

На правах рукописи



СТЕПУШИН АЛЕКСАНДР СЕРГЕЕВИЧ

**СОЗДАНИЕ ЛИНЕЙНОЙ ГРАДИЕНТНОЙ СТРУКТУРЫ
В $(\alpha+\beta)$ -ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ВЫСОКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКИМ НАГРУЗКАМ**

Специальность

2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва, 2022 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
Скворцова Светлана Владимировна

Официальные оппоненты: – **Салищев Геннадий Алексеевич**
доктор технических наук, профессор,
ФГАОУ ВО «Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет», профессор

– **Панин Павел Васильевич**
кандидат технических наук, доцент
НИЦ «Курчатовский институт» ФГУП
«Всероссийский научно-исследовательский
институт авиационных материалов»,
ведущий научный сотрудник

Ведущая организация: – ФГБОУ ВО «Уфимский государственный
авиационный технический университет»,
г. Уфа

Защита диссертации состоится 27 декабря 2022 года в 12 часов 00 минут на заседании диссертационного совета 24.2.327.04 (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 skvortsovasv@mai.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/482/86dq8kc4dgnt693xcuxs28x5uyax2z9u/DISSERT_ATSIYA_Stepushin_PЕCHAT_18.pdf

Автореферат разослан «___» _____ 2022 г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования:

В мире постоянно ведутся работы по совершенствованию вооружения, военной и специальной техники и, соответственно, по улучшению и созданию новых бронезащитных материалов, которые должны в полной мере обеспечивать защиту от поражающих элементов. Одним из перспективных материалов в данной области являются высокопрочные ($\alpha+\beta$)- титановые сплавы, которые имеют ряд неоспоримых преимуществ по сравнению с другими материалами: более высокая прочность по сравнению с алюминиевыми сплавами (АМг5, В95, 1901), более низкий удельный вес, по сравнению со сталями (77, 44С, Ц85, СПС-43); меньшую хрупкость по сравнению с керамическими материалами (Al_2O_3 , SiC, B_4C). В настоящее время имеется положительный опыт применения титановых сплавов в средствах индивидуальной бронезащиты.

Наиболее важными требованиями, которые предъявляются к материалам для бронирования, являются эффективное поглощение энергии удара и замедленная скорость распространения трещины. Это достигается за счет высокой твердости поверхности и вязкой сердцевины, что обеспечивается созданием многослойных композитов на основе материалов с разнородными структурами и свойствами. Однако линейно-изменяющаяся структура может быть создана и в одном материале. Для этого применяют различные методы, в том числе локальный высокоэнергетический нагрев, интенсивную пластическую деформацию, сварку взрывом.

Эффективным способом создания линейной градиентной структуры в титановых сплавах может быть термоводородная обработка (ТВО), основанная на обратимом легировании водородом. Вследствие большой разницы в диффузионной подвижности водорода и основных легирующих элементов возможно не только объемное, но и поверхностное наводороживание за счет управления температурно-кинетическими параметрами процесса.

Для создания линейной градиентной структуры необходимо обеспечить введение водорода только с одной стороны поверхности полуфабриката. Для защиты остальных сторон поверхности от взаимодействия с водородом можно использовать оксидные, нитридные или другие виды покрытий. Однако исследований по их стойкости при обработке в вакууме и в водородной среде практически не проводилось.

К настоящему времени накоплен большой опыт использования обратимого легирования водородом для управления структурой и свойствами титановых сплавов разных классов. Однако остаются практически не исследованы вопросы структурообразования при однонаправленном вводе

водорода. Поэтому изучение возможности применения термоводородной обработки для создания однонаправленной градиентной структуры в титановых сплавах в присутствии защитных (барьерных) покрытий является актуальной научной и практической задачей.

Цель диссертационной работы состояла в установлении закономерностей формирования фазового состава, структуры и свойств в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 при однонаправленном обратимом легировании водородом для создания в них линейной градиентной структуры, обеспечивающей высокое сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам.

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

1. Установить влияние температурных, временных и концентрационных параметров обработки на формирование оксидных и нитридных покрытий в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23;
2. Определить термическую стойкость сформированных покрытий при последующей обработке в вакууме;
3. Установить особенности формирования фазового состава и структуры при однонаправленном легировании водородом титановых сплавов ВТ6 и ВТ23 с защитными покрытиями;
4. Установить закономерности формирования фазового состава и структуры в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 при низкотемпературном вакуумном отжиге;
5. Определить влияние линейной градиентной структуры на комплекс механических свойств при статических и динамических испытаниях;
6. Определить влияние однонаправленной линейной градиентной структуры в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 на стойкость при высокоскоростном динамическом воздействии.

Научная новизна:

1. Показано, что стойкость термического оксидного покрытия при обработке в вакууме при 800°C зависит от температуры и времени предварительного окисления в печи с воздушной атмосферой. Установлено, что стабильным является оксид, сформированный при 900°C в течение 4 часов. Уменьшение времени выдержки или снижение температуры окисления приводит либо к полному, либо к частичному его растворению в вакууме. Показано, что нитридное покрытие толщиной от 0,7 до 4,2 мкм стойко к воздействию нагрева в вакууме при температуре 800°C.

2. Установлено, что защитные свойства оксидного и нитридного покрытий от проникновения водорода в титановые сплавы зависят от расчетной концентрации вводимого водорода и степени легирования сплава. Показано, что при температуре 800°C однонаправленное легирование водородом сплава ВТ6 с оксидным покрытием возможно до 0,4 масс.%, а сплава ВТ23 до 0,2 масс.%, а с нитридным покрытием – до 0,4 масс.% для обоих сплавов. При превышении этих значений концентрации водорода и, соответственно, исходного давления водорода над сплавом защитные свойства покрытий снижаются.
3. Показано, что однонаправленное легирование водородом с последующим низкотемпературным (625°C) вакуумным отжигом позволяет создать в плитах толщиной 12 мм из титановых сплавов ВТ6 и ВТ23 линейную градиентную структуру, которая по сечению полуфабрикатов изменяется от мелкодисперсной со стороны введения водорода до крупнопластинчатой с противоположной, вследствие различной интенсивности протекания фазовых и структурных превращений, связанных с обратимым легированием водородом. При этом твердость изменяется от 42 до 33 ед. HRC соответственно.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Доказана возможность создания в плитах толщиной 12 мм из сплавов ВТ6 и ВТ23 градиентной по сечению структуры, изменяющейся от мелкодисперсной до крупнопластинчатой, за счет обеспечения поглощения водорода только с одной стороны полуфабриката и изоляции остальных сторон оксидным или нитридным покрытиями.
2. Разработана технология получения в плитах из сплавов ВТ6 и ВТ23 линейной градиентной структуры, включающая: вакуумный отжиг в β -области с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры; вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана при температуре 400°C в течение 30 минут или термическое оксидирование в печи с воздушной атмосферой при 900°C в течение 4 часов; механическое удаление с одной поверхности заготовок покрытия; наводороживающий отжиг при 800°C до 0,2 масс.% для сплава ВТ23 и 0,4 масс.% для сплава ВТ6, охлаждение после поглощения заданного количества водорода со скоростью 1 К/с и последующий вакуумный отжиг в течение 8 – 10 часов при температуре 625°C. Полученные по разработанной технологии плиты показали высокое сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам при испытаниях боеприпасами калибров 5,45-мм и 7,62-мм (пулями со стальным сердечником и пулями повышенной пробиваемости).

Методология и методы исследования:

Методологической основой исследования послужили работы ведущих российских и зарубежных ученых и государственные стандарты Российской Федерации.

Диссертационная работа выполнена с использованием современных методов исследования: металлографического и рентгеноструктурного анализов, измерения твердости и микротвердости, испытаний на одноосное растяжение и ударную вязкость, испытаний на пулестойкость.

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности формирования оксидного покрытия и глубины диффузионной зоны в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 в зависимости от температуры нагрева и времени выдержки в печи с воздушной атмосферой.
2. Закономерности формирования нитридного покрытия на титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 в зависимости от времени выдержки при вакуумной ионно-плазменной обработке.
3. Закономерности формирования фазового состава и структуры в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 при однонаправленном наводороживающем отжиге.
4. Закономерности формирования фазового состава и структуры в титановых сплавах ВТ6 и ВТ23 при вакуумном отжиге.
5. Влияние линейной градиентной структуры на сопротивление высокоскоростным динамическим нагрузкам.

Степень достоверности результатов:

Все результаты получены на поверенном и сертифицированном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения. Исследования и испытания проводились в соответствии с требованиями научно-технической документации, действующей на территории Российской Федерации (ГОСТ), достоверность результатов подтверждается хорошим совпадением экспериментальных данных и теоретических расчетов, использованием методов математической статистики при обработке результатов.

Апробация результатов:

Материалы диссертационной работы доложены на 18 научно-технических конференциях и семинарах, в том числе: Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», г. Москва, 2019; IV Международной школе для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов»,

г. Екатеринбург, 2019; 20-й Международной конференции «Авиация и космонавтика», г. Москва, 2021; XX Уральской школе-семинаре металлургов - молодых ученых, г. Екатеринбург, 2020; Пятом, Шестом междисциплинарных научных форумах с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», г. Москва, 2019, 2020; Международной научно-технической конференции «Современные проблемы и направления развития металлургии и термической обработки металлов и сплавов», посвященной 150-летию со дня рождения акад. А.А. Байкова, г. Курск, 2020; Научных чтениях им. чл.-корр. РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов», г. Москва, 2020; XII Всероссийском межотраслевом молодежном конкурсе научно-технических работ и проектов «Молодежь и будущее авиации и космонавтики», г. Москва, 2020; Международная научно-практическая конференция «Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование» (ICMSSTE), г. Ялта, 2020; Международной научно-технической конференции «Современные направления и перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении» (ICMTMTE), г. Севастополь, 2019, 2020, 2021; III, V Всероссийских национальных научных конференциях студентов, аспирантов и молодых ученых «Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований», г. Комсомольск-на Амуре, 2020, 2022; XXII Научно-технической конференции ученых и специалистов РКК «Энергия», Королев, 2021; МНТК «Машиностроительные технологические системы», г. Азов, 2022.

Публикации. Результаты проведенных исследований опубликованы в 22 научных работах, из них 3 – в изданиях, входящих в перечень ВАК и 6 – в журналах, включенных в международные системы цитирования.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 215 страниц, включая 82 рисунка, 43 таблицы и список литературы из 128 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Глава 1. Состояние вопроса и постановка задач исследований

В главе приведена классификация средств поражения и классов бронезащиты, рассмотрены особенности бронирования транспортных средств. Сделан обзор материалов, применяемых для бронезащиты: металлы (стали, сплавы на основе алюминия и титана), керамика (оксиды, карбиды, нитриды), многослойные полимеры (кевлар, нейлон, фибергласс) и бронестекла.

Приведены пути повышения пулестойкости бронзащиты, в том числе за счет создания гетерогенных материалов, сочетающих твердую фронтальную и вязкую тыльную поверхность, что обеспечивает поглощение энергии удара и замедление скорости распространения трещины. Показано, что наиболее эффективными методами являются создание комбинированной многослойной брони типа «Сэндвич» из разнородных материалов, слоистого композиционного материала на основе пластичной матрицы и армирующего компонента, материала с градиентной структурой. Рассмотрены различные эффективные способы управления фазовыми и структурными превращениями и, соответственно, комплексом свойств титановых сплавов, в том числе с помощью термоводородной обработки. Показан положительный опыт ее применения для формирования в полуфабрикатах из титановых сплавов градиентной структуры.

На основе анализа литературных данных поставлена цель работы и сформулированы задачи исследований.

Глава 2. Объекты и методы исследования

Исследования проводились на образцах с размерами 25×10 мм, вырезанных из горячекатаных плит толщиной 12 и 18 мм промышленных титановых сплавов ВТ6 и ВТ23. Химический состав сплавов приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав горячекатаных плит исследуемых сплавов

Сплав	Легирующие элементы, (% масс.)*					Примеси, не более (% масс.)					
	Al	V	Mo	Cr	Fe	Fe	H	C	O	N	Zr
ВТ6	5,8	4,1	–		–	0,2	0,006	0,03	0,11	0,02	0,18
ВТ23	5,3	4,6	2,3	1,0	0,6	–	0,006	0,04	0,09	0,03	0,15
* остальное титан											

Окисление образцов проводили в электропечи с воздушной атмосферой СНОЛ-2.2,5.1,8/10-ИЗ. Осаждение анодно-оксидного покрытия проводили электрохимическим методом в гальваностатическом режиме. Нанесение микродугового (МДО) оксидного покрытия проводили в исследовательской автоматизированной установке электролитно-плазменных процессов. Низкотемпературное вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана осуществляли конденсационным методом в модифицированной установке «Булат-6Т» в смеси газов азота и аргона.

Толщину покрытий определяли методами косоугольного шлифа, вихретоковым толщиномером для диэлектрических покрытий на металлических подложках Defelsko Positector 6000 и толщиномером Calotest методом шарового истирания.

Насыщение образцов водородом проводили термодиффузионным способом в среде высокочистого водорода на установке Сивертса. Вакуумный отжиг образцов проводили в печи модели «ВЕГА-3М». Остаточную концентрацию водорода определяли спектральным методом на спектрографе ИСП-51 с электронной аналитической приставкой МОРС-1/2048/РСІ.

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе AXIO Observer.Alm при увеличениях до 1000 крат с обработкой результатов в программном комплексе ImageExpert Pro 3. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре модели ДРОН-4 в фильтрованном медном (CuK_α) излучении.

Измерение твердости по методу Роквелла осуществляли согласно ГОСТ 9013-59 на приборе Macromet 5100Т. Измерение микротвердости по методу Виккерса проводили согласно ГОСТ 9450-76 на твердомере MicroMet 5101. Обработку результатов проводили с помощью программного обеспечения MicroHardness. Статистические механические испытания на одноосное растяжение проводили согласно ГОСТ 1497 - 84 на универсальной разрывной машине TIRA Test 2300. Кратковременные динамические испытания на удар проводили согласно ГОСТ 9454 - 78 на универсальном маятниковом копре ТКМ-300.

Испытания на пулестойкость проводили на дистанциях 10 и 100 метров с использованием ручного стрелкового оружия калибров 5,45-мм, 7,62-мм и 8,6-мм (.338 LM) пулями со стальным сердечником, пулями повышенной пробиваемости, бронебойным пулями и пулями НРВТ.

Глава 3. Исследование влияния параметров термической и химико-термической обработок на формирование барьерных покрытий на титановых сплавах

В главе рассмотрена возможность создания барьерных покрытий на титановых сплавах ВТ6 и ВТ23, стойких к проникновению водорода. На первом этапе работы было исследовано влияние температурных, временных и концентрационных параметров различных видов обработки на структуру поверхности и толщину покрытий. Формирование оксидных покрытий проводили в печах с воздушной атмосферой в интервале температур от 550° до 900°С при времени выдержки 4 часа. Толщина оксидного покрытия изменяется от 0 мкм при 550°С до 130 мкм при 900°С (табл. 2). Стойкость покрытий вначале определяли при обработке в вакууме при температуре 800°С. Установлено, что происходит полное или частичное растворение оксидных покрытий, сформированных в процессе изотермической выдержки в интервале температур от 550° до 800°С. При обработке в вакууме

сохраняется только покрытие, сформированное при температуре 900°C, при этом наблюдается увеличение протяженности альфированного слоя, обусловленное диффузией кислорода вглубь металла в процессе изотермической выдержки.

Толщина нитридных покрытий, сформированных вакуумной ионно-плазменной обработкой при 400°C, зависит от времени выдержки и изменяется от 0,7 мкм при 5 минутах до 4,3 мкм при 60 минутах. А толщина МДО-покрытий изменяется от 3,8 мкм до 5,5 мкм при увеличении напряжения с 450 В до 470 В (табл. 2). Проведенные исследования показали что, нитридные и МДО-покрытия стойки при обработке в вакууме и их толщина не изменяется. Анодно-оксидные покрытие толщиной 1,8 мкм, сформированное при электрохимическом анодировании, полностью растворяются при нагреве в вакууме.

Таблица 2 – Толщина покрытий на образцах из сплавов ВТ6 и ВТ23 в зависимости от вида и режима формирования

Сплав	Вид обработки	Режим обработки	Толщина покрытия с альфированным слоем, мкм
ВТ6	Термическое окисление в воздушной атмосфере	550°C, 4 часа	0
		600°C, 4 часа	0
		650°C, 4 часа	0
		700° С, 4 часа	15
		800°C, 4 часа	110
		900° С, 4 часа	130
	Вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана	400°C, 5 мин	0,7
		400°C, 20 мин	1,8
		400°C, 30 мин	2,7
		400°C, 45 мин	3,5
		400°C, 60 мин	4,2
	Микродуговое оксидирование	450 В, 5 мин	3,8
		460 В, 5 мин	4,6
		470 В, 5 мин	5,5
ВТ23	Термическое окисление в воздушной атмосфере	900° С, 4 часа	210
	Вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана	400°C, 30 мин	2,6

Аналогичные исследования, проведенные на образцах из сплава ВТ23, показали, что после термического окисления при температуре 900°С в течение 4 часов в печах с воздушной атмосферой на поверхности образцов формируется бездефектное сплошное покрытие толщиной 250 мкм, стойкое к нагреву в вакууме. Нитридное покрытие толщиной 2,6 мкм, сформированное вакуумным ионно-плазменным напылением при температуре 400°С в течение 30 минут, также не растворяется при последующей обработке в вакууме (табл. 2).

Таким образом, для дальнейших исследований было выбрано три типа покрытий: оксидное, полученное при температуре 900°С в течение 4 часов; нитридное, сформированное при ионно-плазменном напылении при температуре 400°С в течение 30 минут; покрытие, полученное микродуговым оксидированием при напряжении 450 В.

Глава 4. Формирование линейных градиентных структур в двухфазных титановых сплавах при термоводородной обработке

Для создания однородной крупнопластинчатой структуры, обеспечивающей высокую вязкость разрушения, плиты из сплавов ВТ6 и ВТ23 были отожжены в β -области с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры (рис. 3).

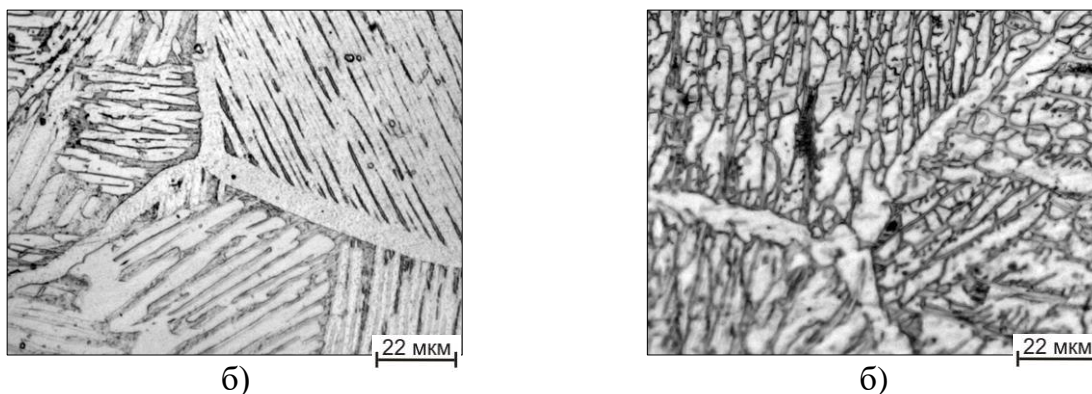


Рисунок 3 – Структура плит из сплавов ВТ6 (а) и ВТ23 (б) толщиной 12 мм после отжига в β -области

Исследованы особенности формирования фазового состава и структуры в образцах из сплавов ВТ6 и ВТ23 при однонаправленном наводороживающем отжиге. Для этого пять сторон образца защищали покрытием: оксидным, нитридным или МДО, одну сторону оставляли свободной от покрытия. Наводороживание проводили при температуре 800°С в интервале концентраций от 0,2% до 0,6 масс. %. По окончании процесса поглощения осуществляли ускоренное охлаждение, чтобы обеспечить различную степень завершенности $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения по сечению образца.

Проведенные металлографические и рентгеноструктурные исследования показали, что по мере удаления от поверхности, вследствие снижения содержания водорода, происходит последовательная смена структур: $(\alpha''+\beta) \rightarrow (\alpha''+\beta+\alpha) \rightarrow (\alpha+\beta)$, т.е. формируется линейная или однонаправленная градиентная структура (рис. 4). Установлено, что глубина проникновения водорода и стойкость покрытия зависят от его расчетной концентрации (табл. 3). Оксидные и нитридные покрытия устойчивы до концентрации 0,4 масс.% водорода включительно (рис. 4). При больших концентрациях водорода (0,5 – 0,6%) со стороны барьерного покрытия так же формируются $(\alpha''+\beta)$ - и $(\alpha''+\beta+\alpha)$ - структуры, что свидетельствует о проникновении водорода (табл. 3).

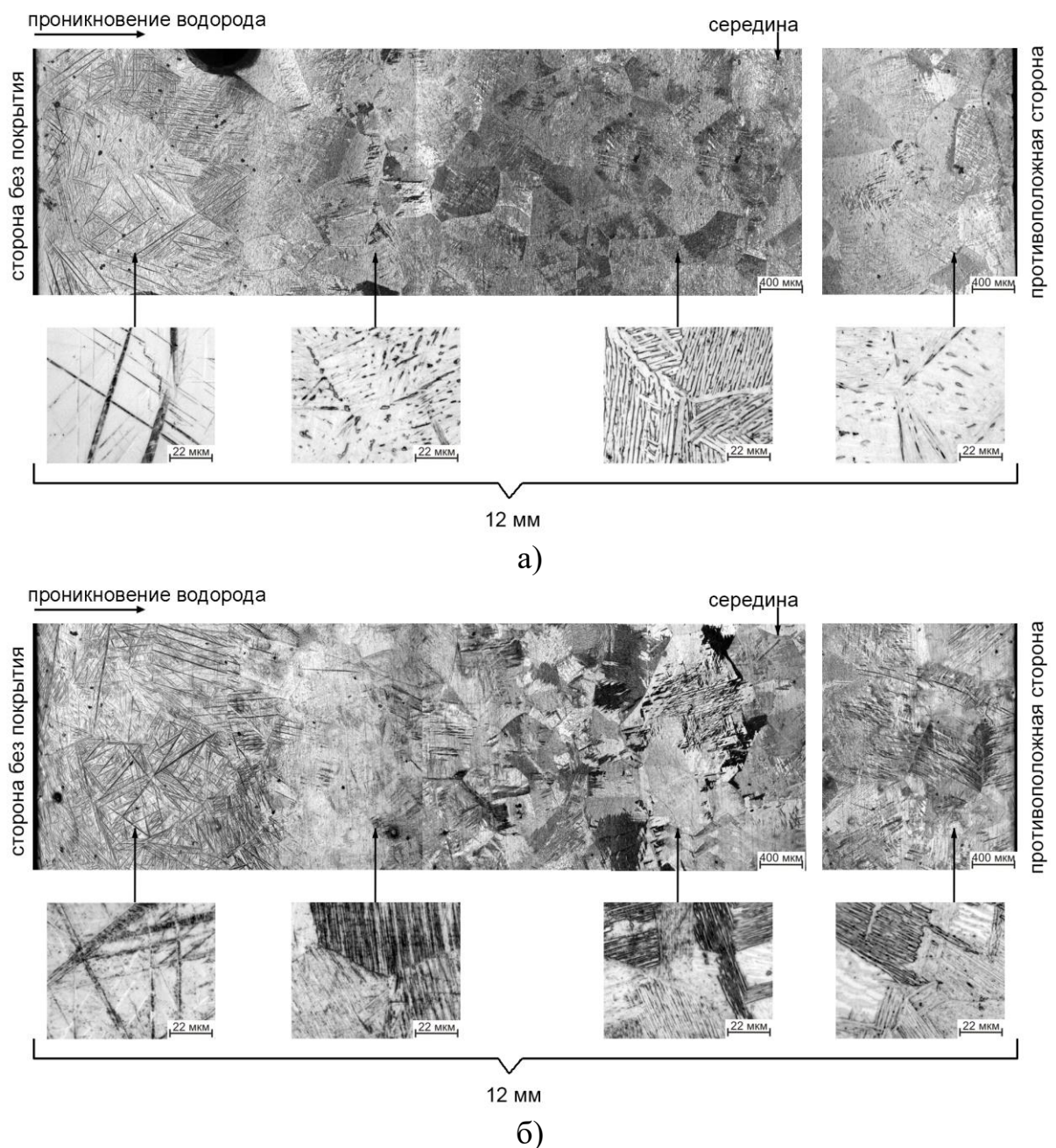
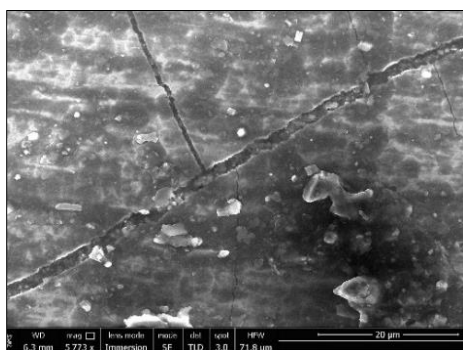


Рисунок 4 – Изменение структуры по толщине образцов из сплава ВТ6 после введения 0,4 масс.% водорода в присутствии оксидного (а) и нитридного (б) барьерных покрытий

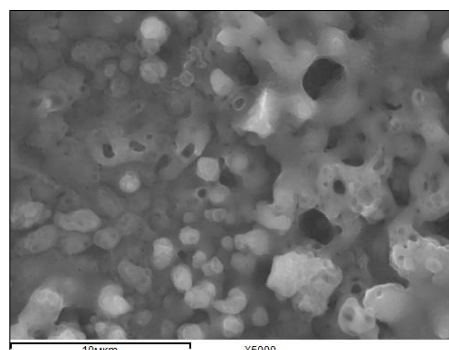
Таблица 3 – Влияние типа барьерного покрытия и расчетной концентрации вводимого водорода на глубину его проникновения в образцах из сплава ВТ6

Тип покрытия	Концентрация водорода, масс. %	Глубина проникновения водорода, мкм	
		сторона без покрытия	стороны с покрытием
Оксидное покрытие 900°С, 4 часа	0,3	1800	50
	0,4	2800	50
	0,5	3000	1000
	0,6	4000	3000
Нитридное покрытие 400°С, 30 мин	0,3	2300	0
	0,4	4500	0
	0,5	3800	200
	0,6	2500	2200
Нитридное покрытие 400°С, 45 мин	0,5	3000	2600
	0,7	6400	6100
Микродуговое покрытие 450В, 5 мин	0,4	1400	1500

Снижение защитных свойств оксидного покрытия связано с его частичным «растворением» под действием водорода, а нитридного покрытия – с образованием трещин вследствие остаточных напряжений, сохраняющихся после напыления и увеличивающихся в процессе наводороживающего отжига (рис. 5 а). МДО-покрытие не препятствовало прохождению водорода, что обусловлено его микропористой структурой (рис. 5 б).



а)



б)

Рисунок 5 – Структура нитридного барьерного покрытия, напыленного в течение 45 минут (а) и микродугового барьерного покрытия, сформированного при напряжении 450 В в течение 5 минут, на образцах из сплава ВТ6 после наводороживающего отжига при 800°С до концентраций водорода 0,5 (а) и 0,4 (б) масс. %

На образцах из сплава ВТ23 получены аналогичные закономерности изменения макро- и микроструктуры по толщине образцов в процессе однонаправленного наводороживающего отжига. В таблице 4 представлены данные по глубине проникновения водорода со стороны, свободной от барьерного покрытия и со сторон, защищенных этим покрытием. Большая глубина проникновения водорода в сплаве ВТ23 объясняется более интенсивной диффузией водорода в процессе наводороживающего отжига за счет большего количества β -фазы.

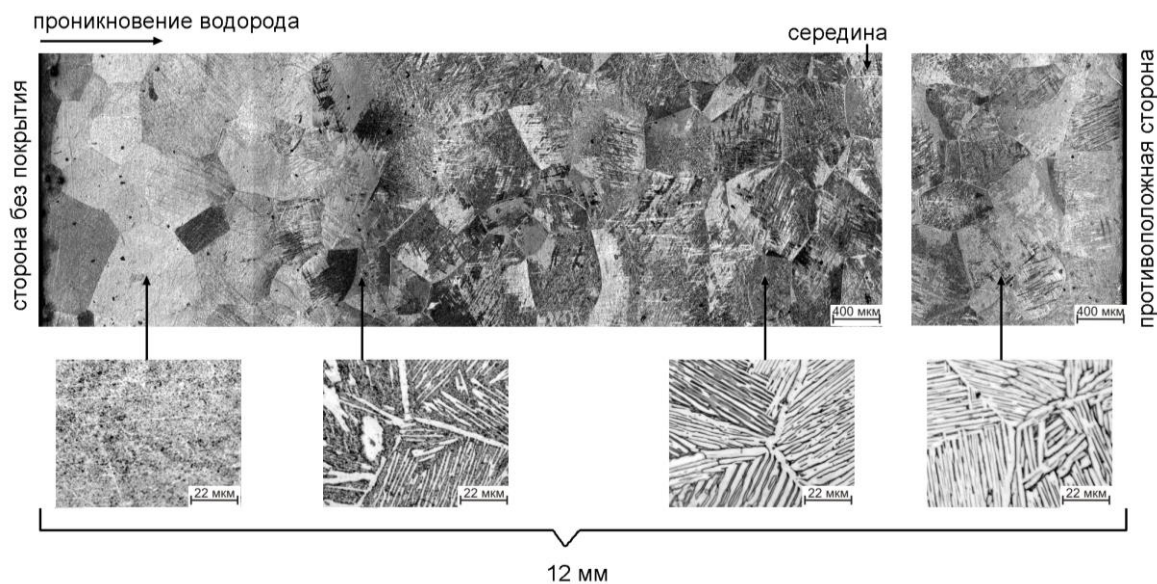
Таблица 4 – Влияние типа барьерного покрытия и расчетной концентрации вводимого водорода на глубину его проникновения в образцах из сплава ВТ23

Тип покрытия	Концентрация водорода, масс. %	Глубина проникновения водорода, мкм	
		сторона без покрытия	стороны с покрытием
Оксидное покрытие 900°С, 4 часа	0,2	3000	50
	0,4	5500	50
Нитридное покрытие 400°С, 30 мин	0,2	4000	0
	0,4	6600	0

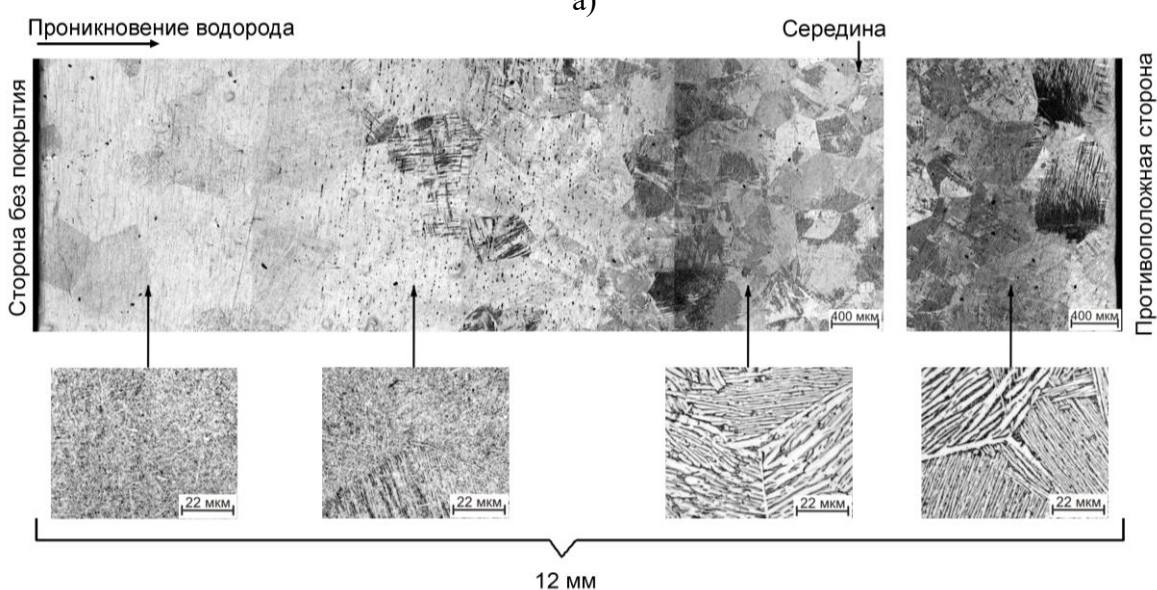
Для удаления водорода до безопасной концентрации и формирования конечной градиентной структуры был проведен низкотемпературный вакуумный отжиг при температуре 625°С.

В процессе дегазации при низкотемпературном вакуумном отжиге развивается $\beta \rightarrow \alpha$ - превращение. В приповерхностных слоях со стороны, не защищенной покрытием перед наводороживающим отжигом, в результате вакуумного отжига формируется мелкодисперсная структура. По мере удаления от поверхности вглубь образца наблюдается уменьшение степени дисперсности структурных составляющих вследствие уменьшения количества водородосодержащей распадающейся β -фазы (рис. 6). Твердость поверхностного слоя с дисперсной $(\alpha+\beta)$ - структурой составила 40 – 41 ед. HRC, а с противоположной стороны (с неизменной крупнопластинчатой $(\alpha+\beta)$ - структурой) – 33 – 34 ед. HRC.

Аналогичные закономерности изменения микроструктуры в процессе вакуумного отжига происходят и в образцах из сплава ВТ23. Отличие заключается только в более протяженном слое с преобразованной структурой при таких же режимах обработки.



а)



б)

Рисунок 6 – Изменение микроструктуры по толщине образцов из сплава ВТ6 после введения 0,4 масс.% водорода и вакуумного отжига при 625°C в присутствии оксидного (а) и нитридного (б) барьерных покрытий

Для определения механических свойств были сформированы три типа структур: объемная мелкодисперсная, объемная крупнопластинчатая и линейная градиентная структура (только для ударных образцов). Получить линейную градиентную структуру на «гагаринских» образцах с поперечным сечением 6 мм не представляется возможным.

Крупнопластинчатая структура обеспечивает высокие значения ударной вязкости, но низкие значения прочности. Мелкодисперсная ($\alpha+\beta$)-структура приводит к существенному увеличению предела прочности и резкому уменьшению пластичности и ударной вязкости. Создание в образцах дисперсной структуры с одной стороны и крупнопластинчатой структуры с противоположной стороны обеспечило повышенную ударную вязкость (табл. 5).

Таблица 5 – Механические свойства образцов из сплавов ВТ6 и ВТ23 в зависимости от типа структуры

Сплав	Барьерное покрытие	Режим обработки	Тип структуры	KCU, МДж/м ²	σ_B , МПа	δ , %
ВТ6	–	ТВО: C _H =0,6%	мелкодисперсная	0,30	1010	3,7
	–	отжиг в β -области при 990°C	крупно-пластинчатая	0,65	960	9,0
	оксидное	ТВО: C _H =0,4%*	линейная градиентная	0,45	–	–
	нитридное	ТВО: C _H =0,4%*	линейная градиентная	0,50	–	–
ВТ23	–	ТВО: C _H =0,6%	мелкодисперсная	0,29	1155	1,9
	–	отжиг в β -области при 960°C	крупно-пластинчатая	0,63	920	18,0
	нитридное	ТВО: C _H =0,2%*	линейная градиентная	0,43	–	–

* Ускоренное охлаждение проводилось сразу после завершения поглощения водорода
C_H – расчетная концентрация водорода



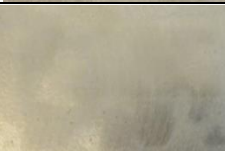
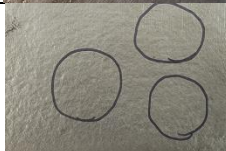


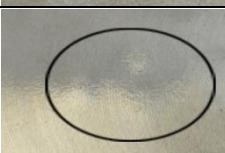







Глава 5. Разработка технологии создания материалов на основе титановых сплавов с повышенными характеристиками динамической стойкости

По результатам зачетных выстрелов из ручного стрелкового оружия была определена пулестойкость пластин из сплавов ВТ6 и ВТ23 с линейной градиентной структурой. При испытаниях пластины располагали фронтальной стороной с мелкодисперсной ($\alpha+\beta$)- структурой к траектории движения пули.





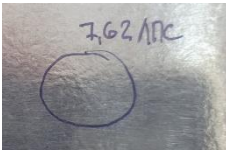



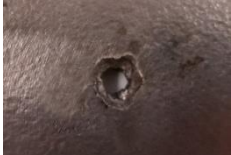
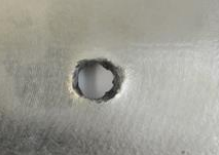


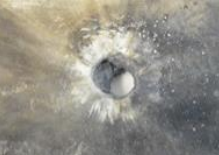



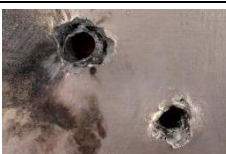

Пластины из сплавов ВТ6 и ВТ23 с объемной крупнопластинчатой структурой прошли испытания только боеприпасом калибра 5,45-мм с пулей со стальным сердечником (ПС).

Пластины из сплавов ВТ6 и ВТ23 толщиной 12 мм с линейной градиентной структурой выдержали выстрелы боеприпасами калибра 5,45-мм пулями со стальным сердечником (ПС) и пулями повышенной пробиваемости (ПП) (табл. 6). Во всех случаях на фронтальной стороне образуются ямки глубиной до 6,0 мм для сплава ВТ6 и до 3,0 мм для сплава ВТ23. На тыльной стороне пластин остаточная деформация и трещины отсутствуют. Пластина из сплава ВТ23 выдержала выстрелы калибром 5,45-мм боеприпасом с бронебойной пулей (БП).

Таблица 6 – Результаты испытаний на пулестойкость пластин из сплавов ВТ6 и ВТ23 с линейной градиентной структурой

Калибр	Вес пули, гр	Скорость соударения V_{10} , м/с	Энергия соударения E_{10} , кДж	Сторона пластины	Пластина из ВТ6, толщиной 12 мм	Пластина из ВТ6, толщиной 18 мм	Пластина из ВТ23, толщиной 12 мм
5,45-мм, ПС	3,4	881	1360	фронтальная		–	
				тыльная		–	
				результат	непробитие		непробитие
5,45-мм, ПП	3,6	865	1285	фронтальная		–	
				тыльная		–	
				результат	непробитие		непробитие
5,45-мм, БП	4,0	869	1510	фронтальная			
				тыльная			
				результат	пробитие	непробитие	непробитие

Продолжение таблицы 6

Калибр	Вес пули, гр	Скорость соударения V_{10} , м/с	Энергия соударения E_{10} , кДж	Сторона пластины	Пластина из ВТ6, толщиной 12 мм	Пластина из ВТ6, толщиной 18 мм	Пластина из ВТ23, толщиной 12 мм
7,62-мм, ЛПС	9,6	848	3400	фронтальная			
				тыльная			
				результат	пробитие	непробитие	пробитие
7,62-мм, ПП	9,5	855	3355	фронтальная			
				тыльная			
				результат	пробитие	пробитие	пробитие
7,62-мм, Б-32	10,4	832	3520	фронтальная			
				тыльная			
				результат	пробитие	пробитие	пробитие

Увеличение толщины пластин до 18 мм из сплава ВТ6 позволило увеличить пулестойкость к выстрелам калибром 5,45-мм с бронебойной пулей (БП) и выстрелам калибром 7,62-мм пулей со стальным сердечником (ЛПС). На фронтальной стороне пластин образуются углубления до 13 мм, а на тыльной появляется незначительная выпуклость с трещинами (табл. 6).

Таким образом проведенные испытания показали, что пулестойкость пластин из сплава ВТ23 выше, чем из сплава ВТ6.

Выводы по работе

1. Изучено влияние температурных, временных и концентрационных параметров обработки на формирование термического, электрохимического, микродугового оксидного, ионно-плазменного нитридного покрытий на поверхности образцов из титановых сплавов ВТ6 и ВТ23. Показано, что в зависимости от температуры нагрева толщина оксидного покрытия изменяется от 10 мкм при температуре 700°C до 130 мкм при температуре 900°C; толщина анодно-оксидного покрытия составляет 3,5 мкм; толщина микродугового покрытия изменяется от 3,7 мкм при напряжении анода 450 В до 5,9 мкм при 470 В, а толщина нитридного покрытия – от 0,7 мкм при напылении в течение 5 минут до 7,3 мкм при напылении в течение 60 минут при температуре 400°C.
2. Исследована стойкость сформированных покрытий на образцах из сплавов ВТ6 и ВТ23 при обработке в вакууме при температуре 800°C. Установлено, что из всех термических оксидных покрытий устойчиво только покрытие, сформированное при 900°C в течение 4 часов. Показано, что уменьшение времени выдержки или снижение температуры нагрева приводит либо к полному, либо к частичному растворению покрытия. Установлено, что анодно-оксидное покрытие полностью растворяется при нагреве в вакууме, а микродуговое оксидное и ионно-плазменное нитридное покрытия стойки к воздействию нагрева в вакууме.
3. Изучены защитные свойства покрытий на образцах из сплавов ВТ6 и ВТ23 от проникновения водорода при наводороживающем отжиге при 800°C. Установлено, что барьерные свойства оксидного и нитридного покрытий зависят от расчетного количества вводимого водорода и степени легирования сплава. Показано, что защитные свойства оксидного покрытия сохраняются до концентрации 0,4 масс.% для сплава ВТ6 и до 0,2 масс.% для сплава ВТ23; нитридное покрытие эффективно работает на

обоих сплавах до концентрации 0,4 масс.%, микродуговое оксидное покрытие не защищает образцы от проникновения водорода.

4. Методами металлографического и рентгеноструктурного анализов установлены закономерности фазовых превращений и структурообразования в сплавах VT6 и VT23 при однонаправленном поверхностном наводороживающем отжиге. Показано, что вследствие различной диффузионной подвижности атомов водорода и основных легирующих элементов в условиях ускоренного охлаждения сразу после поглощения заданного количества водорода возникает градиент его концентраций, что приводит к различной интенсивности завершения $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения по сечению полуфабриката. Происходит плавный переход от мартенситной структуры полуфабриката с одной стороны до двухфазной равновесной ($\alpha + \beta$)-структуры с противоположной
5. Изучено влияние концентрации вводимого водорода на глубину слоя с преобразованной структурой. Показано, что с увеличением содержания водорода от 0,3% до 0,4% наблюдается увеличение глубины преобразованного слоя с 1800 до 2800 мкм и с 2300 до 4500 мкм для сплава VT6, соответственно, с оксидным и нитридным барьерным покрытиями, и с 4000 до 6600 мкм для сплава VT23 с нитридным покрытием.
6. Установлено, что при однонаправленном поверхностном наводороживании содержание водорода в поверхности на 0,2 масс.% больше, чем рассчитанное на объем образца.
7. Методами металлографического и рентгеноструктурного анализов изучены закономерности фазовых и структурных превращений в сплавах VT6 и VT23 при низкотемпературном вакуумном отжиге. Показано, что температура 625°C обеспечивает условия, при которых в процессе дегазации зарождение новых частиц α -фазы преобладает над процессами их роста.
8. Показано, что при термоводородной обработке с однонаправленным наводороживающим отжигом в плитах из титановых сплавов VT6 и VT23 формируется линейная градиентная структура, которая изменяется от мелкодисперсной со стороны введения водорода до крупнопластинчатой с противоположной, при этом твердость по сечению полуфабриката изменяется от 42 до 33 ед. HRC.

9. Разработана технология получения в плитах из сплавов ВТ6 и ВТ23 линейной градиентной структуры, включающая: вакуумный отжиг в β -области с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры; вакуумное ионно-плазменное напыление нитрида титана при температуре 400°C в течение 30 минут или термическое оксидирование в печи с воздушной атмосферой при 900°C в течение 4 часов; механическое удаление с одной поверхности заготовок покрытия; наводороживающий отжиг при 800°C до 0,2 масс.% для сплава ВТ23 и 0,4 масс.% для сплава ВТ6, охлаждение после поглощения заданного количества водорода со скоростью 1 К/с и последующий вакуумный отжиг в течение 8 – 10 часов при температуре 625°C.
10. Проведены испытания на пулестойкость пластин из титановых сплавов ВТ6 и ВТ23 толщиной 12 и 18 мм с линейно-изменяющейся по сечению структурой, полученной по разработанной технологии, и плит с объемной крупнопластинчатой структурой, полученной отжигом в β -области. Показано, что образцы с линейной градиентной структурой стойки к высокоскоростным динамическим нагрузкам при испытании на пулестойкость к боеприпасам калибров 5,45-мм и 7,62-мм с пулями со стальным сердечником и пулями повышенной пробиваемости, а образцы с объемной крупнопластинчатой структурой – не соответствуют указанным требованиям

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

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

1. O.N. Gvozdeva, The correlation among chemical composition, structure and mechanical properties in titanium alloys for the elements with increased dynamic ability / Gvozdeva O.N., Stepushin A.S., Shalin A.V. // IOP Conf. Series Materials Science and Engin., 2019, V. 709, Issue 1, article № 022082, pp. 1- 5
2. S.V. Skvortsova, Gradient structure formation in titanium alloys using thermohydrogen treatment technology / Skvortsova S.V., Gvozdeva O.N., Shalin A.V., Stepushin A.S. // IOP Conf. Series Materials Science and Engin, 2020, V. 848, article № 012025, pp. 1- 9,
3. O.N. Gvozdeva, Oxide films resistance to hydrogen penetration in VT6 titanium alloy / Gvozdeva O.N., Stepushin A.S., Shalin A.V. // IOP Conf. Series Materials Science and Engin, 2020, Volume 889, Issue 1, article № 012005, pp.1-7

4. O.N. Gvozdeva, Influence of concentration-time parameters on nitride coatings formation on VT6 titanium alloy and their stability during subsequent treatment / Gvozdeva O.N., Shalin A.V., Stepushin A.S., Ovchinnikov A.V. // IOP Conf. Series Materials Science and Engin, 2020, V. 971, Issue 1, article № 052016, pp. 1- 5
5. O.N. Gvozdeva, Formation of a unidirectional gradient structure in titanium alloy using reversible hydrogen alloying / Gvozdeva O.N., Stepushin A.S., Shalin A.V., Zaynetdinova G.T. // Non-ferrous Metals, Q3, 2021, с. 34-40, 2021, DOI: 10.17580/nfm.2021.01.05 2021,
6. O.N. Gvozdeva, Influence of the titanium nitride deposition duration during vacuum ion-plasma treatment on the resistance of coatings in a hydrogen atmosphere / Stepushin A.S., Gvozdeva O.N., Shalin A.V., Sarychev S.M. // Key Engineering Materials, Q4, 2021, Vol. 910, pp 754-759

**Список публикаций в рецензируемых журналах,
входящих в перечень ВАК**

1. С.В. Скворцова, Создание «линейной» градиентной структуры в титановом сплаве ВТ6 / Скворцова С.В., Гвоздева О.Н., Шалин А.В., Степушин А.С. // Титан, №3, 2019, Москва, с. 25-31;
2. С.В. Скворцова, Создание барьерных покрытий с помощью термической и термохимической обработки для формирования однонаправленных градиентных структур в двухфазных титановых сплавах / Скворцова С.В., Гвоздева О.Н., Степушин А.С., Шалин А.В., Сарычев С.М., // Журнал неорганической химии, 2021, том 66, № 8, с. 1070-1076, DOI: 10.31857/S0044457X21080274
S.V.Skvorcova, Protective coatings formation using thermal and thermochemical treatment to create «unidirectional» gradient structures in VT6 titanium alloy / Skvorcova S.V., Gvozdeva O.N., Shalin A.V., Stepushin A.S., Sarychev S.M. // Russian Journal of Inorganic Chemistry, 2021, Q4, Vol. 66, № 8, pp. 1176–1182
3. С.В. Скворцова, Исследование стойкости пластин из сплава ВТ6 с линейно изменяющейся градиентной структурой к направленному высокоскоростному воздействию / Скворцова С.В., Гвоздева О.Н., Степушин А.С., Шалин А.В., // Деформация и разрушение материалов, №5, 2022, с. 26 - 32