

УДК 669.017.163:669.295

ЕВОЛЮЦІЯ МІКРОСТРУКТУРИ ПРИПОВЕРХНЕВОГО ШАРУ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ VT1-0 ЗА ДИFUЗІЙНОГО НАСИЧЕННЯ КИСНЕМ

В. М. ФЕДІРКО, А. Т. ПІЧУГІН, О. Г. ЛУК'ЯНЕНКО, В. С. ТРУШ

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

На прикладі титанового сплаву VT1-0 проілюстровано еволюцію мікроструктури приповерхневого шару металу залежно від рівня його регламентованого градієнтного твердорозчинного зміцнення. Показано, що за цих умов формується певний тип мікроструктури.

Ключові слова: *мікроструктура, дислокації, титановий сплав, приповерхневий шар, твердорозчинне зміцнення.*

В останні роки, досліджуючи твердорозчинне зміцнення титанових сплавів, основну увагу концентрують на визначенні факторів, які поліпшують втомні властивості металу.

Виявлено, що регламентованим градієнтним твердорозчинним зміцненням (РГТЗ) приповерхневих шарів металу за дифузійного насичення елементами втілення можна підвищити втомну довговічність титанових сплавів за різних умов навантаження [1–4]. Встановлені деякі аспекти фізичної природи такого зміцнення сплаву VT1-0. Зокрема, зіставлені рівень РГТЗ та властивості приповерхневого шару металу: напружений стан, параметри кристалічної ґратки, розмір субзеренної структури. Однак отримані результати не давали однозначної відповіді про природу виявленого ефекту – поліпшення втомних властивостей титанових сплавів РГТЗ.

Змінюючи дислокаційну структуру металу, можна суттєво впливати на його механічні та фізичні властивості [5–8]. За дифузійного насичення титанового сплаву домішками втілення виникає градієнт їх концентрації в приповерхневому шарі, що спричиняє залишкові напруження, а відтак, за дії напружень і температури – зміну у ньому дислокаційної структури [9]. Тому можна припустити, що після деякого РГТЗ утворюватиметься відповідна дислокаційна структура. Однак у літературі про це відсутня інформація. Тому нижче зроблено спробу висвітлити це питання. Зокрема, встановити відмінності мікроструктури приповерхневого шару сплаву VT1-0 залежно від твердорозчинного зміцнення домішкою втілення (киснем).

Матеріал та методика. Досліджували титановий сплав VT1-0 (технічно чистий титан, ГОСТ 22178-76). Для формування вихідного фазово-структурного стану (зняття залишкових напружень, видалення водню, гомогенізації й стабілізації структури) зразки відпалювали у вакуумі за режимом: $T = 800^\circ\text{C}$, $t = 1 \text{ h}$, тиску повітря $P = 0,05 \text{ mPa}$, швидкості натікання $I = 0,1 \text{ mPa}\cdot\text{dm}^3\cdot\text{s}^{-1}$. Зміцнені шари формували, насичуючи зразки у розрідженому кисневмісному газовому середовищі: $P = 1,33\cdot 10^{-4} \dots 1,33\cdot 10^{-3} \text{ Pa}$, $I = 5\cdot 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}$, $T = 750^\circ\text{C}$, $\tau = 3 \text{ h}$. На плоских зразках ($10\times 15 \text{ mm}$) товщиною $\sim 1,0 \text{ mm}$ сформували приповерхневі зміц-

нені шари глибиною 60...80 μm з градієнтним розподілом домішки втілення. Зміцнення оцінювали за мікротвердістю металу по перерізу зразка та рівнем зміцнення поверхні K , який визначали за відносним приростом мікротвердості поверхні: $K = ((H_{\mu}^f - H_{\mu}^c) / H_{\mu}^c) \cdot 100\%$, де H_{μ}^f та H_{μ}^c – середні значення мікротвердості поверхні та серцевини металу відповідно.

Готували зразки для електронно-мікроскопічних досліджень так. Стоншували їх до 60...65 μm з умовою, щоб зразок вміщав шар металу з потрібним рівнем зміцнення K , а саме: 20...40; 40...70 та 70...100%. Далі з них вирізали шайби діаметром $\sim 5,0$ mm, які після електролітичного полірування до відповідної товщини вивчали на трансмісійному електронному мікроскопі JEM-100CX II (JEOL, Японія).

Вибір рівня зміцнення не випадковий, адже попередні дослідження виявили, що втомні властивості α -сплавів титану (довговічність за малоциклового чистого та обертового згину, опірність руйнуванню під статичним навантаженням) можна поліпшити лише регламентованим зміцненням [1–4]. Нагадаємо, що максимальний приріст втомних характеристик зразків зі сплаву ВТ1-0 зафіксований у діапазоні $40\% < K < 70\%$, тому таке РГТЗ надалі називатимемо “оптимальним” РГТЗ, менший за $20\% < K < 40\%$ – “дооптимальним”, а в інтервалі $70\% < K < 100\%$ – “понадоптимальним”.

Результати та їх обговорення. Оскільки дифузійно насичували елементами втілення за температури, яка перевищує температурний діапазон рекристалізації сплаву (600...700°C) [10], то, очевидно, дислокаційна структура активно утворюватиметься під час охолодження. За твердорозчинного зміцнення, як і за наклепу, зростає на кілька порядків густина дислокацій, формується коміркова дислокаційна субструктура, спотворюється кристалічна ґратка й виникають внутрішні напруження. Вільне переміщення дислокацій утруднюється, оскільки починає діяти механізм дислокаційного (субструктурного) зміцнення.

Робоча температура виробів зі сплаву не перевищує 300°C. Згідно з картою “швидкість деформації–температура” для титану за низьких температур (нижче $0,4 \cdot T_m$) та малих швидкостей деформування основним механізмом деформації є ковзання дислокацій [11]. Тут зміцнений шар відіграє роль екранувального бар’єра для руху дислокацій, тобто утруднює їх пересування, у результаті чого підвищуються міцність і опір повзучості, а також утомна довговічність приповерхневого шару і виробу [12]. Отже, для прогнозування фізико-механічних характеристик виробів необхідно мати інформацію про структуру металу. Зокрема, не лише про густину дислокацій, але й про їх взаємне розташування. За результатами трансмісійної електронної мікроскопії детально вивчено мікроструктуру титанового сплаву залежно від рівня РГТЗ.

Вихідний стан. У мікроструктурі відпаленого незміцненого титану відсутні дефекти як по тілу зерна, так і на його межах, а також передвиділення фаз та поля напружень навколо них (рис. 1a).

“Дооптимальне” РГТЗ. Тут у мікроструктурі зафіксовано збільшення густини дислокацій на межах та по тілу зерна; хаотичне розташування вигнутих відрізків дислокацій, частина з яких не зв’язані між собою; незначне декорування дислокацій домішками втілення (киснем) (рис. 1b). Такі вигнуті ланцюжки утворилися, ймовірно, в результаті формування зміцненого шару, оскільки у вихідному стані їх не виявлено.

“Оптимальне” РГТЗ. Згідно з одним із основних синергетичних підходів, дислокації, які генерує твердорозчинне зміцнення, замість очікуваної хаотичної поведінки самостійно еволюціонують у стійкі дисипативні структури, формуючи в зміцненому матеріалі просторові утвори у вигляді комірок. Також відомо, що рушійною силою перебудови дислокаційних субструктур є прагнення їхнього

ансамблю до мінімізації внутрішньої енергії: за однакової густини реалізується просторове розподілення дислокацій, яке відповідає меншій енергії. Тому зі збільшенням зміцнення активно розвивається коміркова дислокаційна структура, а всі інші зникають: хаотично розташовані дислокації та локальні скупчення трансформуються у впорядковану структуру [13, 14].

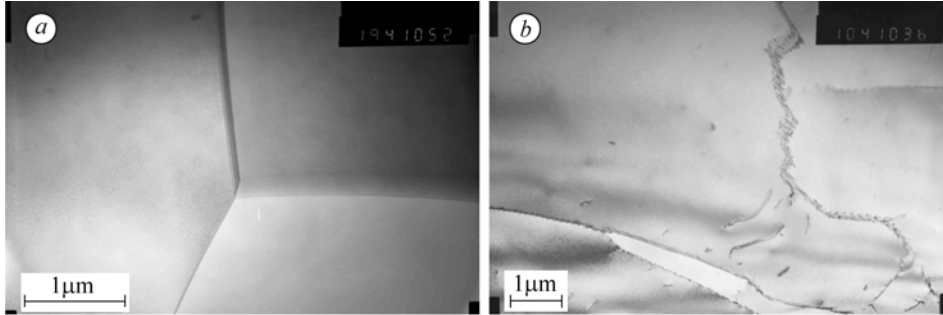


Рис. 1. Мікроструктура титанового сплаву BT1-0 за різного рівня РГТЗ: *a* – вихідний стан, $\times 19000$; *b* – “дооптимальне” РГТЗ ($20\% < K < 40\%$), $\times 10000$.

Fig. 1. Microstructure of BT1-0 titanium alloy at different levels of regulated interstitial solid solution strengthening (RISS): *a* – initial condition, $\times 19000$; *b* – “up to the optimal” level of RISS ($20\% < K < 40\%$), $\times 10000$.

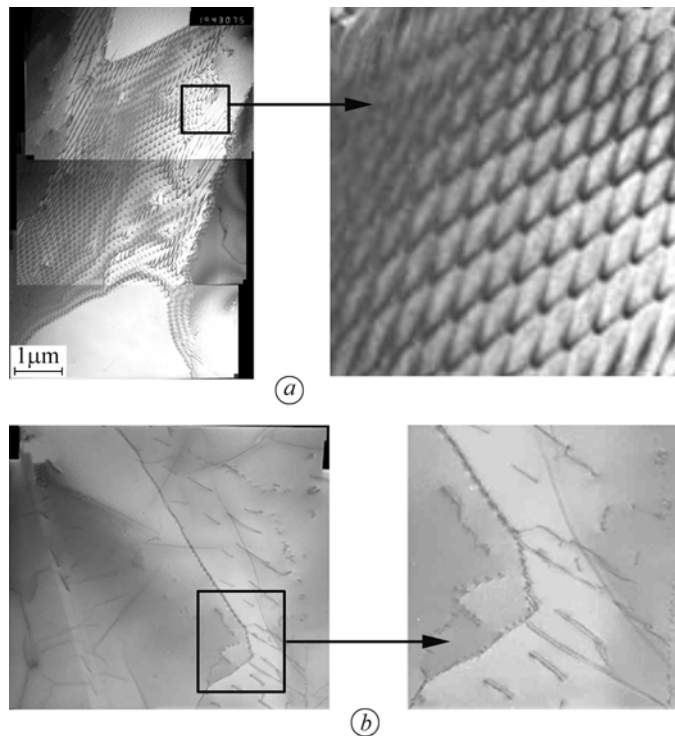


Рис. 2. Мікроструктура титанового сплаву BT1-0 за “оптимального” РГТЗ ($40\% < K < 70\%$): *a* – $\times 19000$; *b* – $\times 72000$.

Fig. 2. Microstructure of BT1-0 titanium alloy for the “optimal” RISS ($40\% < K < 70\%$): *a* – $\times 19000$; *b* – $\times 72000$.

Підтверджує вищесказане впорядкована коміркова дислокаційна структура за “оптимального” РГТЗ (рис. 2), якій властива анігіляція дислокацій всередині комірки і їх скупчення на межах субзерен. Деякі з них вибудовуються вздовж прямих і формують так звані дислокаційні стінки.

Через велику протяжність меж комірок забезпечується максимально можливе розчинення елементів втілення (кисню): досягається найбільша густина дислокацій [14]. Рівноважна розчинність домішок втілення біля меж субзерен, дислокацій та інших дефектів ґратки підвищується [14], що підтверджує максимальне збільшення відношення параметрів кристалічної ґратки c/a [3].

Особливістю коміркової дислокаційної структури важкоплавких металів є те, що пластична деформація переважно відбувається межами субзерен [14]. Межі комірок діють на рухому дислокацію під час деформування, як і межі зерен, тому енергоємність деформування такої структури значно зростає проти вихідного стану, оскільки збільшується кількість мікрооб’ємів, які одночасно (внаслідок упорядкованості структури) беруть участь у деформуванні. Необхідно підкреслити, що за такого РГТЗ виявлено значне декорування дислокацій елементами втілення, зокрема киснем, і досягнуто граничну його концентрацію в кристалічній ґратці. Тому з подальшим збільшенням рівня РГТЗ слід очікувати виділення субоксидів титану по тілу зерна або його межами через перенасичення твердого розчину киснем, зменшення внутрішніх напружень у зміцненому шарі металу і, як наслідок, розупорядкування дислокаційної структури.

“Понадоптимальне” РГТЗ. Таке зміцнення призводить до суттєвих змін у мікроструктурі сплаву (рис. 3).

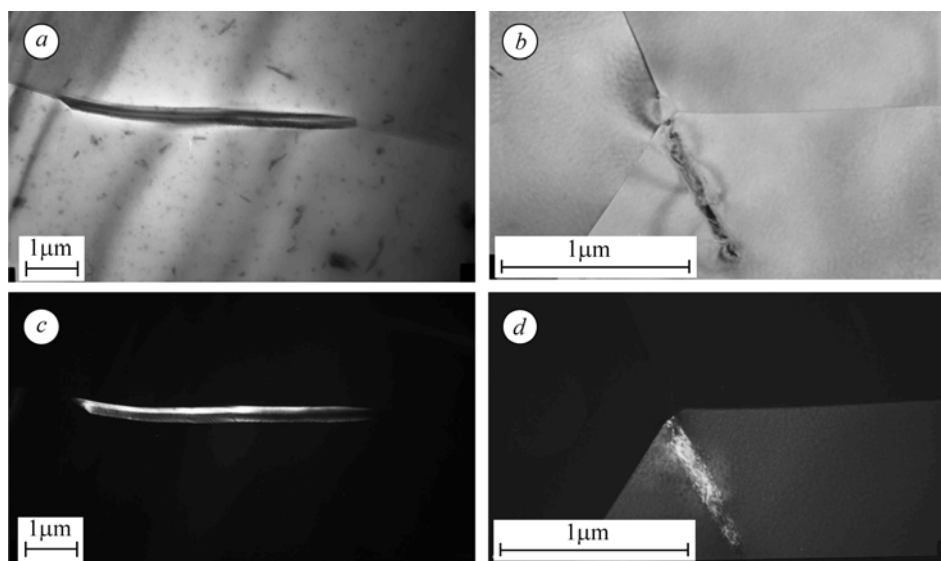


Рис. 3. Мікроструктура титанового сплаву BT1-0 за “понадоптимального” РГТЗ у світлому (*a, b*) та темному (*c, d*) полях: *a, c* – $\times 10000$; *b, d* – $\times 36000$.

Fig. 3. Microstructure of BT1-0 titanium alloy for “over optimal” RISSS in light (*a, b*) and dark (*c, d*) boxes: *a, c* – $\times 10000$; *b, d* – $\times 36000$.

Кількість ланцюжків дислокацій значно зменшується, а їх розташування стає хаотичним. Основною відмінністю мікроструктури, як і передбачали, є передвиділення оксидної фази як по тілу зерна, так і його межами (рис. 3*a, c*). Вважають, що формування таких передвиділень зумовлено передусім трьома основними механізмами [15]. У нашому випадку, найімовірніше, передвиділення окси-

дів формують атоми втілення, які збираються субграницями під час їх переміщення. Розміри сформованих частинок передвиділень, в основному, залежать від кількості захоплених дефектом атомів елементів втілення. Слід зауважити, що навколо передвиділень виникають напруження (рис. 3b, d), тому вони матимуть вичерпаний запас мікропластичності та призведуть до окрихчення й нездатності металу протистояти зовнішньому навантаженню. Як наслідок, вироби з таким РГТЗ володітимуть гіршими втомними властивостями, а руйнування, ймовірно, буде крихким. Отримані результати узагальнено в таблиці.

Таким чином, підтверджується механізм окрихчення [16], який супроводжується спотворенням кристалічної ґратки металу-основи внаслідок впровадження атомів кисню в октаедричні порожнини, утворенням дефектів ґратки і виділенням за межею розчинності надлишкових фаз, переважно межами зерен. Ці виділення послаблюють межі зерен і спричиняють появу там тріщин за малої деформації.

Еволюція мікроструктури приповерхневого шару титанового сплаву VT1-0 залежно від рівня твердорозчинного зміцнення

Рівень РГТЗ металу, K	Характеристика мікроструктури
Вихідний стан, $K = 0\%$	Чисті межі зерен
Дооптимальний, $20\% < K < 40\%$	Збільшення кількості дислокацій, хаотичне невпорядковане їх розташування, дислокаційні скупчення
Оптимальний, $40\% < K < 70\%$	Впорядкована коміркова дислокаційна структура, дислокації декоровані домішками втілення (киснем)
Понадоптимальний, $K > 70\%$	Розупорядкування дислокаційної структури, виділення субоксидних фаз, значні поля напружень навколо передвиділень, поява мікропор

ВИСНОВКИ

За результатами трансмісійної електронної мікроскопії встановлено, що регламентоване градієнтне твердорозчинне зміцнення титанового сплаву VT1-0 за дифузійного насичення елементом втілення (киснем) змінює мікроструктуру: кількість дислокацій, їх просторовий розподіл та взаємне орієнтування. Зокрема, виявлено, що за “оптимального” РГТЗ формується впорядкована коміркова дислокаційна структура, яка забезпечує найвищі втомні характеристики металу проти вихідного стану, тоді як “понадоптимальне” спричинює передвиділення оксидної фази як по тілу зерна, так і його межами, а отже, крихке руйнування. Таким чином, за рівнем твердорозчинного зміцнення поверхневого шару металу можна прогнозувати довговічність виробів з титанових сплавів з газонасиченим шаром та визначати елементи структури, які є потенційними джерелами руйнування.

РЕЗЮМЕ. На прикладі титанового сплаву VT1-0 показана еволюція мікроструктури поверхностного слоя металла в зависимости от уровня его регламентированного градиентного твердоразтворного упрочнения. Выявлено, что в зависимости от этого уровня формируется определенный тип микроструктуры.

SUMMARY. The evolution of the metal surface layer microstructure, depending on the level of its regulated interstitial solid solution strengthening is shown on the example of the VT1-0 titanium alloy. It is found, that depending on the level of regulated interstitial solid solution strengthening the certain type of the microstructure is formed.

1. *Оцінка експлуатаційної придатності виробів з титанових сплавів різних структурних класів з газонасиченими шарами / В. М. Федірко, А. Т. Пічугін, О. Г. Лук'яненко, З. О. Сірик // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 1996. – 32, № 6. – С. 49–54.*
(*Fedirko V. M., Pichugin A. T., Luk'yanenko O. H., and Siryk Z. O., Evaluation of the Serviceability of Products Made of Titanium Alloys with Gas-Saturated Layers // Materials Science. – 1996. – 32, № 6. – P. 688–693.*)
2. *Витривалість титанового сплаву VT1-0 після твердорозчинного поверхневого зміцнення / А. Т. Пічугін, В. М. Федірко, О. Г. Лук'яненко, В. С. Онуферко // Там же. – 2005. – 41, № 3. – С. 119–122.*
(*Pichuhin A. T., Fedirko V. M., Luk'yanenko O. H., and Onuferko V. S., Endurance of VT1-0 Titanium Alloy Subjected to Solid-Solution Surface Hardening // Materials Science. – 2005. – 41, № 3. – P. 418–422.*)
3. *Труш В. С., Пічугін А. Т., Лук'яненко О. Г. Підвищення ресурсу виробів з титанових сплавів регламентованим твердорозчинним зміцненням поверхневих шарів металу // Теория и практика металлургии. – 2010. – № 5–6. – С. 31–35.*
4. *Труш В. С. Влияние твердорастворного упрочнения на прочностные и усталостные характеристики титанового сплава VT1-0 // Материаловедение и металлофизика легких сплавов. – Екатеринбург: УрФУ, 2010. – С. 108–111.*
5. *Роль дислокаций в упрочнении и разрушении металлов / В. С. Иванова, Л. К. Гордиенко, В. Н. Геминев и др. – М.: Наука, 1965. – 180 с.*
6. *Новиков И. И. Дефекты кристаллического строения металлов. – М.: Металлургия, 1975. – 208 с.*
7. *Конева Н. А. Физика прочности металлов и сплавов // Соросовск. образоват. журн. – 1997. – № 7. – С. 95–102.*
8. *Скотникова М. А., Мартынов М. А. Практическая электронная микроскопия в машиностроении. – СПб: Изд-во ПИМаш, 2005. – 92 с.*
9. *Лахтин Ю. М., Арзамасов Б. Н. Химико-термическая обработка металлов: Уч. пос. для вузов. – М.: Металлургия, 1985. – 256 с.*
10. *Ильин А. А., Колачев Б. А., Полькин И. С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: Справ. – М.: ВИЛС–МАТИ, 2009. – 520 с.*
11. *Frost H. J. and Ashby M. F. Deformation – Mechanism Map: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics. – Oxford–New York–Toronto–Sydney–Paris–Frankfurt: Pergamon Press, 1982. – 166 p.*
12. *Ибатуллин И. Д. Кинетика усталостной повреждаемости и разрушения поверхностных слоёв. – Самара: Самарск. гос. техн. ун-т, 2008. – 387 с.*
13. *Конева Н.А. Классификация, эволюция и самоорганизация дислокационных структур в металлах и сплавах // Соросовск. образоват. журн. – 1996. – № 6. – С. 99–107.*
14. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – К.: Наук. думка, 1975. – 316 с.*
15. *Козлов Э. В., Конева Н. А., Попова Н. А. Зеренная структура, геометрически необходимые дислокации и частицы вторых фаз в поликристаллах микро- и мезоуровня // Физ. мезомеханика. – 2009. – 12, № 4. – С. 93–106.*
16. *Корнилов И. И., Глазова В. В. Взаимодействие тугоплавких металлов переходных групп с кислородом. – М.: Наука, 1967. – 256 с.*

Одержано 13.07.2012