

УДК 669.295:621.795

ВПЛИВ НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКСИДУВАННЯ ТА ОКСИНІТРУВАННЯ НА ФРЕТИНГ-КОРОЗІЮ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ VT22*О. І. ДУХОТА¹, І. М. ПОГРЕЛЮК², О. Г. МОЛЯР³,
А. Т. ПІЧУГІН², О. Г. ЛУК'ЯНЕНКО²*¹ *Національний авіаційний університет, Київ;*² *Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;*³ *Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, Київ*

Досліджено вплив оксидних та оксинітридних шарів, сформованих на етапі старіння ($T = 620^\circ\text{C}$, $t = 7$ h), на фретинготривкість титанового сплаву VT22 (Ti–5Al–4,75Mo–4,75V–1Cr–1Fe) для оптимізації фазово-структурного стану модифікованого шару. Найвищу фретинготривкість у парі сплав VT22–сплав Д16Т можна забезпечити, поєднуючи оксинітрування з нанесенням шару антифрикційного покриття ВАП-2 (MoS_2), що дасть можливість суттєво зменшити адгезійний складник і схоплення. Для підвищення фретинготривкості гарячевисадних болтів зі сплаву VT22, виготовлених за створеною в ІМФ технологією термомеханічного оброблення, запропоновано технологічну схему, де поверхнєве модифікування (низькотемпературне оксинітрування) суміщено зі старінням у єдиному технологічному циклі.

Ключові слова: *титановий сплав VT22, оксидування, оксинітрування, схоплення, адгезія, фретинг-корозію.*

В останні роки в авіабудуванні України виникла потреба у болтах великого діаметра (> 10 mm) з високоміцних ($\sigma_B \geq 1350$ МПа) титанових сплавів, створенні технологій їх виготовлення для забезпечення експлуатаційної надійності під час використання в конструкції літака [1–3]. Гарячевисадні болти зі сплаву VT22 уповільнено руйнуються під висадженою головкою, де формується крупнокристалічна структура, уникнути якої в даному випадку неможливо. Зважаючи на це, вчені ІМФ запропонували технологію термомеханічного оброблення прутків високоміцного двофазного ($\alpha+\beta$)-сплаву VT22 для гарячої висадки зі швидкісним нагріванням напівфабрикатів на подальших етапах оброблення (рис. 1), яка забезпечує дрібнозернисту глобулярну структуру металу, а отже, регламентовані міцність та якість болтів. Різьбові з'єднання з титанових сплавів під час експлуатації повинні бути фретинго- та корозійнотривкі, для чого необхідне додаткове хіміко-термічне оброблення (модифікування) поверхні виробів. Для оптимізації технологічної схеми оброблення таких болтів запропоновано замість нанесення традиційних захисних покриттів (імпульсне анодування) модифікувати поверхню в умовах термодифузійного насичення з контрольованого газового середовища, суміщеного в одному технологічному циклі зі старінням (рис. 1), щоб створити на поверхні деталей наноплівку з оксидів або оксинітридів титану та дифузійний шар, зміцнений елементами втілення [4, 5]. Виявлено, що низькотемпературне оксидування та оксинітрування поверхні сплаву VT22, суміщене за температурно-часовими параметрами зі старінням, забезпечує корозійну тривкість металу в умовах впливу корозивного середовища (3% NaCl) [6]. Нижче досліджено вплив оксидних та оксинітридних шарів, сформованих під час старіння, на фретинго-

тривкість сплаву BT22 та оптимізовано фазово-структурний стан модифікованого шару.

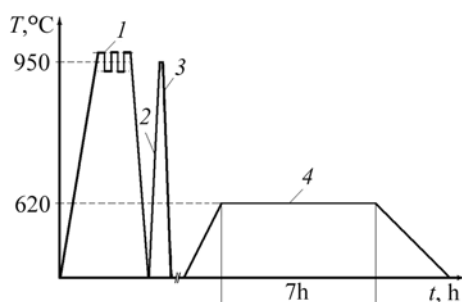


Рис. 1. Технологічна схема циклу термічної обробки зразків титанового сплаву BT22 зі старінням, суміщеним з модифікуванням поверхні: 1 – термомеханічне оброблення; 2 – нагрівання зі швидкістю $v = 20^\circ\text{C/s}$; 3 – гартування у воді; 4 – старіння, суміщене з оксидуванням та оксинітруванням.

Fig. 1. Technological scheme of the heat treatment cycle of BT22 titanium alloy samples with aging, combined with surface modification: 1 – thermomechanical treatment; 2 – heating at a speed of $v = 20^\circ\text{C/s}$; 3 – water hardening; 4 – aging with oxidation and oxinitration.

Матеріал і методика дослідження. На фретинготривкість випробовували у повітрі за методикою, описаною раніше [7], згідно з ГОСТ23.211-80. Амплітуда відносного переміщення зразків і контрзразків $A = 82,5 \mu\text{m}$, частота коливань $f = 25 \text{ Hz}$ на двох рівнях питомого контактного навантаження P : помірного $9,8 \text{ MPa}$ та жорсткого $19,6 \text{ MPa}$. База випробувань $N = 5 \cdot 10^5$ циклів. Фретинготривкість матеріалів пар тертя оцінювали ваговим методом (з похибкою зважування $0,1 \text{ mg}$) за різницею між початковою масою зразків і контрзразків і після випробування за результатами трьох вимірів. Статистичний розкид результатів не перевищував 5% . Додатково визначали середній рівномірний лінійний знос зразків (лазерна профілометрія) як середнє арифметичне відхилення заглибин профілю доріжки тертя відносно базової поверхні. Використовували загартовані прутки двофазного титанового сплаву BT22 ($\text{Ti-5Al-4,75Mo-4,75V-1Cr-1Fe}$), отримані за створеною в ІМФ технологією термомеханічного оброблення (рис. 1).

На зношування під час фретингу випробовували матеріал без поверхневого модифікованого шару після старіння у вакуумі $P \leq 10^{-3} \text{ Pa}$ і з ним (після оксидування та оксинітрування). Оксидували і зістарювали ($T = 620^\circ\text{C}$, $t = 7 \text{ h}$) загартовані зразки у динамічному вакуумі з натіканням кисневмісної газової суміші ($25\% \text{ O}_2 + 75\% \text{ Ar}$) у реакційну камеру – ампулу з нержавної сталі X18H10T, яку приєднували до відкачувальної вакуумної системи та розташовували у печі електроопору (нагрівали від зовнішньої гарячої стінки).

Послідовно виконували такі дії: загартовані зразки нагрівали до температури старіння 620°C у вакуумі $P = 1,33 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ зі швидкістю $150 \dots 200^\circ\text{C/h}$; підвищували тиск у реакційній камері до $1,33 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$, зменшуючи швидкість відкачування вакуумного насоса (зменшували ефективний переріз всмоктувального отвору прикриванням вакуумної заслінки); ізотермічну витримку (вакуумне оксидування) здійснювали у динамічному вакуумі з натіканням кисневмісної газової суміші за її тиску у реакційній камері 10^{-2} Pa . Відлік часу витримки починали з досягнення у робочій камері вакуумної печі заданої температури 620°C .

У такій самій послідовності здійснювали оксинітрування загартованих зразків сплаву BT22, суміщене зі старінням, в азоткисневмісній суміші ($25\% \text{ O}_2 + 75\% \text{ N}_2$) за її тиску у реакційній камері 10^{-2} Pa в температурно-часовому діапазоні старіння сплаву ($T = 620 \pm 10^\circ\text{C}$, $t = 7 \text{ h}$). Товщина (за забарвленням) сформованих оксидної та оксинітридної плівок становить біля $0,01 \dots 0,03 \mu\text{m}$ (див. таблицю). Для оксинітридної плівки, окрім рефлексу (200) оксинітридної фази, на дифрактограмі присутній рефлекс (103) Ti_2N .

**Параметри модифікованого шару титанового сплаву VT22
після різних видів ХТО, суміщених зі старінням ($T = 600 \pm 10^\circ\text{C}$, $t = 4 \text{ h}$)**

ХТО	Твердість поверхні $H_{0,49}$, МПа	Товщина плівки, нм	Глибина зміцненої зони, μm
Старіння у вакуумі	4000...4300	–	–
Старіння з окисдуванням	7000...7500	~ 200...300	20...30
Старіння з оксинітруванням	6700...7200	~ 200...300	20...30

Оскільки одним із методів підвищення фретинготривкості матеріалів є спеціальне оброблення контактуючих поверхонь [8], досліджували також оксидні та оксинітридні покриття після нанесення на них антифрикційного покриття ВАП-2 (3...6 μm) на основі сполуки MoS_2 (епоксидний лак ЕП-074 + дисульфід молібдену). Контрзразки виготовляли з прутків алюмінієвого сплаву Д16Т у стані поставання, а потім термообробляли за таким режимом: гартували у холодній воді ($T \leq 15^\circ\text{C}$) від температури $495 \pm 5^\circ\text{C}$ (тривалість ізотермічної витримки 2 h) та зістарювали при кімнатній температурі не менше 100 h [9]. Оцінювали фретинготривкість шести варіантів пар тертя сплав VT22 (зразок)–сплав Д16Т (контрзразок): сплав VT22 (вихідний стан); сплав VT22 (оксидування); сплав VT22 (оксинітрування); сплав VT22 (вихідний стан) + ВАП-2; сплав VT22 (оксидування) + ВАП-2; сплав VT22 (оксинітрування) + ВАП-2.

Результати та обговорення. Досліджували (рис. 2 і 3) зміну маси зразків і контрзразків та середнього лінійного їх зносу після випробування в умовах фретингу. Як видно із результатів, отриманих ваговим методом (рис. 2), за жорсткого віброконтактного навантаження зменшується маса контрзразків і збільшується маса зразків, що свідчить про участь у розвитку фретингу адгезійного складника і про схоплення.

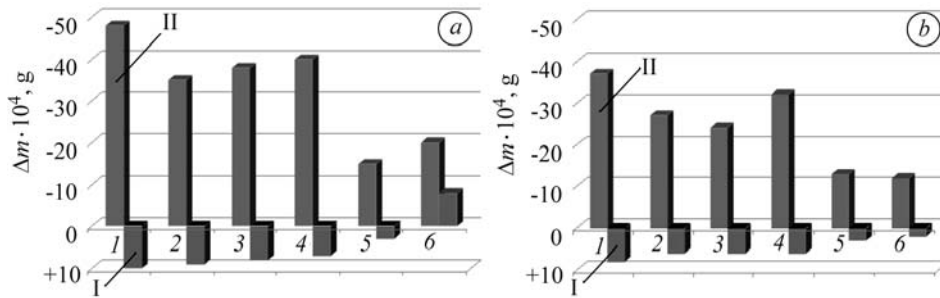


Рис. 2. Діаграма зміни маси зразків (I) і контрзразків (II) після випробування на зношування за фретингу (*a* – жорстке навантаження (19,6 МПа); *b* – помірне (9,8 МПа)) у парах тертя зразок VT22–контрзразок Д16Т: 1 – сплав VT22 (вихідний стан); 2 – оксидування; 3 – оксинітрування; 4 – вихідний стан + ВАП-2 (MoS_2); 5 – оксидування + ВАП-2; 6 – оксинітрування + ВАП-2.

Fig. 2. Diagram of samples mass changes (I) and counter sample (II) after the test for wear by fretting (*a* – under hard loading (19.6 MPa); *b* – under moderate loading (9.8 MPa)) in friction pairs VT22 sample–Д16Т counter sample: 1 – VT22 alloy (initial state); 2 – oxidation; 3 – oxinitration; 4 – initial state + ВАП-2 (MoS_2); 5 – oxidation + ВАП-2; 6 – oxinitration + ВАП-2.

Згідно з загальноприйнятими уявленнями [10] можливі два види адгезійної взаємодії: схоплювання і руйнування поверхневих плівок; схоплювання метале-

вих поверхонь, що супроводжується заїданням, тобто глибинним вириванням. У першому випадку зріз адгезійних зв'язків зафіксовано на оксидних (оксинітридних) або адсорбованих плівках, якими завжди вкриті поверхні тертя. Швидкість їх утворення зазвичай висока, чому сприяють підвищені температури на поверхнях тертя. Руйнування поверхні шляхом зрізу оксидних плівок називають окиснювальним зношенням, яке локалізується в найтонших поверхневих шарах.

Схоплювання металевих поверхонь виникає між чистими від плівок (ювельними) поверхнями тертя, наприклад, в умовах вакууму або за руйнування плівок пластичною деформацією в місцях контакту. Між очищеними ділянками утворюються адгезійні зв'язки, міцність яких перевершує міцність одного з матеріалів пари тертя. Зріз відбувається в менш міцному матеріалі в глибині від місця схоплювання. На одній поверхні тертя утворюються заглиблення, на іншій осідають вирвані частинки, які повторно схоплюються і борознять поверхні тертя, викликаючи їх інтенсивне руйнування.

У нашому випадку внаслідок утворення між матеріалами пари тертя міцних адгезійних зв'язків і руйнування під дією циклічних контактних навантажень осередків схоплювання по менш міцному алюмінієвому сплаву об'єми матеріалу відокремлюються і переносяться із контрзразка на зразок. При цьому (рис. 2) зменшується маса контрзразків і збільшується маса зразків у парах тертя за усіх досліджуваних способів обробки сплаву ВТ22 і зі зменшенням контактного навантаження. Найменший приріст маси зразків за комбінованого оброблення, яке поєднує оксинітрування з нанесенням шару покриття ВАП-2. Такий варіант забезпечує також найбільшу його фретинготривкість. Зокрема (рис. 3), середній рівномірний лінійний знос зразків сплаву ВТ22 після оксинітрування з ВАП-2, порівняно з вихідним станом, зменшується у 2–3 рази.

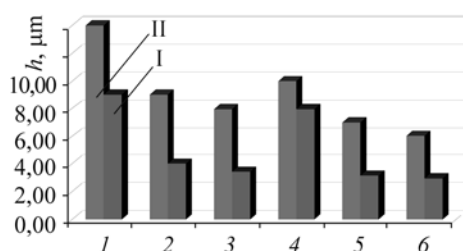


Рис. 3. Діаграма середнього рівномірного лінійного зносу зразків сплаву ВТ22 з різним обробленням робочої поверхні за фретингу в парі зі зразками сплаву Д16Т під помірним (I) та жорстким (II) навантаженнями (позначення див. рис. 2).

Fig. 3. Diagram of the uniform linear wear of BT22 alloy specimens with different processing of the working surface after testing by fretting in pair with D16T alloy at moderate (I) and hard (II) loading levels (notations in Fig. 2).

Необхідно сказати, що за вибраних параметрів віброконтактного навантаження схоплювання притаманне майже всім досліджуваним варіантам поєднання матеріалів в парах тертя, але найбільше проявляється у парі сплав ВТ22 (вихідний стан)–сплав Д16Т. Мікроскопічним аналізом поверхонь доріжок тертя виявлено, що внаслідок руйнування вузлів схоплювання на поверхні сплаву Д16Т утворюються глибокі каверни і тріщини, а на поверхні спряженого матеріалу на фоні відносно рівномірного зносу – нарости від перенесеного матеріалу.

Глибинне руйнування сплаву Д16Т можна пояснити його схильністю до деформаційного зміцнення. Враховуючи заникальний вглиб характер діючих у зоні контакту циклічних навантажень, можна очікувати найбільшого зміцнення об'ємів металу, максимально наближених до зон виникнення адгезійних зв'язків. Тоді руйнування відбувається на деякій відстані від осередку схоплювання, тобто в місцях, де циклічні навантаження перевищують втомну міцність матеріалу [8] (рис. 4).

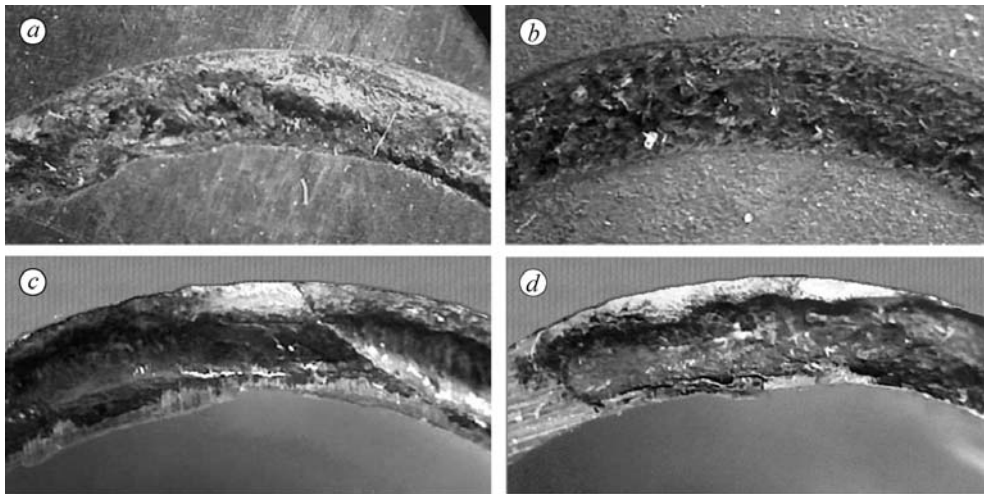


Рис. 4. Топографія робочої поверхні зразків (*a, b*) і контрзразків (*c, d*) пар тертя сплав ВТ22 (у вихідному стані)–сплав Д16Т (*a, c*) і сплав ВТ22 (після оксинітрування + ВАП-2)–сплав Д16Т (*b, d*) після випроб на зношування за фретингу під помірним навантаженням 9,8 МПа.

Fig. 4. Topography of the working surface of samples (*a, b*) and counter samples (*c, d*) of friction pairs BT22 alloy (original condition)–D16T alloy (*a, c*) and BT22 alloy (after oxinitration + VAP-2 (MoS_2))–D16T alloy (*b, d*) after the test for wear by fretting under moderate loading 9.8 MPa.

За результатами рейтингових досліджень на фретинготривкість зразків сплаву ВТ22 з оксидними та оксинітридними шарами, сформованими за умов старіння ($T = 600 \pm 50^\circ\text{C}$, $t = 4$ h), суміщеного з термодифузійним насиченням з розрідженого газового середовища, визначено оптимальний фазовий склад модифікованого шару. Встановлено, що за усіма показниками (змінюю маси зразків і контрзразків та їх середнім лінійним зносом) після випробувань в умовах фретингу з нанесенням шару ВАП-2 (MoS_2) та без нього, за різних рівнів навантаження (помірного 9,8 МПа та жорсткого 19,6 МПа) на базі випробування $N = 5 \cdot 10^5$ цикле найефективнішими виявилися оксинітридні шари. Однак найбільшу фретинготривкість у парі тертя сплав ВТ22–сплав Д16Т забезпечує поєднання оксинітрування з нанесенням шару MoS_2 . За таких умов у розвитку фретингу не зафіксовано адгезійний складник і схоплення, характерне для сплаву ВТ22 з оксидним покривом, особливо без модифікованого шару.

Отже, доцільно поєднувати старіння та модифікування (оксинітрування) поверхні у єдиному технологічному циклі термічного оброблення напівфабрикатів зі сплаву ВТ22, щоб забезпечити баланс трибологічних та корозійних характеристик на заданому рівні.

ВИСНОВКИ

Для підвищення фретинготривкості гарячевисадних болтів із титанового сплаву ВТ22, виготовлених за створеною в ІМФ технологією термомеханічного оброблення, запропоновано технологічну схему, де поверхневе модифікування (низькотемпературне оксинітрування) суміщене зі старінням у єдиному технологічному циклі. За результатами рейтингових досліджень на фретинготривкість оптимізовано фазовий склад поверхневого модифікованого шару на сплав ВТ22, сформованого під час старіння ($T = 620 \pm 50^\circ\text{C}$, $t = 7$ h), суміщеного з термодифузійним насиченням (оксидуванням, оксинітруванням) з розрідженого газового середовища. Встановлено, що найбільшу фретинготривкість у парі тертя сплав

BT22–сплав Д16Т забезпечує поєднання оксинітрування з нанесенням шару ВАП-2 (MoS_2), через що у розвитку фреттингу вдається суттєво зменшити адгезійний складник і схоплення.

РЕЗЮМЕ. Исследовано влияние оксидных и оксинитридных слоев, сформированных на этапе старения ($T = 620^\circ\text{C}$, $t = 7$ h), на фреттингостойкость титанового сплава BT22 (Ti–5Al–4,75Mo–4,75V–1Cr–1Fe) для оптимизации фазово-структурного состояния модифицированного слоя. Установлено, что наибольшую фреттингостойкость в паре трения сплав BT22–сплав Д16Т обеспечивает сочетание оксинитрирования с нанесением слоя антифрикционного покрытия ВАП-2 (MoS_2), в результате которого удается существенно уменьшить адгезионную составляющую и схватывание. Для повышения фреттингостойкости горячевысадных болтов из сплава BT22, изготовленных по созданной в ИМФ НАНУ технологии термомеханической обработки прутков для горячей высадки, предложена технологическая схема поверхностного модифицирования (низкотемпературного оксинитрирования), совмещенного со старением в едином технологическом цикле.

SUMMARY. The influence of oxide and oxinitride layers formed during aging ($T = 620^\circ\text{C}$, $t = 7$ h), on BT22 titanium alloy (Ti–5Al–4.75Mo–4.75V–1Cr–1Fe) fretting resistance for optimization of phase-structural state of the modified layer was investigated. It was found that the greatest fretting resistance in the pair BT22 alloy–Д16Т alloy provides the combination of oxinitration with the application of a layer of antifricition coating ВАП-2 (MoS_2). As a result the adhesive component and seizure are essentially decreased. To increase fretting resistance of hot heading bolts of titanium BT22 alloy, produced by the technology of thermo mechanical treatment for hot rods landing, developed in the IMF NASU, a technological scheme of surface modification (low-temperature oxinitration) combined with aging in a single technological cycle was proposed.

1. *Технология* производства титановых самолетных конструкций / А. Г. Братухин, Б. А. Колачев, В. В. Садков и др. – М.: Машиностроение, 1995. – 448 с.
2. *Lutjering Gerd, Williams James C.* Titanium. – Berlin: Heidelberg, 2007. – 442 p.
3. *Горынин И. В., Чечулин Б. Б.* Титан в машиностроении. – М.: Машиностроение, 1990. – 400 с.
4. *Федірко В. М., Погрелюк І. М.* Азотування титану та його сплавів. – К.: Наук. думка, 1995. – 221 с.
5. *Вплив параметрів модифікувального кисневмісного середовища на оксинітрування титанових сплавів / І. М. Погрелюк, В. М. Федірко, О. І. Яськів та ін. // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2009. – 45, № 6. – С. 23–31.*
(*Pohrelyuk I. M., Fedirko V. M., Yas'kiv O. I., Dong-Bok Lee, and Tkachuk O. V.* Influence of parameters of modifying oxygen-containing atmosphere on oxynitriding of titanium alloys // *Materials Science.* – 2009. – 45, № 6. – P. 779–789).
6. *P-8.11.2-2010.* Дослідження та розробка режимів хіміко-термічної обробки сплаву BT22: звіт про НДР (проміжний). – Львів: Фіз.-мех. ін-т ім. Г. В. Карпенка НАН України, 2010. – 41 с.
7. *Голего Н. Л. Алябьев А. Я., Шевеля В. В.* Фреттинг-коррозия металлов. – К.: Техніка, 1974. – 272 с.
8. *Маленков М. И., Каратушин С. И., Тарасов В. М.* Конструкционные и смазочные материалы космических механизмов. – СПб.: Балт. гос. техн. ун-т, 2007. – 54 с.
9. *Механіка руйнування і міцність матеріалів: Довідн. пос. / Під заг. ред. В. В. Панасюка. Т. 9: Міцність і довговічність авіаційних матеріалів та елементів конструкцій / Під ред. О. П. Осташа і В. М. Федірка. – Львів: Сполом, 2007. – 1068 с.*
10. *Беркович И. И., Громаковский Д. Г.* Трибология. Физические основы, механика и технические приложения. – Самара: Самарск. гос. техн. ун-т., 2000. – 268 с.

Одержано 22.03.2012