

На правах рукописи



СЛЕЗОВ СЕМЕН СЕРГЕЕВИЧ

**ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДНОЙ И ИОННО - ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА
СТРУКТУРУ И КОМПЛЕКС СВОЙСТВ ТИТАНОВОГО СПЛАВА С
ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫМ УПРОЧНЕНИЕМ**

Специальность

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат

диссертации на соискание учёной степени

кандидата технических наук

Москва, 2020 г.

Работа выполнена на кафедре «Материаловедение и технология обработки материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: – доктор технических наук, профессор
Мамонов Андрей Михайлович

Официальные оппоненты: – **Шаталов Валерий Константинович**
доктор технических наук, доцент,
Калужский филиал ФГБОУ ВО
«МГТУ имени Н.Э. Баумана»,
заведующий кафедрой

– **Полькин Владислав Игоревич**,
кандидат технических наук, доцент
ООО «НПО Титан»,
генеральный директор

Ведущая организация: – ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Защита диссертации состоится «08» декабря 2020 г. в 13 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3., ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте skvorcovasv@mai.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/fce/Dissertatsiya_Slezov.pdf

Автореферат разослан «___» _____ 2020 г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Титановые сплавы давно и успешно применяются для производства имплантируемых медицинских изделий различного назначения. Биологическая и механическая совместимость, коррозионная стойкость в среде организма, способность к остеоинтеграции, высокая удельная прочность, малая магнитная восприимчивость, обеспечивающая возможность и эффективность МРТ - диагностики, определяют весомые преимущества титана и его сплавов перед другими металлическими материалами для изготовления имплантатов, в том числе высоконагруженных компонентов эндопротезов крупных суставов человека. Разработка и внедрение новых наукоемких технологий обработки титановых сплавов существенно расширяет возможности их применения, обеспечивая высокую износостойкость, функциональность, ресурс эксплуатации.

В настоящее время для изготовления имплантатов наиболее часто используются сплавы VT6 (Ti-6Al-4V), VT20, VT1-0 (Grade 1, 2), Ti-6Al-7Nb, сплавы на основе никелида титана (Nitinol) и др.

В отличие от имплантатов, применение титановых сплавов для изготовления силовых ортопедических инструментов, особенно режущих и ударных инструментов для обработки плотных костных структур, весьма ограничено. Это обусловлено их недостаточной поверхностной твердостью и неудовлетворительной износостойкостью. Кроме того, одним из ключевых требований к крупногабаритным режущим ортопедическим инструментам (типа разверток, рашпилей, долот и др.), определяющих точность обработки костных структур, является жесткость конструкции, которая определяется, кроме геометрических параметров, модулем упругости материала. С этих позиций для изготовления подобных инструментов предпочтительными являются высокомодульные титановые сплавы с повышенным содержанием алюминия. Опыт изготовления инструментов из таких сплавов отсутствует.

Титановые сплавы с содержанием алюминия ≥ 7 масс. % имеют низкую технологическую пластичность, склонны к охрупчиванию из-за образования в их

структуре упорядоченной α_2 - фазы. Возможности управления их структурой и механическими свойствами термической обработкой ограничены. Указанные проблемы могут быть успешно решены применением водородных технологий - водородного пластифицирования (ВП) и термоводородной обработки (ТВО), а применение вакуумного ионно - плазменного азотирования (ВИПА) позволяет повысить поверхностную твердость, износостойкость и сопротивление коррозии.

С учетом этого актуальной является разработка комплексной технологии изготовления и обработки ортопедических режущих инструментов из высокомодульных титановых сплавов, основанной на сочетании водородных технологий и вакуумного ионно - плазменного азотирования.

Для разработки таких технологий необходимо решить ряд металлургических и технологических задач, определяющих научную и практическую актуальность диссертации.

Цель и задачи

Цель диссертационной работы состояла в установлении влияния обратимого легирования водородом и вакуумного ионно - плазменного азотирования на структуру, фазовый состав, технологические и эксплуатационные свойства опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo и разработке на этой основе комплексной технологии получения и обработки заготовок высокофункциональных хирургических инструментов для ортопедии и травматологии.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Установить влияние обратимого легирования водородом на структуру и фазовый состав опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo.

2. Разработать режимы термоводородной обработки, направленные на получение различных типов структур, и установить их влияние на механические свойства сплава.

3. Определить влияние дополнительного легирования водородом на сопротивление горячей пластической деформации и кристаллографическую текстуру деформированных образцов сплава.

4. Установить влияние вакуумного ионно - плазменного азотирования на глубину модифицированных поверхностных слоев и твердость образцов из сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo с различной структурой.

5. Определить влияние ТВО и ВИПА на механические свойства и коррозионную стойкость образцов из опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo.

Научная новизна:

1. Уточнена температурно - концентрационная диаграмма фазового состава системы сплав Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo - водород в интервале концентраций водорода от исходной до 1,0 %¹ и температур от 750 до 1070 °С. Показано, что легирование водородом приводит к снижению температуры $\alpha+\beta/\beta$ превращения с 1030 до 910 °С (при 1,0 % водорода) и повышает температуру разупорядочения α_2 - фазы на 50 °С. При концентрации водорода более 0,6 % в сплаве реализуется сдвиговое $\beta \rightarrow \gamma$ - превращение в процессе закалки.

2. Установлено, что введение 0,3 и 0,6 % водорода снижает предел текучести сплава на 115 - 210 МПа при температурах деформации 850 и 800 °С, соответственно. Показано, что максимальное деформационное разупрочнение сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo при осадке наблюдается при содержании водорода 0,6 % и температуре деформации 800 °С в основном за счет динамической рекристаллизации α - фазы.

3. Установлено, что термоводородная обработка, включающая наводороживающий отжиг в интервале температур 850 - 750 °С до концентрации 0,6 % и последующий двухступенчатый вакуумный отжиг при температурах 550 °С (1,5 часа) и 650 °С (4 часа), приводит к формированию бимодальной структуры

¹ Здесь и далее по тексту содержание легирующих элементов приведено в массовых процентах

с глобулярной первичной $\alpha(\alpha_2)$ - фазой размером 2 - 5 мкм и мелкодисперсной вторичной α - фазой в β - матрице.

4. Показано, что сформированная ТВО бимодальная структура сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo обеспечивает наибольшую эффективность последующего вакуумного ионно - плазменного азотирования - максимальную микротвердость поверхности (610 ед.HV_{0,05}) и глубину упрочненного слоя (150 мкм). Дополнительное нанесение покрытия из нитрида титана (TiN) значительно повышает коррозионную стойкость сплава.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Установлено влияние обратимого легирования водородом, горячей пластической деформации и вакуумного ионно - плазменного азотирования на формирование фазового состава, поверхностной и объемной структуры, кристаллографической текстуры, а также физико - механических и эксплуатационных свойств опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo. Разработаны технологические схемы и режимы термоводородной обработки опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo, обеспечивающие повышение предела прочности на 60 - 80 МПа и твердости на 6 - 11 ед.HRC по сравнению с отожженным состоянием.

2. Показано, что введение в сплав 0,3 и 0,6 % водорода позволяет осуществлять его горячую пластическую деформацию при температурах 800 - 850 °С и сопротивлении деформации на уровне 100 - 150 МПа, что соответствует режимам, принятым для промышленных конструкционных ($\alpha + \beta$) - титановых сплавов.

3. Разработана комплексная технология обработки заготовок из сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo, включающая насыщение водородом до концентрации 0,6 %, горячую пластическую деформацию при температурах 800 - 850 °С, вакуумный отжиг при температурах 550 °С и 650 °С, вакуумное ионно - плазменное азотирование при температуре 600 °С и нанесение покрытия TiN, обеспечивающая повышение предела прочности по сравнению с отожженным состоянием с 1020 до 1100 МПа, достижение микротвердости 610 ед.HV_{0,05}, глубины градиентного

упрочненного слоя 150 мкм, повышение коррозионной стойкости. Результаты диссертации использованы в АО «Имплант МТ» для разработки технологий обработки режущих ортопедических инструментов из титановых сплавов и их применения в производстве, что подтверждается соответствующим актом использования.

Методология и методы исследования

Методологической основой исследования послужили работы ведущих российских и зарубежных учёных, государственные стандарты РФ.

Диссертационная работа выполнена с использованием современных методов исследования: металлографический и рентгеноструктурный анализы, испытания на растяжение и сжатие при нормальной и повышенной температурах, испытания на трехточечный изгиб и ударную вязкость, испытания на коррозионную стойкость, измерение твердости и микротвердости.

Положения, выносимые на защиту

1. Закономерности формирования фазового состава и структуры опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo при дополнительном легировании водородом и термической обработке.

2. Влияние легирования водородом до 0,3 и 0,6 % на технологическую пластичность сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo при горячей пластической деформации при температурах 800 и 850 °С.

3. Влияние легирования водородом, горячей пластической деформации при температурах 800 и 850 °С и последующего вакуумного отжига по разработанным режимам на формирование фазового состава, структуры и кристаллографической текстуры сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo.

4. Влияние низкотемпературного вакуумного ионно - плазменного азотирования на фазовый состав, глубину и микротвердость поверхностного слоя образцов из сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo.

5. Влияние комплексной технологии обработки на механические и эксплуатационные свойства сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo.

Степень достоверности результатов

Все результаты получены на поверенном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения. Стандартные испытания и исследования проводились в соответствии с требованиями научно - технической документации, действующей на территории Российской Федерации (ГОСТ и ISO).

Апробация результатов

Материалы диссертационной работы доложены на 10 научно - технических конференциях и семинарах, в том числе: XV Международной конференции «Ti-2017 в СНГ», г. Екатеринбург, 2017; XLIII, XLIV, XLV Международных молодежных научных конференциях «Гагаринские чтения», г. Москва, 2017, 2018, 2019; XXIII Международной молодежной научной конференции «Туполевские чтения», г. Казань, 2017; XIX Международной научно - технической Уральской школе - семинаре металловедов - молодых ученых, г. Екатеринбург, 2018; Научные чтения им. чл.-корр. РАН Ивана Августовича Одинга. «Механические свойства современных конструкционных материалов», г. Москва, 2018; 18-й Международной конференции «Авиация и космонавтика - 2019», Москва, 2019; Научно - техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», Москва, 2019.

Публикации. Результаты проведенных исследований опубликованы в 18 научных работах, из них 8 в изданиях, входящих в перечень ВАК, 2 из которых в журналах, включенных в международные системы цитирования.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 171 страницу, включая 49 рисунков, 10 таблиц и список литературы из 142 наименований.

Основное содержание работы

Глава 1. Состояние вопроса и постановка задач исследований

В главе приведены основные характеристики титановых сплавов, применяемых для изготовления имплантатов. Оценена возможность и эффективность применения титановых сплавов с повышенным содержанием алюминия для изготовления легкого, эргономичного, высокоресурсного, износостойкого режущего медицинского инструмента, удовлетворяющего современным требованиям хирургов - травматологов и ортопедов. Показано, что использование данной группы титановых сплавов для изготовления силовых ортопедических инструментов ограничивает их низкая технологическая пластичность, недостаточная поверхностная твердость, неудовлетворительная износостойкость.

Рассмотрены современные комплексные технологии обработки титановых сплавов, позволяющие кардинально повысить их механические, технологические и эксплуатационные свойства. Проведенный анализ научных публикаций показал, что одной из наиболее перспективных комплексных технологий обработки титановых сплавов с интерметаллидным упрочнением является технология, включающая термоводородную обработку (ТВО), водородное пластифицирование (ВП) и вакуумное ионно - плазменное азотирование (ВИПА). Кратко изложены научные основы ТВО, приведены ее различные технологические схемы, позволяющие управлять фазовым составом титановых сплавов и создавать в них структуры, которые достичь стандартными методами термической обработки практически невозможно, обеспечивая при этом требуемый уровень механических свойств изделий. Показана эффективность применения ВП, позволяющего решить проблемы низкой технологической пластичности титановых сплавов с повышенным содержанием алюминия, и ВИПА, направленного на повышение твердости, износостойкости и коррозионной стойкости изделий.

Установлено, что возможность применения подобных комплексных технологий обработки и влияние их на структуру, фазовый состав, механические, технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов с интерметаллидным упрочнением практически не изучены и являются актуальной

металловедческой задачей.

Кроме того, показана необходимость изучения закономерностей формирования кристаллографических текстур в титановых сплавах при обратимом легировании водородом и горячей пластической деформации.

На основе проведенного анализа литературных источников поставлена цель работы и сформулированы конкретные задачи исследований.

Глава 2. Объекты и методы исследования²

Исследования проводили на образцах из опытного $\alpha + \alpha_2 + \beta$ - сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo. Образцы были получены из горячекатаных прутков диаметром 20 мм, опытная партия которых производилась по стандартной технологии, принятой для жаропрочных титановых сплавов. Содержание алюминия в сплаве превышает его предельную растворимость в α - Ti. Химический состав сплава приведен в таблице 1.

Таблица 1 - Химический состав опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo, (масс. %)

Ti	Легирующие элементы			Примеси					
	Al	Zr	Mo	Fe	Si	O	C	N	H
основа	8,7	1,5	2,0	0,15	0,1	0,12	0,01	0,01	0,006

Химический состав прутков из опытного титанового сплава был определен методом рентгенофлуоресцентного анализа с использованием анализатора Elva X MEG-01.

Нагрев образцов под закалку осуществляли в высокотемпературной электропечи с воздушной атмосферой СНОЛ 6/12 (до 1250 °С). Для определения температуры образцов в печи использовали термопару типа ХА. Охлаждение со скоростью выше 30 К/с проводили в воде с температурой 20 – 22 °С.

Насыщение образцов водородом проводили термодиффузионным способом в среде высокочистого водорода в установке Сиверта при температурах 750 – 850

² Основные экспериментальные результаты получены на оборудовании ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно - космические материалы и технологии»

°С до концентраций $X_H = 0,2; 0,4; 0,6; 0,8$ и $1,0$ % с абсолютной погрешностью до $0,02$ %. Количество введенного водорода определяли по привесу образцов с помощью точных электронных лабораторных весов A&D HR-150AG. Вакуумный отжиг образцов при различных температурах проводили в печи модели «ВЕГА-3М». Концентрацию водорода после вакуумного отжига определяли спектральным методом на спектрографе ИСП-51 с электронной аналитической приставкой МОРС-1/2048/РСІ.

Металлографические исследования проводили с помощью оптического микроскопа AXIO Observer.Alm (Karl Zeiss Jena, Германия) при увеличениях до 1000 крат с использованием программного комплекса NEXSYS ImageExpert Pro3.6.

Рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА) осуществляли на дифрактометре модели ДРОН-4 с квазифокусирующей схемой по Брэггу -Брентано при ускоряющем напряжении 35 кВ и анодном токе 25 мА в фильтрованном медном ($CuK\alpha$) излучении, при комнатной температуре. По результатам рентгеновской съемки проводили качественный и количественный анализ фазового состава.

Изотермическую осадку образцов в торец при различных температурах осуществляли согласно ГОСТ 8817-82 на универсальной испытательной машине FP-100 с усилием 100 кН при постоянной скорости деформирования 3,7 мм/мин, соответствующей начальной скорости деформации $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

Для описания текстуры применяли модифицированный метод обратных полюсных фигур (ОПФ) по Харрису (с поправками Морриса по нормировке для металлов с гексагональной и кубической решетками).

Измерение твердости по методу Роквелла проводили согласно ГОСТ 9013-59 на приборе BUENLER Macromet 5100T алмазным конусом с углом у вершины 120° и закругленным радиусом в 0,2 мм по шкале HRC с нагрузкой 1500 Н.

Низкотемпературное вакуумное ионно - плазменное азотирование осуществляли в модифицированной установке «Булат-6Т» в смеси газов азота и аргона при температуре 600 °С. После ВИПА на часть образцов конденсационным методом наносили слой нитрида титана TiN.

Глубину диффузионной зоны азота после ВИПА определяли методом косого шлифа. Количественную оценку глубины модифицированного слоя проводили измерением микротвердости образцов на приборе Micromet 5101 алмазной пирамидой с нагрузкой 50 г согласно ГОСТ 9450-76.

Кратковременные механические испытания на растяжение проводили согласно ГОСТ 1497-84, испытания на трехточечный изгиб образцов - согласно ГОСТ 14019-2003 на универсальной машине «TIRATEST 2300».

Испытания на ударную вязкость проводили по ГОСТ 9454-88 на образцах с U - образным надрезом на маятниковом копре ПСВ-30.

Исследование коррозионной стойкости образцов из опытного сплава проводили в растворе Рингера (0,9 % водный раствор NaCl) при температуре 37 ± 1 °C в условиях естественной аэрации с помощью потенциостата ПИ-50-1.1 в комплекте с программатором ПР-8. Скорость изменения потенциала составляла 0,2 мВ/с.

Глава 3. Закономерности формирования структуры и фазового состава сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo при термической и термоводородной обработках

На первом этапе диссертационной работы был выбран состав опытного титанового сплава с интерметаллидным упрочнением. Он включал 8,7 % Al для обеспечения повышенного значения модуля упругости, что обеспечит достаточную жесткость медицинского инструмента; 2 % Mo, который стабилизирует более пластичную β - фазу и согласно литературным данным также повышает модуль упругости α - титана; 1,5 % нейтрального упрочнителя Zr, который обеспечит повышение прочности сплава.

Далее из сплава по стандартной технологии производства жаропрочных титановых сплавов была получена опытная партия прутков. Результаты металлографических и рентгеноструктурных исследований показали, что структура и фазовый состав образцов в горячекатаном состоянии представлены в основном деформированными α - пластинами и небольшим количеством β - фазы (рис. 1 а). Проведенный вакуумный отжиг при температуре 900 °C в течение 1 часа

позволил сформировать в образцах опытного сплава равновесную структуру (рис. 1 б), представленную α и β - фазами и малым количеством α_2 - фазы, идентифицированной РСФА по наличию сверхструктурного рефлекса (101) на дифрактограмме.

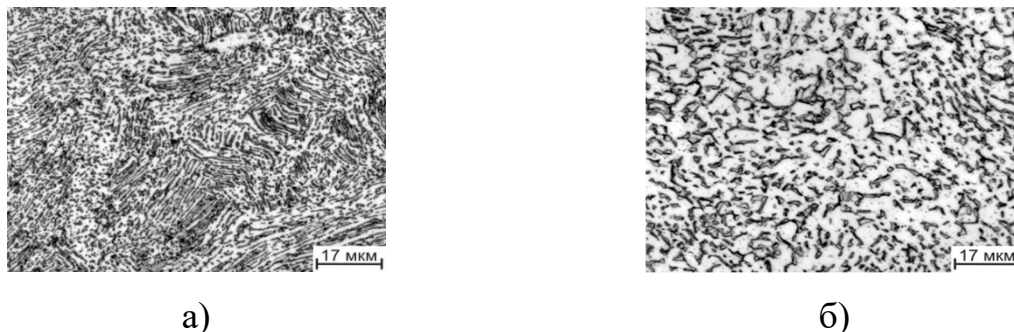


Рисунок 1 - Структура сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo в исходном состоянии (а) и после вакуумного отжига (б)

Методом пробных закалок была определена температура полиморфного $\beta/\alpha+\beta$ - превращения (A_{c3}) сплава, которая составила 1030 °С. Кроме того, было установлено, что температура упорядочения α - фазы составила 850 °С.

На следующем этапе работы были установлены закономерности формирования фазового состава сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo, легированного водородом. Для этого образцы, легированные водородом при температуре 800 °С до концентраций $X_H = 0,2; 0,4; 0,6; 0,8$ и 1,0 %, нагревали в печи с воздушной атмосферой в интервале температур 750 – 1070 °С и охлаждали в воде. Обобщенные данные о фазовом составе сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo с различной концентрацией водорода в зависимости от температуры нагрева под закалку приведены в таблице 2.

На основании проведенных исследований была уточнена температурно - концентрационная диаграмма фазового состава системы сплав Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo - водород в интервале концентраций водорода от 0,006 до 1,0 % и температур от 750 до 1070 °С (рис. 2). Показано, что введение в сплав 1,0 % H расширяет область стабильности β - фазы, снижая $T_{\text{ни}}$ на 120 °С, и повышает температуру разупорядочения α_2 - фазы на 50 °С. Насыщение водородом до концентраций выше

0,6 % приводит к реализации сдвигового гидридного $\beta \rightarrow \delta$ - превращения при закалке с температур ниже 750 °С.

Таблица 2 - Влияние температуры нагрева под закалку и концентрации водорода на фазовый состав сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo

X _H , масс. %	Температура нагрева под закалку, °С							
	1070	1020	1000	950	900	850	800	≤ 750
исходное	α'	$\alpha+\alpha'$	$\alpha+\alpha'+\beta$	$\alpha+\alpha''+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	-
0,2	-	$\alpha''+\beta$	$\alpha+\alpha''+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	-
0,4	-	$\alpha''+\beta$	$\alpha''+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	-
0,6	-	-	-	$\alpha''+\beta$	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$
0,8	-	-	-	β	$\alpha+\beta$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2$	$\alpha+\beta+\alpha_2+\delta$

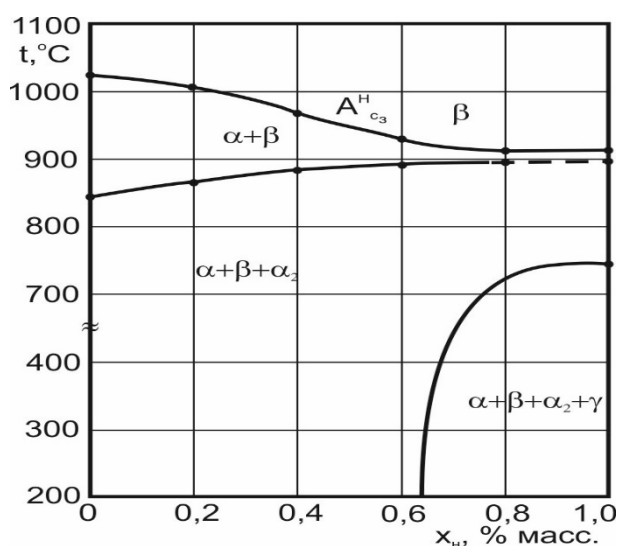


Рисунок 2 - Температурно - концентрационная диаграмма фазового состава сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo, легированного водородом

По результатам проведенных исследований разработаны и реализованы на образцах сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo два режима термоводородной обработки, включающие насыщение водородом в интервале температур 850 – 750 °С до концентраций 0,3 и 0,6 % и два режима вакуумного отжига (В.О.):

1) одноступенчатый при температуре 850 °С в течение 3 часов для образцов с X_H = 0,3 % (ТВО1);

2) двухступенчатый: 550 °С, 1,5 часа + 650 °С 4 часа для образцов с X_H = 0,6 % (ТВО2).

Установлено, что легирование водородом до выбранных концентраций не изменяет фазового состава сплава при комнатной температуре, а приводит к увеличению объемной доли β - фазы до 20 и 30 %, соответственно. Реализация первого режима В.О. формирует типичную глобулярную ($\alpha + \beta$) - структуру со средним размером α - частиц около 5 мкм (рис. 3 а). В.О. по второму режиму приводит к формированию бимодальной структуры сплава с глобулярной первичной $\alpha(\alpha_2)^3$ - фазой размерами 2 – 5 мкм, мелкодисперсной вторичной α - фазой (< 0,5 мкм), обедненной алюминием, и β - фазой (рис. 3 б).

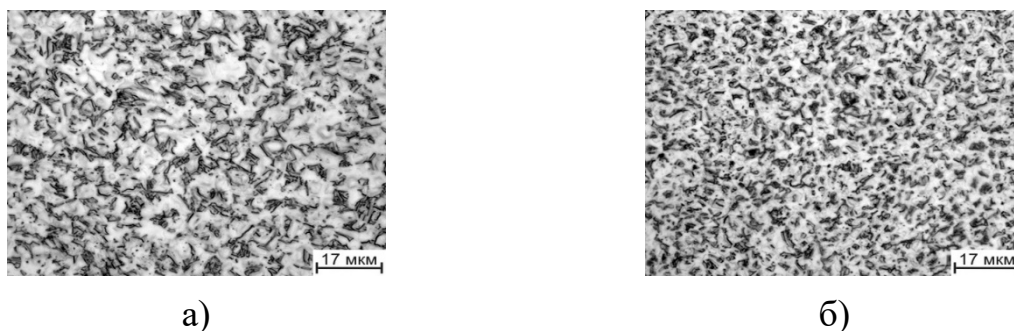


Рисунок 3 - Микроструктура образцов опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo после ТВО по режимам 1 (а) и 2 (б)

По данным режимам были обработаны заготовки цилиндрических образцов для испытаний на растяжение. Результаты проведенных испытаний показали, что сформировавшиеся в процессе термоводородной обработки структуры благоприятно влияют на механические свойства сплава, увеличивая его предел прочности на 60 – 80 МПа и твердость на 6 – 11 ед.НRC по сравнению с отожженным состоянием.

Глава 4. Влияние пластической деформации и термоводородной обработки на фазовый состав, структуру и кристаллографическую текстуру сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2,0Mo

Первая часть главы посвящена определению влияния дополнительного легирования водородом до концентраций 0,3 и 0,6 % на сопротивление сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo горячей пластической деформации при температурах 800 и 850 °С.

³ $\alpha(\alpha_2)$ - фаза – частицы α - фазы с упорядоченными микрообъемами (α_2 - фазой) в их теле

Анализ результатов испытаний на осадку показал, что введение 0,3 и 0,6 % Н снижает предел текучести сплава на 115 – 210 МПа при температурах деформации 800 и 850 °С за счет увеличения объемной доли более пластичной β - фазы (рис. 4 а). Показано, что деформационное разупрочнение сплава ($\Delta q/q_{\max} = (q_{\max} - q_{\min})/q_{\max}$) в процессе осадки контролируется процессами динамической рекристаллизации $\alpha(\alpha_2)$ - фазы и динамической полигонизации β - фазы и резко возрастает с увеличением концентрации водорода в сплаве до 0,3 % при обеих температурах деформации (рис. 4 б). Максимальный эффект водородного пластифицирования был получен при введении в сплав 0,6 % Н и температуре деформации 800 °С.

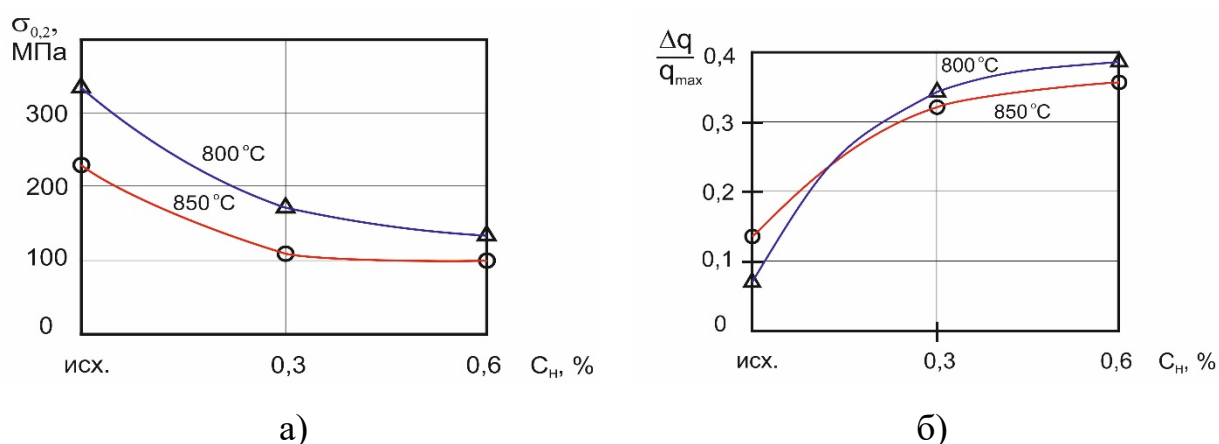
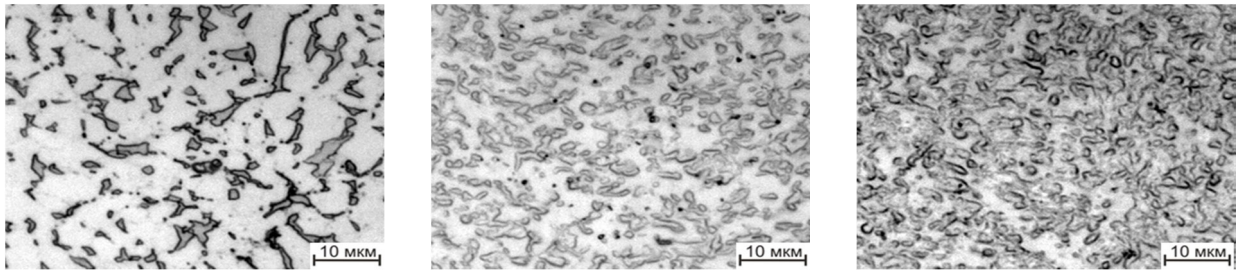


Рисунок 4 - Зависимости предела текучести (а) и относительной величины спада удельного усилия осадки (б) сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo от концентрации водорода и температуры деформации

Далее были определены закономерности влияния пластической деформации на формирование структуры и фазового состава сплава с различным содержанием водорода. Установлено, что структура деформированного сплава с исходным содержанием водорода представлена в основном рекристаллизованной $\alpha(\alpha_2)$ - фазой с размером зерна 5 – 8 мкм при обеих температурах деформации (рис. 5 а). Введение в сплав 0,3 % Н приводит к уменьшению объемной доли рекристаллизованной $\alpha(\alpha_2)$ - фазы в структуре сплава после осадки с температур 800 и 850 °С до 60 – 70 %, при этом ее размеры уменьшаются до 3 – 5 мкм (рис. 5 б). Объемная доля рекристаллизованной $\alpha(\alpha_2)$ - фазы в сплаве с 0,6 % Н после деформации составила порядка 35 – 40 %, а ее размеры 2 – 3 мкм (рисунок 5 в).



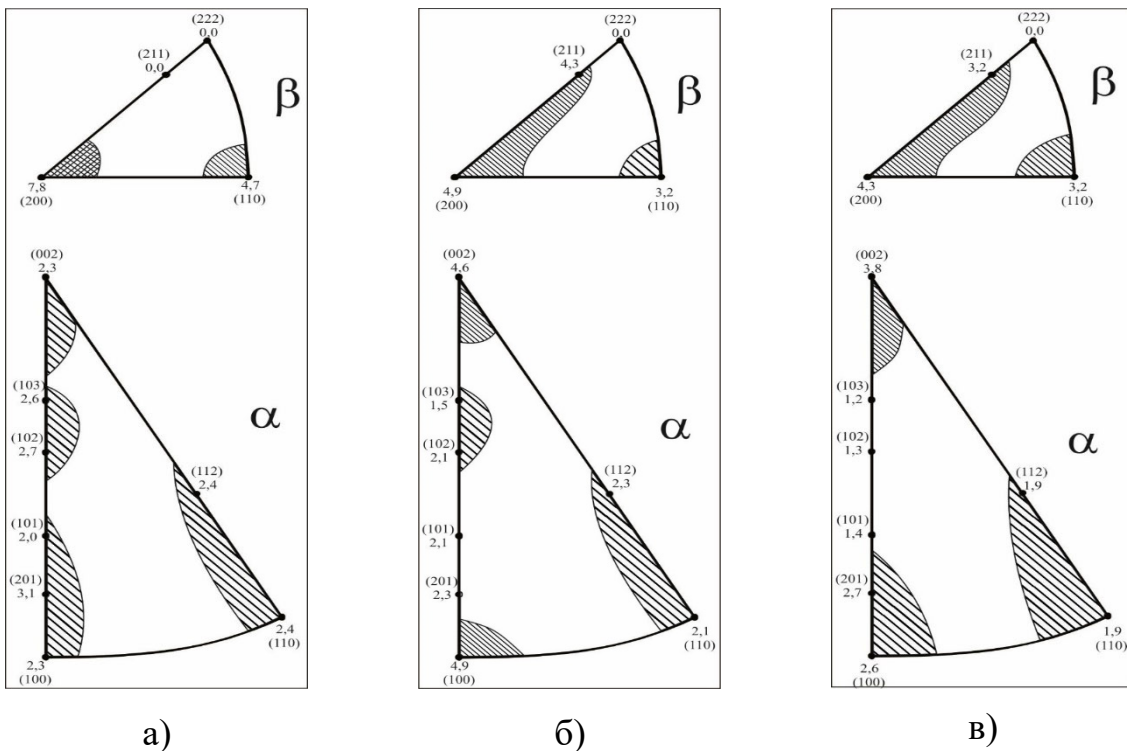
а)

б)

в)

Рисунок 5 - Микроструктура сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo с содержанием водорода 0,006 (а); 0,3 (б) и 0,6 % (в) после осадки при температурах 850 (а), 800 °С (б, в)

Исследования текстуры образцов с различным содержанием водорода после деформации при температурах 800 и 850 °С показали, что в образцах с исходным содержанием водорода формируется текстура β - фазы с преимущественной ориентировкой кристаллографических плоскостей (200) и (110) параллельно плоскости осажденных образцов (рис. 6 а).



а)

б)

в)

Рисунок 6 - Обратные полюсные фигуры образцов с содержанием водорода 0,006 (а), 0,3 (б) и 0,6 (в) % по массе, осаженных при температуре 800 °С

Легирование водородом до концентраций 0,3 и 0,6 % приводит к уменьшению значений полюсной плотности данных плоскостей в 1,5 – 2 раза вследствие снижения интенсивности деформации β - фазы и к двукратному

возрастанию интенсивности базисной (001) и призматической (100) текстур α - фазы. Также показано, что реализация разработанных режимов вакуумного отжига приводит к формированию текстуры в деформированных образцах, схожей по качественным и количественным характеристикам с текстурой осаженных образцов с исходным содержанием водорода.

Глава 5. Влияние термоводородной обработки и вакуумного ионно-плазменного азотирования на структурное состояние, механические и эксплуатационные свойства сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo

В первой части главы были определены фазовый состав упрочненного поверхностного слоя, его глубина и микротвердость при низкотемпературном вакуумном ионно - плазменном азотировании (ВИПА) при 600 °С в течение 1 часа. Установлено, что ВИПА сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo с бимодальной структурой приводит к образованию большего количества нитридной фазы Ti₂N в упрочненных поверхностных слоях образцов и обеспечивает максимальные значения их микротвердости (610 ед.HV_{0,05}) и глубины (около 150 мкм).

Далее было определено влияние различных режимов обработки на жесткость и ударную вязкость образцов из сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo. Установлено, что применение разработанной комплексной технологии обработки образцов из сплава Ti-8,7Al-2,0Mo-1,5Zr, включающей термоводородную обработку по второму режиму, вакуумное ионно - плазменное азотирование и нанесение покрытия из нитрида титана TiN обеспечивает максимальные значения их жесткости (9669 Н/мм), которые близки к значениям жесткости образцов такой же геометрии из нержавеющей стали 40X13, используемой для изготовления медицинских инструментов. Также показано, что глобулярная структура увеличивает ударную вязкость сплава в 1,5 раза, а структура бимодального типа приводит к ее снижению.

На завершающем этапе работы была оценена эффективность применения ТВО, ВИПА и нанесения покрытия из нитрида титана для повышения коррозионной стойкости сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo в 0,9 % водном растворе NaCl. Установлено, что максимальная коррозионная стойкость образцов сплава

достигается при применении комплексной технологии обработки, включающей термоводородную обработку по второму режиму, вакуумное ионно - плазменное азотирование и нанесение на поверхность образцов моонитрида титана TiN толщиной 2,5 мкм (рис. 7).

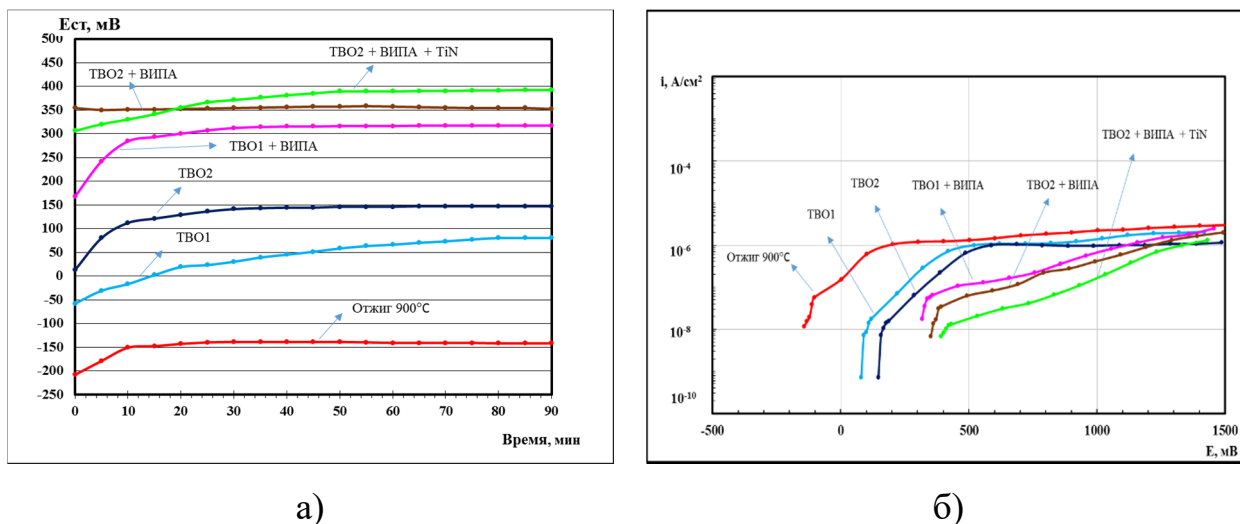


Рисунок 7 - Хронограммы изменения потенциала (а) и анодные поляризационные кривые (б) образцов из сплава Ti-8,7Al-2,0Mo-1,5Zr, обработанных по различным режимам

Выводы по работе

1. Определены основные закономерности формирования структуры и фазового состава опытного сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo при дополнительном легировании водородом и термическом воздействии. Уточнена диаграмма фазового состава системы сплав Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo - водород, в интервале концентраций водорода от 0,006 до 1,0 % и температур от 750 до 1070 °С. Установлено, что водород расширяет область стабильности β - фазы в выбранном интервале концентраций, снижая температуру полиморфного $\beta/\alpha+\beta$ - превращения с 1030 до 910 °С (при 1,0 % H) и расширяет область стабильности упорядоченной α_2 - фазы на 50 °С.

2. Разработаны и реализованы на образцах сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo технологические схемы и режимы термоводородной обработки, формирующие два типа структур - глобулярную и бимодальную. Установлено, что формирование данных типов структур благоприятно влияет на механические свойства сплава,

увеличивая его предел прочности на 60 – 80 МПа и твердость на 6 – 11 ед.НRC, по сравнению с состоянием после отжига при 900 °С.

3. Показано влияние дополнительного легирования водородом на сопротивление пластической деформации сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo при температурах 800 и 850 °С. Установлено, что наводороживание сплава до 0,3 и 0,6 % снижает его предел текучести на 115 – 210 МПа за счет увеличения объемной доли более пластичной β - фазы при выбранных температурах деформации, соответствующих $\alpha + \alpha_2 + \beta$ - области. Определено, что деформационное разупрочнение сплава в процессе осадки контролируется процессами динамической рекристаллизации $\alpha(\alpha_2)$ - фазы и динамической полигонизации β - фазы. Установлено, что максимальное разупрочнение сплава достигается при введении 0,6 % Н и температуре деформации 800 °С.

4. Установлено влияние легирования водородом до концентраций 0,3 и 0,6 %, горячей пластической деформации при температурах 800 и 850 °С и разработанных режимов вакуумного отжига на процессы текстурообразования в сплаве Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo. Показано, что при этих режимах обработки происходит уменьшение значений полюсной плотности (P_{hkl}) плоскостей β - фазы (200) и (110) в 1,5 – 2 раза вследствие снижения интенсивности ее деформации и к двукратному возрастанию интенсивности базисной (001) и призматической (100) текстур α - фазы.

5. Определены закономерности влияния структуры сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo на фазовый состав, глубину и твердость упрочненного поверхностного слоя, сформировавшегося в процессе вакуумного ионно - плазменного азотирования при температуре 600 °С в течении 1 часа. Установлено, что максимальные значения микротвердости (610 ед.НV_{0,05}) и глубины поверхностного слоя (около 150 мкм) обеспечивает ВИПА сплава с бимодальной структурой за счет образования большего количества нитридной фазы Ti₂N.

6. Установлено, что максимальные значения жесткости образцов сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo (9669 Н/мм) обеспечивает комплексная технология обработки,

включающая термоводородную обработку по второму режиму, вакуумное ионно - плазменное азотирование при температуре 600 °С в течении 1 часа и нанесение покрытия из нитрида титана TiN толщиной 2,5 мкм. Показано, что сформировавшаяся в процессе термоводородной обработки по первому режиму глобулярная структура сплава увеличивает его ударную вязкость в 1,5 раза, а структура бимодального типа, полученная в результате термоводородной обработки по второму режиму, приводит к ее снижению.

7. Показано, что применение комплексной технологии обработки сплава Ti-8,7Al-2,0Mo-1,5Zr, включающей термоводородную обработку по разработанным схемам, вакуумное ионно - плазменное азотирование при температуре 600 °С в течении 1 часа и нанесение покрытия из нитрида титана толщиной 2,5 мкм, улучшает его коррозионную стойкость в 0,9 % водном растворе NaCl повышая стационарный потенциал и снижая плотность тока пассивного состояния.

8. Разработанная комплексная технология обработки сплава Ti-8,7Al-2,0Mo-1,5Zr, включающая термоводородную обработку (ТВО), водородное пластифицирование (ВП), низкотемпературное вакуумное ионно - плазменное азотирование (ВИПА) и нанесение покрытия из нитрида титана может быть успешно использована при изготовлении крупногабаритного режущего медицинского инструмента типа разверток, рашпелей, долот, фрез и др., применяемого в травматологии и ортопедии, в частности при имплантации эндопротезов крупных суставов человека, что подтверждено актом использования, приведенном в Приложении.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

Список публикаций в ведущих научных журналах и изданиях, включенных в международные системы цитирования

1. Mamonov, A.M. Influence of vacuum ion - plasma treatment on the structure of the surface layer, corrosion and erosion resistance of a titanium alloy with an intermetallic α_2 – phase / *Mamonov A.M., Sarychev S.M., Slezov S.S. and Chernyshova Yu. V.* // *Metal Science and Heat Treatment*. 2018. – Vol. 60. Nos. 5 – 6. pp. 290-296.

Мамонов, А.М. Влияние вакуумной ионно - плазменной обработки на структуру поверхностного слоя, коррозионную и эрозионную стойкость титанового сплава с интерметаллидной α_2 – фазой / *Мамонов А.М., Сарычев С.М., Слезов С.С., Чернышова Ю.В.* // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2018. – №5. С 17-24.

2. Mamonov, A.M. Controlling the Phase Composition, Structure, and Complex of Properties of the High - Modulus Titanium Alloy by Thermohydrogen Processing / *Mamonov A.M., Slezov S.S., and Gvozdeva O.N.* // *Russian Journal of Non - Ferrous Metals*. © Allerton Press, Inc. 2018. – Vol. 59. № 2. pp. 181-189.

Мамонов, А.М. Управление фазовым составом, структурой и комплексом свойств высокомодульного титанового сплава методами термоводородной обработки / *Мамонов А.М., Слезов С.С., Гвоздева О.Н.* // *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2018. – №1. С 53-64.

Список публикаций в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК

1. Скворцова, С.В. Водородная технология как эффективный технологический способ управления структурой, механическими и технологическими свойствами сплавов на основе титана и алюминидов титана / *Скворцова С.В., Гвоздева О.Н., Пожого В.А., Слезов С.С., Ягудин Т.Г.* // *Титан*. 2016. – №4. С 49-53.

2. Мамонов, А.М. Влияние легирования водородом на структуру и сопротивление пластической деформации высокомодульного опытного титанового сплава с повышенным содержанием алюминия / *Мамонов А.М., Слезов С.С., Поляков О.А., Нейман А.П., Агаркова Е.О.* // *Титан*. 2017. – №4. С 12-17.

3. Мамонов, А.М. Влияние пластической деформации и термоводородной обработки на фазовый состав, структуру и кристаллографическую текстуру

высокомодульного титанового сплава / *Мамонов А.М., Слезов С.С., Агаркова Е.О. Нейман А.П., Поляков О.А.* // Титан. 2018. – №3. С 4-11.

4. Мамонов, А.М. Влияние термоводородной обработки, пластической деформации и вакуумного ионно - плазменного азотирования на фазовый состав, текстуру и твердость титанового сплава с интерметаллидным упрочнением / *Мамонов А.М., Слезов С.С., Агаркова Е.О., Нейман А.П., Нейман А.В., Сарычев С.М.* // Титан. 2019. – №1. С 31-37.

5. Слезов, С.С. Влияние технологии обработки на структуру и коррозионную стойкость опытного титанового сплава с повышенным содержанием алюминия / *Слезов С.С., Мамонов А.М., Лиджиев, А. А., Агаркова Е.О., Чернышова Ю.В.* // Титан. 2019. – №4. С 4-9.

6. Мамонов, А.М. Закономерности влияния водорода на структуру, сопротивление горячей пластической деформации и кристаллографическую текстуру титанового сплава с высоким содержанием алюминия / *Мамонов А.М., Агаркова Е.О., Нейман А.П., Слезов С.С., Лиджиев, А. А.* // Деформация и разрушение материалов. 2020. – №7. С. 2-10.