при смещении вправо от центров тяжести кривых первоначальной съемки, то результат получается с плюсом и определяет действующие напряжения растяжения.

Задача определений напряжений намного упрощается, если дифрактометрические измерения совмещены с компьютерной обработкой. Совмещение дифрактометра с компьютером, с использованием программного пакета «Profile», позволяет получать дифрактометрические кривые непосредственно на мониторе и выполнять их обработку с определением центров тяжести кривых и действующих остаточных напряжений на исследуемой поверхности.

#### **4.2 Влияние низкотемпературного ионного азотирования на остаточные напряжения в поверхностном слое**

Химико-термическая обработка является одним из наиболее популярных и эффективных методов модифицирования поверхности деталей машин. Он основан на изменении поверхностного слоя материала путем насыщения его различными химическими элементами, такими как углерод, азот и другие.

В результате азотирования в поверхностном слое деталей, согласно литературным данным, возникают сжимающие остаточные напряжения. Формирование ПОН сжатия достигается за счет образования фаз с увеличенным объемом. Напряжения непосредственно под слоем азотирования становятся растягивающими. После проведения азотирования детали не подвергаются дальнейшей термической обработке. Процесс охлаждения осуществляется медленно в вакуумной камере, что практически исключает наличие тепловых остаточных напряжений.

В данной работе было проведено определение ПОН после низкотемпературного ионного азотирования на образцах, значения которых представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1. Значения остаточных напряжений на образцах

№ образцов	Температура обработки T, °C	Длительность t, ч	Величины остаточные напряжений $\sigma_{ост}$ , (МПа)
Исходный			+10±10
после обработки в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде			
1	450	1	+5±10
2	500	1	+48±10
3	550	1	+56±10
4	600	1	+122±10
после обработки в тлеющем разряде			
5	450	1	-232±10
6	500	1	-193±10
7	550	1	-82±10
8	600	1	-81±10
9	450	3	-47±10
10	500	3	-14±10
11	550	3	-15±10
12	600	3	+77±10

Наличие растягивающих напряжений на поверхности исходного образца величиной +10 МПа связано с предварительной механической обработкой (шлифование).

Известно [43, 122], что с увеличением величины растягивающих напряжений предел выносливости деталей уменьшается, сжимающие напряжения напротив – повышают.

После ионного азотирования в НСДР на поверхности образцов возникают растягивающие напряжения, которые могут быть причиной ускоренного зарождения и развития трещин. Из данных представленных в таблице 4.1 видно, что температура азотирования влияет на величину остаточных напряжений. Повышение температуры азотирования 450 °С до 600 °С приводит к увеличению величины растягивающих напряжений с +56 до +122 МПа, что является недопустимым для ответственных деталей. Снижение температуры ведет к уменьшению поверхностных растягивающих напряжений. В работе [82] авторами также отмечается, что увеличение температуры азотирования от 500 °С и выше приводит к формированию растягивающих напряжений на поверхности титановых сплавов.

После низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде ( $T=450-600^{\circ}\text{C}$ ;  $t=1\text{час}$ ) на поверхности образцов возникают сжимающие напряжения, возможно, за счет образования фаз с увеличенным удельным объемом. Так после обработки при температуре 450 °С величина поверхностных остаточных напряжений составляет -232 МПа; при температуре 500 °С – -193 МПа. Величина ПОН после азотирования при температурах 550 °С и 600 °С находится практически на одном уровне (-82 МПа).

Увеличение длительности обработки приводит к уменьшению величины ПОН. Так после ионного азотирования при температурах 450-550°С в течение  $t=3\text{ч}$  значения ПОН находятся в интервале от -14 до -47 МПа. После обработки при температуре 600°С в течение  $t=3\text{ч}$  на поверхности образцов формируются растягивающие напряжения и составляют +77 МПа.

Увеличение температуры и длительности обработки приводит к увеличению количества (содержания) азота на поверхности, образованию нитридов в структуре сплава и уменьшению величины сжимающих ПОН.

Следовательно, уменьшение температуры и времени азотирования приводит к увеличению величины сжимающих остаточных напряжений на поверхности образцов.

В ходе исследования был проведен эксперимент (рисунок 4.4), фактически имитирующий метод Давиденкова. Для этого были выбраны образцы, подвергнутые азотированию в течение трех часов при температурах 500°C и 600°C.

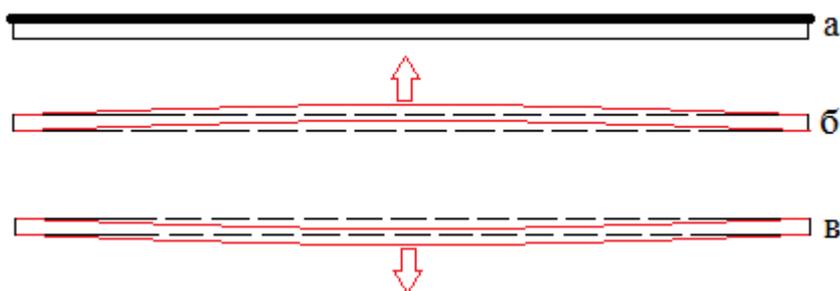


Рисунок 4.4 - Оценка уровня и знака остаточных напряжений методом Давиденкова

На одну из плоских поверхностей каждого образца была нанесена кислотостойкая краска (рисунок 4.4 а), затем, химическим травлением, удалили с незащищенной стороны слой 0,1 мм, заведомо превышающий глубину азотирования образцов. В результате, образец, азотированный при 500°C прогнулся в сторону сохраненного азотированного слоя (рисунок 4.4 б), а образец, азотированный при 600°C – в обратную сторону (рисунок 4.4 в). Это доказывает различие в знаках ПОН.

На рис. 4.5 и 4.6 представлены эпюры остаточных напряжений после ионного азотирования в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде при различных температурах.

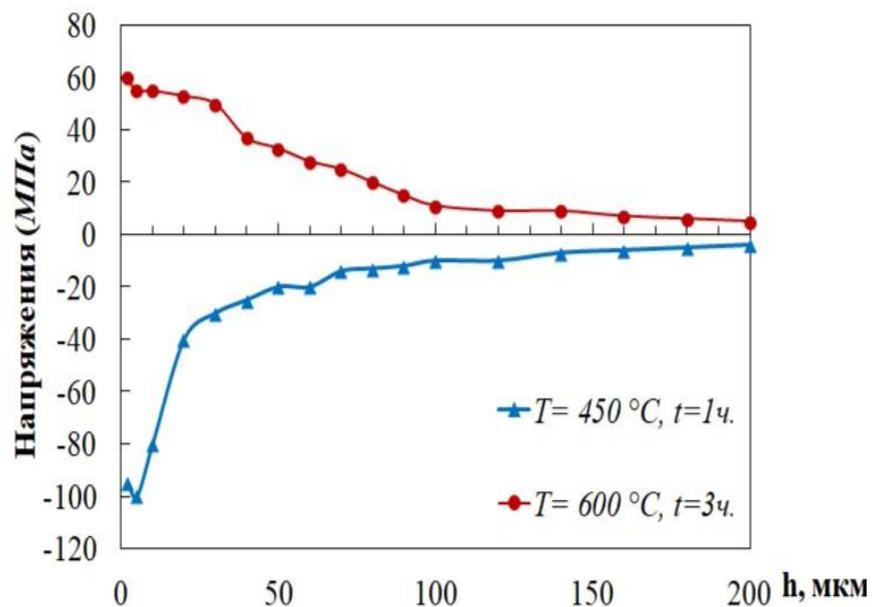


Рисунок 4.5 - Эшюра остаточных напряжений после ионного азотирования в ТР

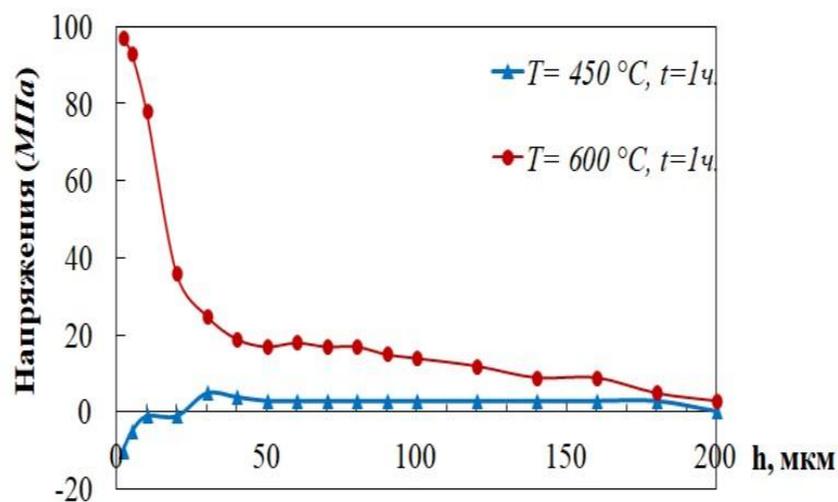


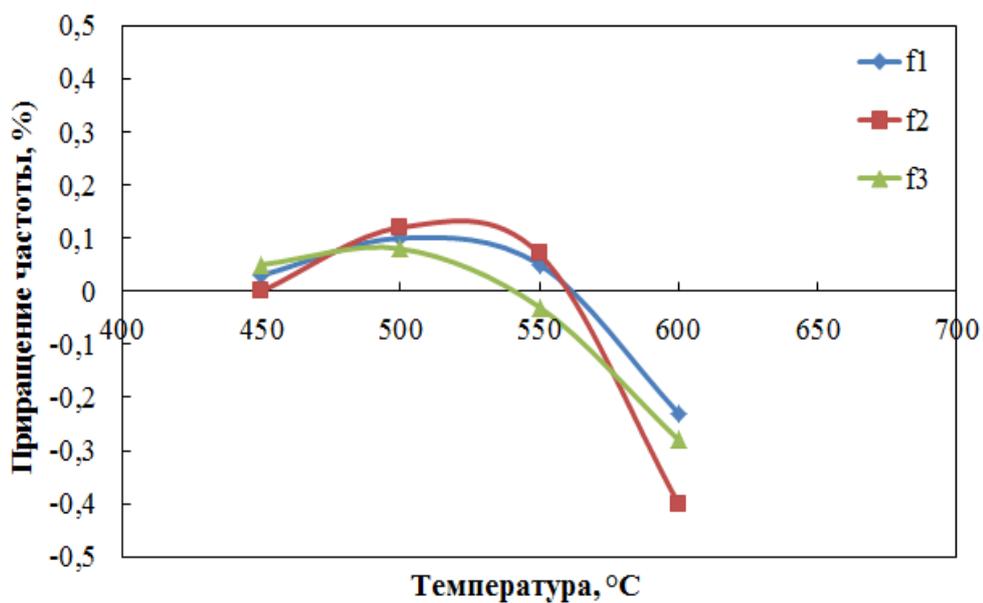
Рисунок 4.6 - Эшюра остаточных напряжений после ионного азотирования в НСДР

По результатам, представленным на рис. 4.5 видно, что после ионного азотирования в ТР при 450 °C на поверхности формируются ПОН сжатия, что коррелирует с результатами полученными при замере рентгеноструктурным методом. После азотирования при 600°C на поверхности сформировались ПОН растяжения.

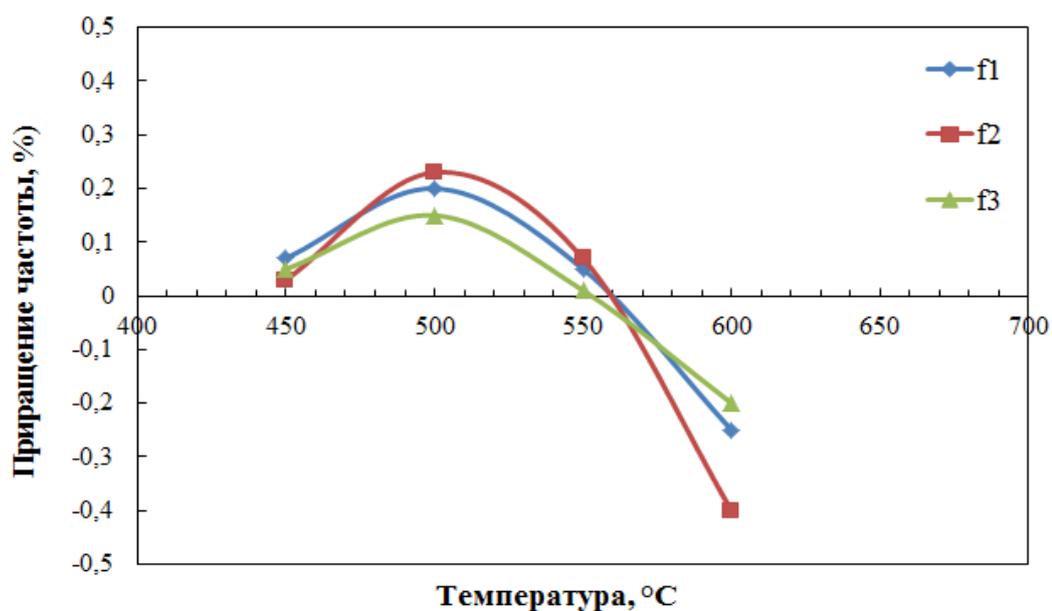
После ионного азотирования в НСДР (рис. 4.6) при 450°C формируются небольшие по величине поверхностные остаточные напряжения сжатия (или близкие нулевые). После обработки при температуре 600°C на поверхности образцов сформировались растягивающие напряжения.

Помимо описанных ранее методов, был проведен анализ остаточных напряжений с использованием метода свободных колебаний - древнего метода неразрушающего контроля (согласно ГОСТ Р 56542-2019). Этот метод не предназначен для измерения точного значения остаточных напряжений, а скорее для быстрого контроля результатов операций поверхностного упрочнения, таких как ионная имплантация, азотирование или наклеп, а также для контроля снятия остаточных напряжений после отжига. Известно, что в твердом теле поверхностные остаточные напряжения уравновешены напряжениями внутренних слоев, но, учитывая, что при изгибных колебаниях основную нагрузку испытывают наружные слои и именно ПОН должны оказывать влияние на частоты свободных колебаний.

Описанный метод основан на взаимосвязи частоты свободных колебаний с напряженным состоянием материала (эффект струны) и является не разрушающим и интегральным. Для анализа собственных колебаний титановых образцов были выделены 3 основные частоты:  $f_1$ ,  $f_2$  и  $f_3$ , которые качественно коррелируют между собой. Первая частота  $f_1$  находится около 2400 Гц, вторая частота  $f_2$  находится около 4200 Гц, третья частота  $f_3$  находится около 7800 Гц. Азотирование при температурах 450 и 500°C приводит к положительному приращению частот. При подходе к температуре 550 °C монотонность зависимости нарушается и при 600°C наблюдается отрицательный эффект. Увеличение времени азотирования до трех часов усиливает эффект повышения частот на восходящей стадии, а повторение полученной закономерности доказывает ее физическую объективность.



а)



б)

Рисунок 4.7 - Зависимость величины относительного приращения частот от температуры азотирования с выдержкой: а)  $t=1$ ч час; б)  $t=3$ ч

Азотирование при температурах 450 и 500°C способствует к положительному приращению частот. При приближении к температуре 550°C монотонность зависимости нарушается и при 600°C наблюдается отрицательный эффект. Увеличение времени азотирования до трех часов

усиливает эффект повышения частот на восходящей стадии, а повторение полученной закономерности доказывает ее физическую объективность.

Повышение частот свободных колебаний можно ассоциировать с возникновением, в результате ионного азотирования, остаточных напряжений сжатия на поверхности образцов. Напротив, поверхностные остаточные напряжения растяжения сжимают образец, вызывая снижение частот свободных колебаний.

Таким образом, полученные зависимости показывают, что в области температуры  $550^{\circ}\text{C}$  происходит смена знака остаточных напряжений, несмотря на монотонную зависимость микротвердости.

Эффект смены знака остаточных напряжений при бóльших температурах, вероятно, связан появлением нитридов в структуре сплава, удельный объем которых существенно меньше, чем альфа-раствора азота. Их появление будет стягивать решетку, создавая в ней напряжения растяжения.

Представленные здесь зависимости носят качественный характер, но и они вполне пригодны для неразрушающего контроля результатов модифицирования в экспресс варианте.

#### **4.3 Выводы по главе 4**

Установлено, что после низкотемпературного ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на поверхности формируются растягивающие остаточные напряжения, а после обработки в тлеющем разряде – сжимающие. При этом температура азотирования влияет на знак и величину поверхностных остаточных напряжений.

## **ГЛАВА V .ТЕХНОЛОГИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ИМИТАТОРА МОНОКОЛЕСА КОМПРЕССОРА ГТД В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ**

В настоящее время производство газотурбинных двигателей (ГТД) является одной из быстро развивающихся отраслей промышленности, несмотря на их высокое техническое совершенство. ГТД используются для создания стационарных газотурбинных установок, приводов для наземного и водного транспорта, а также для генерации электроэнергии. Сегодня уже необходимо разрабатывать новое поколение двигателей с улучшенными физико-механическими характеристиками.

Лопатки компрессора являются самыми распространенными титановыми деталями газотурбинных двигателей. Они являются одним из ключевых элементов, определяющих долговечность и надежность работы авиационных двигателей. Современные ГТД все чаще используют моноколеса - блиски вместо традиционных дисков с лопатками. Это позволяет сделать двигатели более компактными, легкими и удобными в эксплуатации, а также повысить их надежность и долговечность [58, 59].

Моноколеса и блиски используются при создании высоконагруженных реактивных двигателей для военных и гражданских авиационных целей, таких как ПД-14, Pratt&Whitney F119, Pratt&Whitney F135. Для изготовления этих моноколес в основном используются титановые сплавы, включая BT3-1, BT5-1, BT-6, BT-8, BT-25.

Усталостная прочность играет ключевую роль в работе лопаток компрессоров двигателей, поскольку большинство случаев их поломок вызваны усталостью материала. Как известно [125], усталостная прочность зависит от многих факторов и, в частности, от характера макро- и микроструктуры, качества обработки поверхности (чистота поверхности),

поверхностного упрочнения, величины и характера остаточных напряжений, а также режимов термической и термомеханической обработки.

Непрерывное повышение уровня механической нагруженности основных деталей двигателей нового поколения и усложнение их геометрии требует дальнейшего развития технологии отделочно-упрочняющей обработки поверхностей [60].

При изготовлении ГТД в массовом производстве, особенно в отношении рабочих и направляющих лопаток компрессора, часто используются методы ионной имплантации и процесс ППД.

Использование ионной имплантации на лопатках направлено на повышение усталостной прочности, устойчивости к капельной эрозии и фреттинг-износу. Однако применение этой технологии к моноколесам ГТД представляется сложным из-за трудностей обработки теневых областей.

При использовании ППД на лопатках моноколеса возникают негативные аспекты, такие как изменение микрогеометрии лопаток, неравномерная обработка и перенаклеп поверхности. Негативная роль наклепа поверхностного слоя в работе [60] определяется значительными местными градиентами остаточных напряжений, приводящими к снижению несущей способности детали при переменных нагрузках в условиях умеренно-повышенных температур. Авторы исследования отмечают, что применение комбинированного упрочнения и увеличение микротвердости поверхностного слоя не рекомендуется для тонкостенных деталей из-за наличия растягивающих напряжений в сердцевине и дисбаланса в состоянии поверхностного слоя [60].

Из-за сложной формы и больших размеров, модификация поверхности моноколеса ГТД является технологически сложной задачей, которую необходимо выполнять равномерно.

Метод ионного азотирования представляется перспективным технологическим способом модифицирования поверхностного слоя деталей ответственного назначения.

Применение процесса низкотемпературного ионного азотирования является перспективным технологическим способом для модификации поверхностного слоя деталей, предназначенных для работы в условиях повышенной ответственности.

### **5.1 Результаты обработки опытной партии лопаток из титанового сплава ВТ6 по отработанным режимам в тлеющем разряде и в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде**

Характеристики модифицированного слоя деталей определяются основными параметрами технологии ионного азотирования: напряжением между электродами, составом и давлением рабочего газа, рабочей температурой и временем обработки.

Азотирование осуществляется в два этапа:

- 1 – удаление загрязнений с поверхности (ионная очистка);
- 2 – процесс азотирования (насыщение поверхности азотом).

Благодаря регулированию электрических и вакуумных характеристик разряда производится нагрев поверхности обрабатываемой детали до температуры насыщения.

Для проверки эффективности различных методов ионного азотирования были проведены испытания на образцах лопаток из сплава ВТ6. Одни образцы обрабатывались в плазме тлеющего разряда, другие - в сильноточном дуговом разряде для сравнительного анализа. Режим азотирования для деталей определялся после изучения результатов на пластинах. При использовании низкотемпературного ионного азотирования не наблюдается ухудшения свойств деталей, а также практически отсутствуют микродеформации изделий.

По результатам исследования был выбран наилучший режим с температурой нагрева  $T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , поскольку образцы, обработанные при этой температуре, продемонстрировали положительные результаты исследования.

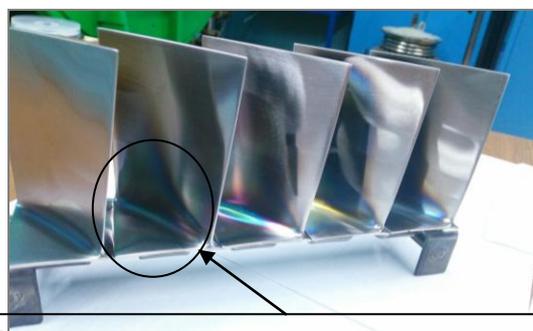
Для имитации моноколеса ГТД образцы-лопатки были собраны в специальную оснастку в количестве 5 штук для имитации сектора моноколеса ГТД. Фотографии сектора имитатора моноколеса после низкотемпературного ионного азотирования при температуре  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа представлены ниже.



а)



а)



Зона перекрытия в межлопаточном пространстве

в)

Рисунок 5.1 - Фотографии образцов-лопаток из титанового сплава ВТ6: а) до азотирования; б) после азотирования в ТР; в) после азотирования в НСДР

После низкотемпературного ионного азотирования в плазме тлеющего разряда образцы лопаток (имитатор сектора моноколеса) приобрели равномерный золотистый цвет.

После ионного азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде на имитаторе сектора моноколеса компрессора ГТД было выявлено следующее: на образцах-лопатках возникает неоднородность - цвета побежалости.

При азотировании в НСДР из-за минимального расстояния между азотируемыми изделиями (межлопаточное пространство) образуется зона перекрытия (ЗП). В области ЗП затруднено проникновение ионов к поверхности детали. Электроны застревают в межлопаточном пространстве и начинают интенсивно колебаться, что приводит к и локальному повышению температуры (в результате чего возникают цвета побежалости в зоне перекрытия).

На образцах лопаток проведены усталостные испытания после низкотемпературного ионного азотирования, результаты которых представлены на рис. 5.2.

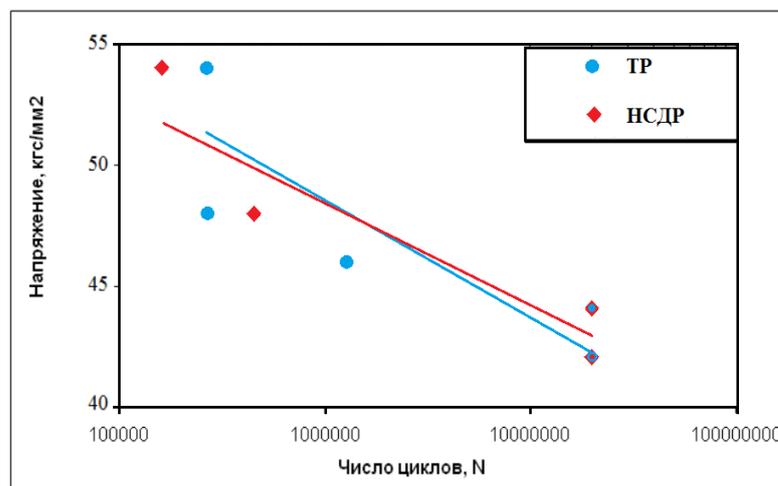


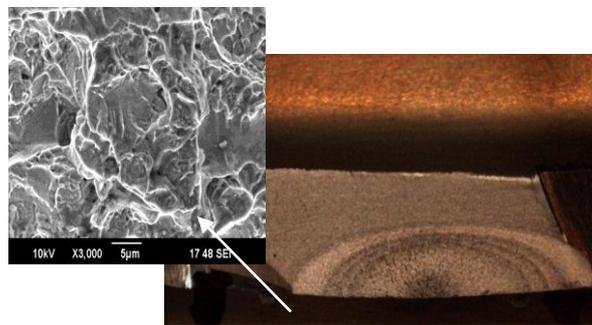
Рисунок 5.2 - Результаты усталостных испытаний на образцах-лопатках из титанового сплава ВТ6

Из результатов усталостных испытаний, представленным на рис.5.2, можно сделать вывод о том, что предел выносливости образцов-лопаток из титанового сплава ВТ6, подвергнутых обработке в НСДР, составляет 40

кгс/мм<sup>2</sup>; после обработки в ТР предел выносливости лопаток находится на уровне 42 кгс/мм<sup>2</sup>.

Таким образом, результаты усталостных испытаний образцов-лопаток, обработанных методами ионного модифицирования в плазме несамостоятельного сильноточного дугового разряда, а также в плазме тлеющего разряда, находятся на одном уровне и соответствуют статистическим результатам испытаний данных лопаток в производстве.

После усталостных испытаний была произведена оценка изломов разрушенных лопаток (рис.5.3)



а)

Рисунок 5.3 - Фотографии изломов разрушенных образцов-лопаток

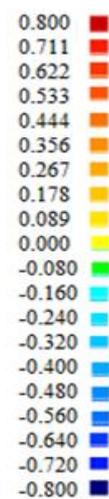
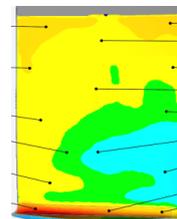
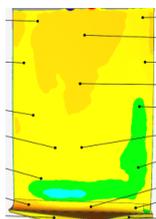
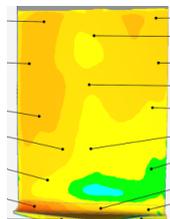
Характер разрушения на всех образцах-лопатках является вязким. Изломы обладают усталостным характером и имеют определенные признаки: наличие места разрушения, стадии стабильного роста усталостной трещины и стадии ускоренного роста трещины; никаких включений в изломах не наблюдается. На поверхности изломов можно увидеть концентрические волны усталости, что указывает на постепенное развитие трещины поэтапно.

Геометрия лопаток компрессора имеет значительное воздействие на работу газотурбинного двигателя. Исследование геометрических параметров лопаток до и после обработки проводилось с использованием оптической координатно-измерительной установки. ATOS (Advanced Topometric Sensor).

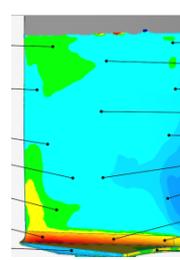
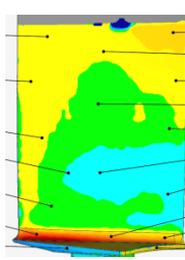
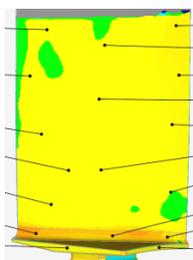
Исходное  
состояние

После ионного  
азотирования

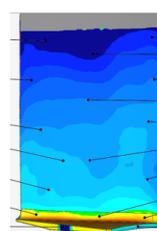
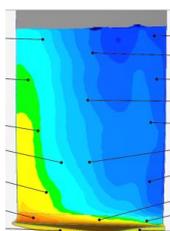
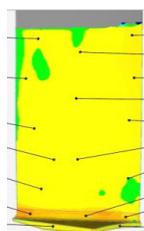
После усталостных  
испытаний



После ИА в ТР ( $T=450^{\circ}\text{C}$ ;  $t=1\text{ч.}$ ) – изменения в пределах 0,05-0,1 мм.



После ИА в НСДР ( $T=450^{\circ}\text{C}$ ;  $t=1\text{ч.}$ ) – изменения в пределах 0,1 мм.



После ИА в ТР ( $T=600^{\circ}\text{C}$ ;  $t=1\text{ч.}$ ) – изменения в пределах 0,6-0,7 мм.

Рисунок 5.4 - Геометрические параметры образцов-лопаток: а) ВТб

Геометрические параметры образцов-лопаток после низкотемпературного ионного азотирования при температуре  $T=450\text{ }^{\circ}\text{C}$  как в НСДР, так и в ТР не претерпели значительных изменений. Небольшие изменения размеров находятся в пределах погрешности (от 0,1 до 0,3 мм).

Для сравнения на образце лопатки из титанового сплава ВТ6, проазотированной в ТР при температуре  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$  наблюдаются максимальные отклонения геометрических параметров (до 0,7 мм).

Максимальное изменение значений геометрических размеров после усталостных испытаний составило 0,3 мм.

После низкотемпературного ионного азотирования на образцах-лопатках был произведен замер микротвердости по глубине модифицированного слоя. Для анализа микротвердости образцов-лопаток из титанового сплава ВТ6 были вырезаны образцы из пера лопаток: 1-й образец из лопатки, обработанной в тлеющем разряде, 2-ой и 3-й образцы (разные зоны) – из лопатки, обработанной в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде (рисунок 5.5).

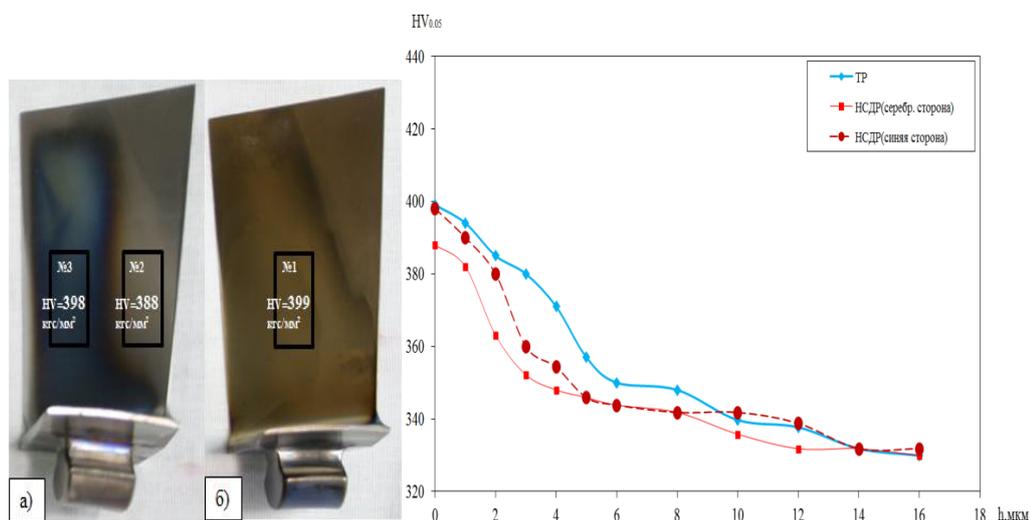


Рисунок 5.5 - Распределение микротвердости по глубине поверхностного слоя после ионного азотирования

Анализ результатов показал, что микротвердость поверхности образцов составляет 388-399 кгс/мм<sup>2</sup>, сердцевины – около 330 кгс/мм<sup>2</sup>. Прирост микротвердости составил 11,2-13,3%. Глубина модифицированного слоя образца, обработанного в ТР, составила около 12 мкм, образцов, обработанных в НСДР – 12-13 мкм (серебристая сторона) и 10 мкм (синяя сторона).

После низкотемпературного ионного азотирования на образцах-лопатках был произведен замер поверхностных остаточных напряжений рентгеноструктурным методом. Замер остаточных напряжений осуществлялся на образцах, вырезанных из центральной части лопаток. Результаты замера остаточных напряжений представлены в таблице 5.1.

Таблица 5.1. Результаты поверхностных остаточных напряжений после ионного азотирования

Вид обработки	Значения ПОН, $\sigma$ (МПа)		
	вх.кромка	$\sigma_{max}$	вых.кромка
ИА в НСДР ( $T=450^{\circ}C$ ; $t=1ч.$ )	+1	-11	-30
ИА в ТР ( $T=450^{\circ}C$ ; $t=1ч.$ )	-191	-196	-194

Таким образом, представленные результаты коррелируют с исследованиями, проведенными на образцах.

Из данных, представленных в таблице 5.1, становится очевидно, что ионное азотирование в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде приводит к возникновению небольших сжимающих или даже близких к нулю остаточных напряжений на поверхности лопаток. Эти напряжения могут способствовать ускоренному образованию и распространению трещин. Полученные данные указывают на то, что в процессе азотирования в НСДР происходит неравномерный нагрев поверхности лопаток, что приводит к локальному повышению температуры и, следовательно, формированию нежелательных остаточных напряжений на поверхности.

После проведения ионного азотирования в тлеющем разряде на поверхности лопаток образцов возникают сжимающие напряжения, достигающие 200 МПа.

Следовательно, полученные данные совпадают с результатами исследований, проведенных на образцах.

## **5.2 Технологический процесс низкотемпературного ионного азотирования имитатора моноколеса компрессора ГТД в тлеющем разряде**

Из представленных результатов видно, что недостатком азотирования в несамостоятельном сильноточном дуговом разряде является неоднородность плазмы, которая требует использования специализированной оснастки и дополнительного механизма вращения изделий. Кроме того, этот процесс характеризуется направленным потоком ионов, что усложняет обработку сложнопрофильных изделий. Для формирования сжимающих остаточных напряжений на лопатках моноколес и блисков рекомендуется использование низкотемпературного ионного азотирования в плазме тлеющего разряда.

В рамках работы был разработан технологический процесс (ТП) низкотемпературного ионного азотирования имитатора моноколеса компрессора ГТД из титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде, который включает в себя несколько основных этапов:

- подготовка оснастки и обрабатываемых деталей, а также их обезжиривание;
- сборка деталей в оснастку и загрузка в рабочую камеру;
- откачка из рабочей камеры воздуха
- ионная очистка деталей и оснастки;
- процесс проведения низкотемпературного ионного азотирования в ТР.
- охлаждение деталей в вакууме

Детали на участок азотирования поступают с окончательными размерами, так как последующая операция шлифования не допускается.

Подготовка к работе включает очистку электрокорундом и удаление жировых загрязнений. Для этого применяются органические растворители, такие как бензин, нефрас или технический ацетон марок «Ч», «ХЧ», «ЧДА» (в соответствии со стандартом ГОСТ 2603-79). Все последующие этапы обработки деталей осуществляются в хлопчатобумажных перчатках (по стандарту ГОСТ 5007-87).

После загрузки деталей в рабочую камеру она герметизируется, затем производится откачивание воздуха до давления 6-8 Па. Далее производится заполнение камеры инертным газом (аргоном) до давления 1000 Па. Ионная очистка проводится в течение 15-20 минут при напряжении 700 В и давлении 15-20 Па в аргоновой среде. Температура поверхности образцов или деталей в процессе катодного распыления не должна превышать 350°C.

Низкотемпературное ионное азотирование в ТР осуществляется в газовой смеси, состоящей из 15% N<sub>2</sub> и 85% Ar при давлении 150 Па. Длительность процесса составляет  $t=1\text{ час}$ . В ходе азотирования температура поверхности детали колеблется в пределах 450-500°C. Блок-схема ТП низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде представлена на рисунке 5.6.

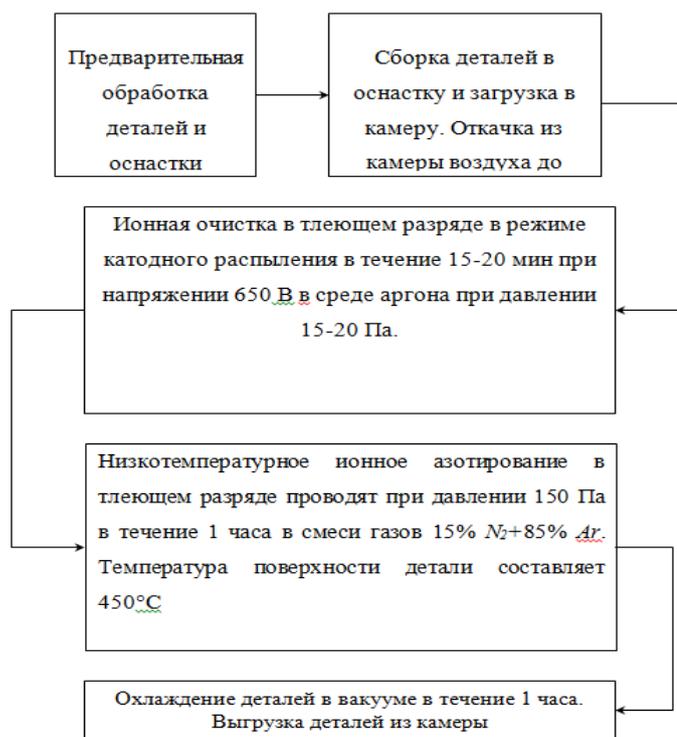


Рисунок 5.6 - Блок-схема технологического процесса низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде

Для оценки влияния предварительной обработки и низкотемпературного ионного азотирования на формирование сжимающих остаточных напряжений проведены экспериментальные работы на усталостных образцах (рис.5.7).

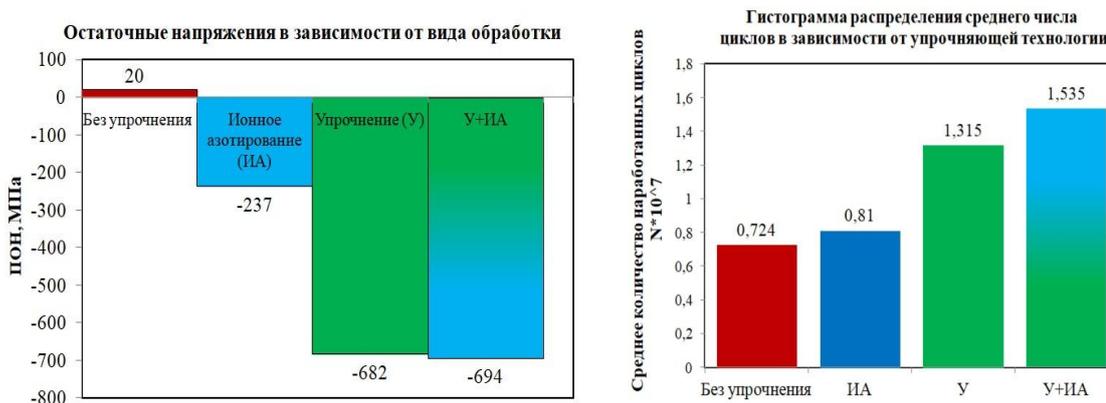


Рисунок 5.7 - Результаты замера ПОН и усталостных испытаний после различных методов обработки

Из представленных результатов видно, что после ионного азотирования сформировались сжимающие остаточные напряжения величиной -237 МПа, после ППД величина сжимающих напряжений составила -682 МПа, после комбинированной обработки – -694 МПа. Важно отметить, что низкотемпературное ионное азотирование в тлеющем разряде по рекомендованной технологии не приводит к релаксации напряжений, предварительно наведенных ППД. Усталостная прочность после низкотемпературного ионного азотирования увеличилась на ~ 10%.

В рамках работы предложена и рекомендована для использованию НПА «Технопарк АТ» опытная технология низкотемпературного ионного азотирования имитатора моноколеса компрессора ГТД в тлеющем разряде из титанового сплава ВТ6, которая обеспечивает формирование в поверхностном слое сжимающих остаточных напряжений (Приложение А).

### 5.3 Выводы по главе 5

1. Усталостная прочность лопаток после низкотемпературного ионного азотирования составила 42 кгс/мм<sup>2</sup> (420 МПа)
2. Установлено, что наиболее предпочтительным для обработки лопаток моноколес и блисков, с целью равномерной обработки поверхности и формирования сжимающих остаточных напряжений является процесс низкотемпературного ионного азотирования в плазме тлеющего разряда.
3. Получен акт об использовании результатов диссертационной работы, в котором отмечено, что полученные результаты могут быть использованы при изготовлении сложнопрофильных деталей типа «моноколесо ГТД».

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Показано, что увеличение температуры азотирования с 450 до 600°C приводит к увеличению глубины азотированного слоя с 8 до 30 мкм. Увеличение длительности ионного азотирования с  $t=1$ ч. до  $t=3$ ч. приводит к двукратному росту модифицированного слоя. Показано, что азотирование при температуре 450 и 550°C не приводит к изменению микроструктурных параметров образцов, а при температуре 600°C наблюдается укрупнение отдельных кристаллитов, обусловленное процессами рекристаллизации. Представлено, что после ионного низкотемпературного ионного азотирования как при 450°C, так и при 600°C на поверхности всех образцов помимо пиков интенсивности, соответствующих  $\alpha$ - и  $\beta$ - фазам сплава ВТ6, также наблюдаются фазы на основе нитрида титана. При относительно низких температурах ( $T=450-500$  °C) наблюдается смещение пиков интенсивности  $\alpha$ -Ti, что свидетельствует о наличии альфа-раствора азота и формировании остаточных напряжений в поверхностном слое.

2. Установлено, что, несмотря на монотонную зависимость микротвердости, после низкотемпературного ионного азотирования формируются как сжимающие, так и растягивающие остаточные напряжения на поверхности образцов. Установлено, что на формирование остаточных напряжений в поверхностном слое существенное влияние оказывает температура обработки. Показано, что ионное азотирование в НСДР в интервале температур 450-600°C приводит к увеличению величины растягивающих напряжений с 48 до 122 МПа. На поверхности образцов, обработанных в ТР, возникают сжимающие напряжения. Причем уменьшение температуры и времени выдержки обработки приводит к росту величины сжимающих остаточных напряжений и составляет -232 МПа. Эффект смены знаков при температурах 550-600°C объясняется появлением нитридов в структуре, удельный объем которых меньше, чем альфа-раствора азота. Образование нитридов в структуре титановых сплавов приводит к

стягиванию решетки и созданию в ней поверхностных остаточных напряжений растяжения.

3. Показано, что предел выносливости образцов лопаток, обработанных в НСДР, составляет 400 МПа, а в ТР – 420 МПа (на базе  $2 \cdot 10^7$  циклов). Установлено, что после ионного азотирования в НСДР на поверхности образцов лопаток наблюдается разброс значений ПОН на кромках и в центральной части образцов лопаток в результате неравномерной обработки поверхности. После обработки в ТР разброса значений ПОН не наблюдается.

4. Разработана опытная технология низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей (имитатора моноколеса) из титанового сплава ВТ6, обеспечивающая формирование в поверхностном слое требуемой величины сжимающих остаточных напряжений. Представлена методика неразрушающего контроля поверхностных остаточных напряжений.

**СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ**

1. Bo Li, etc. Friction-Stir Nitriding of Titanium Alloy Surface Layer. *Materials and Manufacturing Processes*, 29: 493–497, 2014.
2. Borowski T. et al. Modifying the properties of the Inconel 625 nickel alloy by glow discharge assisted nitriding // *Vacuum*. – 2009. – Т. 83. – №. 12. – С. 1489-1493.
3. Bekir S. Yllbas, Ahmet Z. Sahin, Ahmed Z. Al-Garni, Syed A.M. Said, Zaki Ahmed, B.J. Abdulaleem, Muhammad Sami. Plasma nitriding of Ti-6Al-4V alloy to improve some tribological properties // *Surface and coating technology*. 1996. pp. 287-292.
4. Buchanan R.A., Rigney, Jr. E.D., Williams J.M. Ion Implantation of surgical Ti-6Al-4V for improved resistance to wear-accelerated corrosion // *Journal of Biomedical Materials Research*, 1987, Vol. 21, P. 355-366/
5. Budilov V. V., Ramazanov K. N. and Ramazanov I. S. Ion nitriding of titanium alloy VT6 in glow discharge with hollow cathode effect // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2015. – Vol. 57. – pp. 36-39.
6. Dong H. S-phase surface engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr alloys // *International Materials Reviews*. – 2010. – Т. 55. – №. 2. – С. 65-98.
7. Fatigue Properties of Nitrided Alloy 718 at Elevated Temperature / Kawagoishi N., Ohkubo A., Yoshimi S., Yamane K., Morino K. // *Structural Longevity*. – 2010. – Т. 3. – No. 3. – С. 191-199.
8. Kasukabe Y., Ootubo J., Takeda S. et. al. Epitaxy of titanium nitride thin films grown by nitrogen implantation // *Thin Solid Films*. - 1996. - Vol.281-282. P.32-35.
9. Korshunov L.G., Chernenko N.L. Effect of severe plastic deformation on the structure, microhardness, and wear resistance of the surface layer of titanium subjected to gas nitriding *The Physics of Metals and Metallography*. 2014. T. 115. № 10. C. 1027-1036.

10. K. Farokhzadeh, J. Qian, and A. Edrissy, "Effect of SPD surface layer on plasma nitriding of Ti-6Al-4V alloy," *Materials Science and Engineering A*, vol. 589, pp. 199–208, 2014.
11. Leroy C. et al. Plasma assisted nitriding of Inconel 690 // *Surface and Coatings Technology*. – 2001. – T. 142. – C. 241-247.
12. Low-temperature plasma nitriding of titanium layer on Ti/Al clad sheet / J. Sun [etal.] // *Materials and Design*. - 2013. - Vol. 47. - P. 408-415.
13. Nanostructure formation mechanism of  $\alpha$ -titanium using SMAT / K.Y. Zhu [et al.] // *Acta Materialia*. – 2004. – Vol. 52. – P. 4101–4110.
14. Makishi T., Nakata K. Surface hardening of nickel alloys by means of plasma nitriding // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2004. – T. 35. – №. 1. – C. 227-238
15. Microstructure and residual stresses of a plasma-nitrided M2 tool steel A. da Silva Rocha, T. Strohaecker, V. Tomala, T. Hirsch / *Surface and Coatings Technology* 115. (1999) 24-31.
16. Sudha C. et al. Nitriding kinetics of Inconel 600 // *Surface and Coatings Technology*. – 2013. – T. 226. – C. 92-99.
17. Titanium Nitrogen Phase Diagram and Diffusion Phenomenal, E.Etchessahar., I.P. Bars., J. Debuigne.// *Proe. 5-th., Int. Conf. on Titanium, Titanium science and teehnology*. Munich, 1984, V.3., p. 1423-140.
18. Totten G. E. (ed.). *Handbook of residual stress and deformation of steel*. – ASM international, 2002.
19. Vershinin, D.S. Study of gas-mixture composition influence on structure and properties of titanium alloy VT6 at low-temperature nitriding / D.S. Vershinin, M.Yu. Smolyakova. Belgorod State University // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. - 2012. - Vol.6, No.1.- P. 159-164.

20. Xue L., Islam M., Koul A.K., Bibby M., Wallace W. Laser Gas Nitriding of Ti-6Al-4V Part 1: Optimization of the Process // *Advanced Performance Materials*. -1997.-№4.-P.25-47.
21. Xue L., Islam M., Koul A.K., Bibby M., Wallace W. Laser Gas Nitriding of Ti-6Al-4V Part 2: Characteristics of Nitrided Layers // *Advanced Performance Materials*. -1997.-№4.-P.389-408.
22. Yilbas B.S., Shuja S.Z. Laser treatment and PVD TiN coating of Ti-6Al-4V alloy // *Surface and Coating Technology* 130 (2000). P. 152-157.
23. Yu-dong F.U, etc. Properties and microstructure of Ti6Al4V by deformation accelerated low temperature plasma nitriding. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 26(2016) 2609–2616.
24. Zharebtsov S.V., Salishchev G.A., Galeyev R.M. et al., Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by warm severe deformation processing. *Scripta Mater.*, 2004, V. 51, P. 1147-1151.
25. Агзамов Р.Д., Киреев Р.М., Зарипов Р.А., Галиев В.Э, Шехтман С.Р. Лабораторный практикум по дисциплине «Теоретические основы обработки КПЭ» / УГАТУ – Уфа, 2008. – 67 с.
26. Аксёнов И.И. , Аксёнов Д.С. Физические аспекты вакуумно-дугового осаждения покрытий // *East european journal of physics*. 2014. Vol. 1, № 3. С. 22-39.
27. Андреев А.А. Вакуумно-дуговое модифицирование поверхности стальных изделий // *ФИП*, 2007, т. 5. № 3. С. 140 - 148.
28. Андреев А.А. Азотирование сталей в газовом дуговом разряде низкого давления / А.А. Андреев, В.М. Шулаев, Л.П. Саблев // *ФИП*. - 2006. - Т. 4. - В. 3 - 4. - С. 191 - 197.
29. Арзамасов Б.Н. Химико-термическая обработка металлов в активизированных газовых средах. М.:Машиностроение, 1979. – 224 с.

30. Арзамасов Б.Н., Братухин А.Г., Елисеев Ю.С., Панайоти Т.А. Ионная химико-термическая обработка сплавов. М.: Изд-во МВТУ им Баумана, 1999, 400 с.
31. Арзамасов В.Н., Громов В.И., Сосков М.Д. Влияние режимов ионного азотирования на структуру и свойства титановых сплавов // МиТОМ. 1996. №5. С. 26-28.
32. Ахмадеев Ю.Х., Гончаренко И.М., Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Азотирование технически чистого титана в тлеющем разряде с полым катодом // Письма в Журнал технической физики. 2005. Т. 31. № 13. С. 24-30.
33. Ахмадеев Ю.Х., Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н. и др. Азотирование титана VT1-0 в несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления в различных газовых средах // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2008. №2. с.108-112.
34. Белоус В.А., Носов Г.И., Клименко И.О. Упрочнение титановых сплавов ионно-плазменным азотированием // ВАНТ. 2017. №5 (111). С. 73-82.
35. Бережницкая М.Ф., Тихонов А.К., Богданова И.В. Влияние режимов комплексной химико-термической обработки на распределение остаточных напряжений // Физ.-хим. мех. матер. 1992. 28. №1. С. 116-118.
36. Борисенок Г.В., Васильев Л.А., Ворошнин Л.Г. и др. Химико-термическая обработка металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1981. 424 с.
37. Братушка С.Н., Маликов Л.В. Ионно-плазменная модификация титановых сплавов // Вопросы атомной науки и техники. 2011. №6, с. 126-140.
38. Будилов В.В., Агзамов Р.Д., Рамазанов К.Н. Исследование и разработка методов химико-термической обработки на основе структурно фазового модифицирования поверхности деталей сильноточными разрядами в вакууме // Вестник УГАТУ, 2007. Т.9, №1(19). С. 140-149.

39. Будилов В.В., Агзамов Р.Д., Рамазанов К.Н. Технология ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом // МиТОМ. 2007. № 7. с. 25–29.
40. Будилов В.В., Агзамов Р.Д., Рамазанов К.Н., Рамазанов И.С. Технология ионного азотирования титанового сплава ВТ6 с применением эффекта полого катода // Упрочняющие технологии и покрытия. 2014. 8(116). С. 37-39.
41. 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.
42. Будилов В.В., Рамазанов К.Н., Рамазанов И.С. Ионное азотирование титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде с эффектом полого катода. // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2015. – № 1 (715). – С. 34-37.
43. Буркин, С.П. Остаточные напряжения в металлопродукции: учебное пособие / С.П. Буркин, Г.В. Шимов, Е.А. Андрюкова. — Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2015. — 248 с.
44. Вершинин Д.С., Вершинина Т.Н., Колобов Ю.Р. и др. Низкотемпературное азотирование титана и его сплавов в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления // 8-я международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом», 23-25 сентября 2009 г., Минск, Беларусь. С. 160-162.
45. Вершинин Д.С., Смолякова М.Ю. Влияние структурно фазового состава на свойства титановых сплавов при низкотемпературном азотировании в смеси газов. // Материалы 9-ой международной конференции «Взаимодействие излучений с твердым телом», Минск, 2011.
46. Вершинин Д.С., Смолякова М.Ю. Низкотемпературное азотирование титана в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления. // Физика и химия обработки материалов. 2011, №5, с.15-20.

47. Вершинин Д.С., Смолякова М.Ю. Исследование влияния состава газовой смеси при низкотемпературном азотировании на структуру и свойства титанового сплава ВТ6 // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, №2, с. 68-73.

48. Гаврилов Н.В., Мамаев А.С. Низкотемпературное азотирование титана в плазме низкоэнергетического электронного пучка // Письма в ЖТФ, 2009, т. 35, №15. С. 57-64.

49. Горынин И.В. Чечулин Б.Б. Титан в машиностроении М.:Машиностроение, 1990. 400 с.

50. ГОСТ 19807-91. Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки. Введен в действие 30.06.1992, взамен ГОСТ 19807-74, Москва; Изд-во стандартов, 1991, - 6 с.

51. Григорьянц А.Г., Сафонов А.Н., «Лазерная техника и технология» Кн. 3 Методы лазерной обработки. М.: Высшая школа, 1987, 191 с.

52. Григорьянц А.Г., Шиганов И.Н., Мисюрлов А.И. Технологические процессы лазерной обработки: Учеб. пособие для вузов / Под ред. А.Г. Григорьянца. – М: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2006, - 664 с.

53. Гриценко Б.П., Коваль Н.Н. и др. Повышение износостойкости технически чистого титана ВТ1-0ми сплава ВТ6 // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2011. Т.13, №4 (3). С. 1009-1013.

54. Дж. М. Поута и др. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронами пучками. М.: Машиностроение, 1987. 424 с.

55. Елисеев Ю.С., Крымов В.В., Митрофанов А.А. и др. Физико-химические методы обработки в производстве газотурбинных двигателей: Учеб. Пособие / Ю.С. Елисеев, В.В. Крымов, А.А. Митрофанов и др.; под ред. Б.П. Саушкина. – М.: Дрофа, 2002. – 656 с.

56. Ильин А.А. и др. Материаловедческие и технологические особенности проектирования изделий из титановых сплавов для

онкологической ортопедии / «МАТИ» - Российский государственный технологический университет им. К.Э. Циолковского. С. 392-396.

57. Ильин А.А., Федирко В.Н., Мамонов А.М., Сарычев С.М., Чернышова Ю.В. Влияние комплексных технологий обработки на структурное состояние поверхности и эксплуатационные свойства медицинских имплантатов из титанового сплава ВТ6 // Титан. 2014. 4(460). С.4-11.

58. Интернет-ресурс: <http://salut.ru/>

59. Интернет-ресурс: <http://www.avid.ru/>

60. Качан А.Я., Богуслаев А.В., Павленко Д.В., Мозговой С.В. Отделочно-упрочняющие технологии обработки лопаток моноколес современных газотурбинных двигателей // Вестник двигателестроения. 2010. №1. С. 81-90.

61. 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.

62. Ковалевская Ж.Г., Клименов В.А. и др. Исследование износостойкости стали, упрочненной высокоэнергетическими воздействиями // Физическая механика 9. 2006. с. 153-156.

63. Коваль Н.Н. и др. Влияние состава плазмообразующего газа на процесс азотирования в несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом большого размера // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, №2, с. 62-67.

64. Козлов А.А. Азотный потенциал при ионном азотировании в плазме тлеющего разряда // Наука и техника, 2015. №1. С. 79-90.

65. Колачев Б.А., Габидуллин Р.М., Пигузов Ю.В. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов. Учебное пособия для вузов. М., «Металлургия», 1992. 272 с.

66. Колачев Б.А., Елисеев Ю.С. Братухин А.Г., Талалаев В.Д. Титановые сплавы в конструкциях и производстве авиадвигателей и авиационно-космической техники / Под. ред. д-ра техн. наук, заслуженного деятеля Российской Федерации А.Г. Братухина. – М.: Изд-во МАИ, 2001. – 412 с.
67. Коновалов Д. И., Ширваньянц Г. Г. Метод ультразвукового упрочнения поверхностей узлов и деталей авиационных газотурбинных двигателей как одна из перспективных технологий в авиастроении // Молодой ученый. — 2015. — №22. — С. 141-147.
68. Корнилов И.И. Титан. Источники, составы, свойства, металлохимия и применение. М.: Наука, 1975.
69. Коршунов Л.Г., Макаров А.В., Черненко Н.Л. Нанокристаллические структуры трения в сталях и сплавах, их прочностные и трибологические свойства // Развитие идей академика В.Д. Садовского: сб. тр. – Екатеринбург, 2008. – С. 218–241.
70. Коршунов Л.Г., Черненко Н.Л. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру, микротвердость и износостойкость поверхностного слоя титана, подвергнутого газовому азотированию // Физика металлов и металловедение. 2014. Т.115, №10, с. 1090-1099.
71. Коршунов Л.Г., Черненко Н.Л. Влияние фрикционной обработки на структуру и износостойкость поверхностного слоя титана VT1-0, подвергнутого азотированию // Вестник ПНИПУ. 2014. Т.16, №4. С. 31-48.
72. Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико-термическая обработка металлов. Учебное пособие для вузов. М.: Metallurgy, 1985. 256 с.
73. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. Структура и прочность азотированных сплавов. -М.: Metallurgy, 1982. - 192 с.
74. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. и др. Теория и технология азотирования. - М.: Metallurgy, 1991. - 320 с.

75. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шапошников В. Н. Исследование процесса азотирования стали в тлеющем разряде//Электронная обработка материалов. 1976, № 5, С. 15-18.

76. Линник С.А., Гайдайчук А.В., Шаманин И.В. Источник плазмы тлеющего разряда с эффектом полого катода для модификации свойств поверхности и нанесения покрытий // Известия Томского политехнического университета. 2011. Т. 318. №2. С. 86-88.

77. Лопатин И.В., Ахмадеев Ю.Х. Азотирование образцов титановых сплавов в плазме тлеющего разряда с полым катодом // Научные ведомости БелГУ. Серия: Математика. Физика. 2011. Т. 22. №5 (100). С. 180-186.

78. Лунев А.Н., Сергеев В.В., Ильинкова Т.А., Матухнов В.М. Влияние параметров напыления детонационных покрытий на сопротивление усталости сплава ВТ8 // Авиационная техника. 2000. № 1. С.71-74.

79. Лясников В.Н., Муктаров О.Д. Исследование влияния ионной имплантации азота при создании наномодифицированной поверхности титановых дентальных имплантов // Вестник СГТУ. 2012. №2 (66). С. 97-103.

80. Максимович Г.Г., Федирко В.Н., Спектор Я.И., Пичугин А.Т. Термическая обработка титановых и алюминиевых сплавов в вакууме и инертных средах. – Киев: Наук. думка, 1987. с. 184.

81. Малинов С., Зечева А., Ша В. Связь микроструктуры и свойств промышленных титановых сплавов с параметрами процесса азотирования из газовой фазы // МиТОМ. 2004. № 7. с. 21–28.

82. Мамонов А.М., Скворцова С.В., Спектор В.С., Нейман А.П., Лукина Е.А., Митропольская Н.Г. Принципы построения комплексных технологических процессов производства имплантатов из титановых сплавов, включающих вакуумные ионно-плазменные нанотехнологии // Титан. 2012. 3(37). С. 28-37.

83. Мамонов А.М., Спектор В.С., Лукина Е.А., Сарычев С.М. Применение вакуумного ионно-плазменного азотирования для повышения износостойкости медицинских имплантов // Титан. 2010. №2. С 23-30.

84. Мингажев А.Д., Криони Н.К., Якупов И.Т. Способ ионно-имплантационной обработки моноколеса компрессора с лопатками из титановых сплавов. Патент РФ № 2680630, ВПК С23С, опубл. 25.02.2019.

85. Минкевич А.Н. Химико-термическая обработка металлов и сплавов. М.: Машиностроение, 1965. 465 с.

86. Морозова Е. А., Муратов В. С. Лазерное легирование никелем поверхности титана // Заготовительные производства в машиностроении 2009. №6. с. 39-44.

87. Морозова Е. А., Муратов В. С. Лазерное легирование поверхности титана медью // Успехи современного естествознания. 2009. №11, с. 71.

88. Морозова Е. А., Муратов В. С. Лазерная термическая обработка титана // Успехи современного естествознания . 2010. №3, с. 129-130.

89. Морозова Е.А., Муратов В.С. Особенности лазерной термической обработки титана // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований . 2011. №3, с. 160.

90. Мухин В.С. Расчет технологических размеров: Учебное пособие Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. – Уфа, 2003. 205 с. ISBN 5-86911-447-0

91. Мухин В.С., Киреев Р.М., Шехтман С.Р. Технология нанесения вакуумных ионно-плазменных наноструктурированных покрытий Ti-TiN // Вестник УГАТУ, 2011. Т.15, №4 (44). С. 212-214.

92. 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.

93. Мухин В.С., Смыслов А.М. Инженерия поверхности деталей машин // Вестник УГАТУ, 2009. Т.12, №4 (33). С. 106-112.
94. Неровный В.М., Перемитько В.В. Азотирование поверхности титановых сплавов дуговой плазмой низкого давления // ФХОМ. - 1995. - К23. - С.49-54.
95. Николаева Е.П., Гридасова Е.В., Герасимов В.В. Применения рентгеноструктурного анализа и шумов Баркгаузена для исследования конструкционной стали 30ХГСА после дробеструйной обработки // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2015, т.17, №2, с. 125-132.
96. Панайоти Т.А. Азотирование высокопрочных сталей и сплавов в тлеющем разряде. - М.: Машиностроение, 1989. - 40 с.
97. Панайоти Т. А. Создание максимальной насыщающей способности газовой среды при ионном азотировании сплавов // Физика и химия обработки материалов . – 2003 . – N 4 . – с. 70-78 .
98. Панайоти Т.А., Соловьев Г.В. Структура, фазовый состав и твердость азотированного титана // МиТОМ. 1992. №9. С. 34-38.
99. Панайоти Т.А., Соловьев Г.В. Ионное азотирование  $\alpha$  - и ( $\alpha + \beta$ )-сплавов титана // Вестник МГТУ. Машиностроение. 1994. №1. С.15-24.
100. Панайоти И.А., Соловьев Г.В. Ионное азотирование стареющих ( $\alpha + \beta$ )-сплавов титана // МиТОМ. 1996. №5. С.28-31.
101. Панайоти Т.А., Соловьев Г.В. Особенности диффузионных слоев при ионном азотировании  $\alpha$  - и ( $\alpha + \beta$ )-титановых сплавов в интервале температур от 500 до 1000°C // Металловедение и термическая обработка металлов. 1994. №25. С. 34-37.
102. Панин С.В., Колгачев А.Е., Почивалов Ю.И. и др. Повышение износостойкости титанового сплава ВТ6 путем наноструктурирования поверхностного слоя и последующей химико-термической обработки // Физическая механика 8. 2005. С. 101-104.

103. Пешков А.В., Селиванов В.Ф., Петренко В.Р. Азотирование и его влияние на свойства титанового сплава ВТ6 // Технология машиностроения. – 2006. - №6. – С. 31-34

104. Рамазанов К.Н. Ионное азотирование деталей ГТД в в тлеющем разряде с полым катодом // Упрочняющие технологии и покрытия. 2009. №9 (57). С. 47-51.

105. Рамазанов К.Н., Агзамов Р.Д. Технология упрочнения поверхности путем создания неоднородной структуры при азотировании в тлеющем разряде // Известия МГТУ «МАМИ» №2(12), 2011. С. 164-167.

106. Рамазанов К.Н., Ишмухаметов Д.З., Садкова Н.С. Ионное азотирование в неоднородной плазме тлеющего разряда // Вестник УГАТУ, 2011. Т.15, №3(43). С.67-71.

107. Рамазанов К.Н., Рамазанов И.С. Ионное азотирование титанового сплава ВТ6 в тлеющем разряде с эффектом полого катода // Вестник УГАТУ. 2014. Т.18, №2 (63). С. 41-46.

108. Рамазанов К.Н., Рамазанов И.С., Золотов В.В. Упрочнение поверхности титанового сплава ВТ6 в плазме повышенной плотности // Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений. С. 98-102.

109. Рамазанов К.Н., Будилов В.В., Рамазанов И.С. Повышение эксплуатационных свойств деталей из титановых сплавов в плазме повышенной плотности // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 10-3. –С. 231-234.

110. Рамазанов К.Н., Будилов В.В., Рамазанов И.С., Золотов И.В., Хусаинов Ю.Г. Способ упрочнения поверхностей деталей из титановых сплавов в вакууме. Патент № 2558320 Заявка на патент №2014120584/02; заявл. 21.05.2014; опубл. 27.07.2015, Бюл. №21 с.: ил.

111. Рамазанов К.Н., Будилов В.В., Рамазанов И.С., Золотов И.В., Хусаинов Ю.Г. Способ модификации поверхности изделий из титановых

сплавов в тлеющем разряде. Патент № 2562187 Заявка на патент №2014120585/02; заявл. 21.05.2014; опубл. 10.09.2015; Бюл. №25 с.: ил

112. Рамазанов К.Н., Будилов В.В., Рамазанов И.С., Золотов И.В., Хусаинов Ю.Г. Способ модификации поверхности изделий из титановых сплавов в вакууме Патент № 2562185 Заявка на патент № 2014120583/02; заявл. 21.05.2014; опубл. 10.09.2015; Бюл. № 25 с.: ил.

113. Рамазанов К.Н., Хайруллина И.З., Ковалевич А.А. Формирование защитно-упрочняющих покрытий на поверхности титановых сплавов методом ионного азотирования // Вестник СГТУ. 2011. №1 (53). С. 96-101.

114. Салищев Г.А., Галеев Р.М., Жеребцов С.В., Смыслов А.М., Сафин Э.В., Мышляев М.М. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микрокристаллической и субмикрокристаллической структурами. Металлы, 1999, № 6, С. 84 - 87.

115. Сафин Э.В., Малышева С.П., Щипачев А.М., Ильясова А.Х. Влияние ионной модификации поверхности на механические свойства титанового сплава ВТ6 с субмикрокристаллической и микрокристаллической структурами // Перспективные материалы 2011. С. 434-437.

116. Сафин Э.В., Смыслов А.М., Ильясова А.Х., Щипачев А.М. Анализ технологических методов упрочнения поверхности титанового сплава ВТ6 в субмикрокристаллическом состоянии // Вестник УГАТУ, 2011. Т.15, №3(43). С. 94-97.

117. Семендеева О.В., Учеваткина Н.В., Овчинников В.В. Модифицирование поверхности деталей из титановых сплавов методом ионной имплантации // Известия МГИУ. 2010. №3(20), с. 21-27.

118. Смолякова М.Ю., Вершинин Д.С. Исследование влияния состава газовой смеси при низкотемпературном азотировании на структуру и свойства титана // Перспективные материалы. 2011. №1, с. 478-482.

119. Смоляков М.Ю., Вершинин Д.С. Исследование трибологических характеристик модифицированных ионами азота слоев на титановом сплаве BT16 // Вестник ТГТУ. 2012. Т. 18. №4. С. 1062-1066.

120. Смыслов А.М., Дыбленко Ю.М и др. Новая вакуумная установка и технология комбинированной упрочняющей обработки, нанесения покрытий на детали ГТД и энергетических установок // Вестник УГАТУ. 2013. №1, с. 108-113.

121. Смыслов А.М., Смыслова М.К., Дубин А.И. О взаимосвязи релаксационной стойкости лопаток компрессора из титановых сплавов с параметрами сопротивления усталости // Вестник УГАТУ, 2012. Т.16, №1 (46). С. 24-29.

122. Смыслов А.М., Смыслова М.К., Дубин А.И. и др. Исследование влияния остаточных напряжений на сопротивление усталости лопаток газотурбинного двигателя с учетом фрактографических признаков // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2016, №1(37). С. 121-130.

123. Солонина О.П., Глазунов С.Г. Титановые сплавы. Жаропрочные титановые сплавы. «Металлургия», 1976, с. 448.

124. Спектор В.С., Лукина Е.А., Александров А.А., Шафоростов А.А. Формирование наноструктурных градиентных износостойких слоев на поверхности титановых сплавов разных классов при вакуумном ионно-плазменном азотировании // Перспективные материалы. 2010. С. 151-155.

125. Сулима А.М., Шулов В.А., Ягодкин Ю.Д. Поверхностный слой и эксплуатационные свойства деталей машин – М: Машиностроение, 1988. – 240 с. – ISBN 5-217-00060-0

126. Федоров А.А., Рыкова Е.В., Киселёва Е.С. Катодно-плазменное азотирование изделий со сложной конфигурацией поверхности // Электронный научный журнал «Научные труды КубГТУ». 2014. № 6.

127. Щанин П.М., Коваль Н.Н., Ахмадеев Ю.Х., Григорьев С.В.  
Дуговой разряд с холодным полым катодом в скрещенных электрическом и магнитном полях // Журнал технической физики. 2004. Т.74, №5. С. 24-29.

## ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А. Акт об использовании результатов диссертационной работы

Приложение Б. Копия патента на Способ низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов (РФ №2633867)

Приложение В. Копия патента на Способ создания макронеоднородной структуры на поверхности материалов (РФ №2662518)

Приложение Г. Копия патента на Способ низкотемпературного ионного азотирования стальных деталей (РФ №2664106)

Приложение Д. Копия патента на Способ низкотемпературного ионного азотирования титановых сплавов с постоянной прокачкой газовой смеси (РФ №2687616)

450026, г. Уфа, ул. Трамвайная, 5, корп. 1  
Тел./факс: (347) 284-09-32, 246-04-16  
E-mail: tpat@tp-at.ru



**ТЕХНОПАРК**  
Авиационных Технологий

Научно-производственная ассоциация

р/с: 40703810706000104558  
Башкирское отделение № 8598 ПАО Сбербанк  
к/с 3010181030000000601  
ИНН: 0273061330, БИК: 048073601  
ОКПО: 97965980, КПП: 0273 01001

## АКТ

об использовании результатов диссертационной работы

Тагирова Айнура Фиргатовича

«Влияние режимов низкотемпературного ионного азотирования на механические характеристики поверхностного слоя сложнопрофильных деталей из сплава ВТ6»

Научные результаты диссертационной работы Тагирова Айнура Фиргатовича рекомендованы к использованию в НПА «Технопарк АТ» при реализации технологического процесса низкотемпературного ионного азотирования сложнопрофильных деталей типа «моноколесо» в плазме тлеющего разряда.

Данная работа имеет важное значение для решения научно-технической проблемы – повышения прочности ответственных деталей газотурбинных двигателей. Разработанный в рамках диссертации подход к обработке поверхности титановых материалов направлен на повышение эксплуатационных свойств деталей, усталостной стойкости материала.

Результаты данного исследования успешно использованы при обработке имитатора сектора моноколеса из сплава ВТ6. В результате обработки на поверхности детали были сформированы сжимающие остаточные напряжения величиной до ~300 МПа. Проведенные испытания лопаток показали, что их усталостная прочность удовлетворяет требованиям конструкторской документации.

Низкотемпературное ионное азотирование можно рекомендовать в качестве предварительной обработки поверхности деталей под нанесение покрытия TiN с целью обеспечения высокой адгезии.

Директор



И.В. Кандаров

Исп.: Салимгареева Г.Х.  
Тел.: +7 (927)933-01-63

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2633867

### СПОСОБ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Аззамов Рашид Денисламович (RU), Тагиров Айнур Фиргатович (RU), Золотов Илья Владимирович (RU)*

Заявка № 2017100457  
 Приоритет изобретения 09 января 2017 г.  
 Дата государственной регистрации в  
 Государственном реестре изобретений  
 Российской Федерации 18 октября 2017 г.  
 Срок действия исключительного права  
 на изобретение истекает 09 января 2037 г.

Руководитель Федеральной службы  
 по интеллектуальной собственности

*Г.П. Ислюев* Г.П. Ислюев



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2662518

**СПОСОБ СОЗДАНИЯ МАКРОНЕОДНОРОДНОЙ  
СТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Агзамов Рашид Денисламович (RU), Тагиров Айнура Фиргатович (RU), Есинов Роман Сергеевич (RU)*

Заявка № 2017100460

Приоритет изобретения 09 января 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 26 июля 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 09 января 2037 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

*Г.П. Ивлиев* Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2664106

### СПОСОБ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Будилов Владимир Васильевич (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Агзамов Рашид Денисламович (RU), Хусаинов Юлдаш Гамирович (RU), Есипов Роман Сергеевич (RU), Тагиров Айнуур Фиргатович (RU)*

Заявка № 2017100450

Приоритет изобретения 09 января 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 15 августа 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 09 января 2037 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

*Г.П. Излиев* Г.П. Излиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2687616

**СПОСОБ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО  
АЗОТИРОВАНИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ С  
ПОСТОЯННОЙ ПРОКАЧКОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
"Уфимский государственный авиационный технический  
университет" (RU)*

Авторы: *см. на обороте*

Заявка № 2018112729

Приоритет изобретения 09 апреля 2018 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 15 мая 2019 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 09 апреля 2038 г.

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Г.П. Излиев*



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ


 ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(12) **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**(19) **RU** (11)**2 687 616<sup>(13)</sup> C1**(51) МПК  
C23C 8/36 (2006.01)(52) СПК  
C23C 8/36 (2013.01)

(31) (22) Заявка: 2018112729, 09.04.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
09.04.2018Дата регистрации:  
15.05.2019Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 09.04.2018

(45) Опубликовано: 15.05.2019 Бюл. № 14

Адрес для переписки:  
450008, Респ. Башкортостан, г. Уфа, ул. К.  
Маркса, 12, УГАТУ, ОИС, пат. пов. Ефремовой  
В.П., пер. N 1017

(72) Автор(ы):

 Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU),  
 Агзамов Рашид Денисламович (RU),  
 Хусайнов Юлдаш Гамирович (RU),  
 Николаев Алексей Александрович (RU),  
 Тагиров Айнур Фирганович (RU),  
 Есипов Роман Сергеевич (RU),  
 Варданян Эдуард Леонидович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

 федеральное государственное бюджетное  
 образовательное учреждение высшего  
 образования "Уфимский государственный  
 авиационный технический университет" (RU)
(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2633867 C1, 18.10.2017. RU  
2562185 C1, 21.02.2017. US 5384167 A1,  
24.01.1995. US 5334264 A1, 02.08.1994.(54) СПОСОБ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ  
С ПОСТОЯННОЙ ПРОКАЧКОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ

(57) Формула изобретения

Способ низкотемпературного ионного азотирования изделий из титановых сплавов, включающий подачу в вакуумную камеру с упомянутыми изделиями плазмообразующей газовой смеси, содержащей азот и аргон, отличающийся тем, что азотирование проводят в тлеющем разряде при температуре 400-450°C с постоянной прокачкой, при которой откачивают аргон из вакуумной камеры и одновременно подают в нее упомянутую газovou смесь для поддержания в ней давления 300 Па, при этом в качестве упомянутой газовой смеси подают газovou смесь, содержащую 20 мас. % азота и 80 мас. % аргона.