

На правах рукописи



Ленинцевна Ольга Геннадьевна

**ПОВЕРХНОСТНОЕ УПРОЧНЕНИЕ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ
КАРБИДНЫМИ ЧАСТИЦАМИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИИ
ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ**

Специальность: 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2014

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Новосибирский государственный технический университет»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Батаев Анатолий Андреевич

Официальные оппоненты: Прибытков Геннадий Андреевич,
доктор технических наук, доцент
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение науки
Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук, главный научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных функциональных материалов

Дампилон Баир Вячеславович,
кандидат технических наук, доцент
Федеральное государственное бюджетное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», доцент кафедры материаловедения в машиностроении.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», г. Барнаул

Защита состоится «18» декабря 2014 г. в 14⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.173.13 в Новосибирском государственном техническом университете по адресу: 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Новосибирского государственного технического университета, www.nstu.ru.

Автореферат разослан «11» ноября 2014 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Тюрин Андрей Геннадиевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Производство ряда деталей машин и элементов конструкций ответственного назначения невозможно без использования титана и сплавов на его основе, обладающих комплексом уникальных свойств, в том числе высокой удельной прочностью, малой плотностью, высокой коррозионной стойкостью. Наиболее широко сплавы на основе титана применяются в авиа- и судостроении, космонавтике, медицине, химическом машиностроении, при производстве спортивного инвентаря.

Фактором, в значительной степени ограничивающим применение сплавов на основе титана, является низкий уровень триботехнических свойств, обусловленный низкой твердостью и склонностью титана к схватыванию при работе в парах трения. Одно из эффективных решений указанной проблемы основано на формировании на титановых изделиях высокопрочных поверхностных слоев с высокой износостойкостью. Из множества разработанных к настоящему времени способов поверхностного упрочнения для обработки титановых сплавов может быть рекомендовано лишь ограниченное количество. Для защиты некоторых видов изделий пригодны методы наплавки порошковых материалов, позволяющие модифицировать поверхностные слои на глубину в несколько сотен микрон. Одним из наиболее эффективных и технологичных методов, используемых в отечественных и зарубежных лабораториях, является лазерная наплавка. Недостатки этой технологии связаны с высокой отражательной способностью металлов и относительно низким коэффициентом полезного действия лазеров, что существенно ограничивает производительность лазерной наплавки и толщину упрочняемых слоев.

Альтернативой методам лазерной наплавки является технология электронно-лучевой обработки порошковых материалов на поверхности изделий. В стандартных электронно-лучевых установках технологический процесс реализуется в вакуумных камерах, габариты которых ограничивают размеры упрочняемых деталей. Отмеченных недостатков лишены промышленные ускорители электронов производства Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН. Установки этого типа, оснащенные уникальным устройством вывода электронов в воздушную атмосферу, позволяют с высокой производительностью формировать поверхностно упрочненные слои глубиной более 1...2 мм на различных заготовках, в том числе крупногабаритных. С использованием промышленных ускорителей ЭЛВ-6 могут быть обработаны практически все типы металлических материалов, карбидов, боридов, нитридов и других соединений. В технической литературе описаны особенности использования технологии вневакуумной электронно-лучевой обработки преимущественно для заготовок, изготовленных из сталей. Исследований, основанных на использовании релятивистских пучков электронов при модифицировании титана и его сплавов, выполнено крайне мало. Восполнение этого пробела является актуальной научной задачей, имеющей важное прикладное значение.

Работа выполнена в Новосибирском государственном техническом университете в соответствии с:

- проектом в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы: «Вневакуумное электронно-лучевое легирование поверхностных слоёв титана и его сплавов карбидообразующими элементами с использованием промышленных ускорителей электронов»;

- грантом РФФИ «Формирование высокопрочных слоев с гетерофазной структурой на титане и его сплавах с использованием технологии наплавки порошковых углеродсодержащих смесей электронным лучом в воздушной атмосфере» (под руководством молодых ученых).

Степень разработанности темы исследования

Титан и сплавы на его основе являются широко используемыми конструкционными материалами. В работах отечественных и зарубежных специалистов глубоко изучены структура и механические свойства этих сплавов. Проблема поверхностного упрочнения изделий из титана решается с применением различных методов. В технической литературе описаны результаты исследований, выполненных с применением методов наплавки различных порошковых смесей. Наиболее часто в качестве источников нагрева выбирают технологические лазеры. Работ, основанных на использовании электронно-лучевых установок, существенно меньше. При этом в литературе описаны лишь единичные исследования титановых сплавов, в которых модифицирование поверхностных слоев заготовок выполняли методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки порошковых смесей. Малый объем проведенных исследований не позволяет сформулировать завершённый комплекс представлений о наиболее важных структурных превращениях, происходящих при реализации отмеченного технологического процесса, а также о свойствах формируемых сплавов. Целесообразно проведение дополнительных исследований с использованием методов структурного анализа, в первую очередь просвечивающей электронной микроскопии, а также методов триботехнических испытаний поверхностно легированных сплавов.

Цель диссертационной работы заключается в повышении износостойкости заготовок из технически чистого титана ВТ1-0 методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки углеродсодержащих порошковых смесей.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Исследование структурно-фазовых превращений, происходящих при наплавке порошковых углеродсодержащих смесей на титановые заготовки пучками электронов, выведенными в воздушную атмосферу.

2. Анализ влияния исходного состава наплавляемых материалов на структуру и свойства поверхностно легированных слоев титана. Оценка влияния карбидных частиц на свойства наплавленных слоев.

3. Проведение триботехнических исследований поверхностно модифицированных материалов с использованием различных методов изнашивания.

4. Выявление особенностей разрушения титановых заготовок с поверхностно модифицированными слоями, происходящего при динамическом нагружении.

Научная новизна

1. Разработаны режимы поверхностного легирования, обеспечивающие формирование упрочненных слоев толщиной до 3 мм. Наиболее качественные покрытия на заготовках титана ВТ1-0 обеспечивает однослойная наплавка порошковой смеси "карбид титана – флюс" или двухслойная наплавка смеси "титан – графит – флюс" пучками релятивистских электронов по следующим режимам: ток пучка электронов 32 мА, скорость перемещения заготовки 25 мм/с.

2. Экспериментально установлено, что слои толщиной более 1,3 мм, наплавленные электронным пучком, оказывают охрупчивающее воздействие на материалы. Увеличение толщины поверхностно модифицированных слоев до 2,5 мм сопровождается снижением ударной вязкости образцов на ~ 32 %. При наплавке смесей типа "карбид титана – флюс" и "титан – графит – флюс" охрупчивание модифицированных слоев обусловлено выделением карбидных частиц, а при наплавке смеси типа "карбид ниобия – флюс" – выделением карбидных частиц и фазы ω -Ti.

3. Установлено, что увеличение количества наплавленных слоев сопровождается повышением склонности модифицированных материалов к трещинообразованию. Максимальное содержание карбидов титана в модифицированных слоях достигает 65 %. Объемная доля карбидов, обеспечивающая значительный рост показателей износостойкости и не приводящая в то же время к формированию в упрочненных слоях титана дефектов в виде трещин, составляет 30...35 %. При этом уровень микротвердости сплавов составляет ~ 5,5...7,5 ГПа, что на ~ 3,7-5,7 ГПа выше твердости технически чистого титана.

4. Карбиды ниобия и титана, входящие в наплавочные смеси, полностью растворяются в ванне жидкого расплава. Наблюдаемые в модифицированных слоях карбиды являются результатом формирования новых частиц на этапе кристаллизации сплавов. При наплавке порошковых смесей, содержащих частицы графита, их полного растворения в титановой матрице не происходит. Графит содержится в сплавах при наплавке как одного, так и двух слоев порошковой смеси. Методом рентгенофазового анализа установлено, что основным типом упрочняющих частиц в сплавах при наплавке как карбида титана, так и карбида ниобия являются частицы TiC. Ниобий в малых количествах входит в состав сложного карбида (Nb,Ti)C и в основном сосредоточен в титановой матрице.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. В ходе исследований изучены особенности модифицирования титана в воздушной атмосфере при защите ванны жидкого расплава от газов слоем расплавленного флюса. Результаты, полученные при выполнении диссертационной работы, могут быть полезны при выборе оптимальных составов наплавочных материалов, обеспечивающих модифицирование поверхностных слоев с другими типами упрочняющих частиц (боридами, нитридами, интерметаллидами).

2. Поверхностно легированные сплавы, полученные при вневакуумной электронно-лучевой наплавке углеродсодержащих смесей, обладают высокими показателями триботехнических свойств в условиях трения скольжения, а так-

же при воздействии закрепленных и нежестко закрепленных абразивных частиц. Установлено, что в условиях воздействия нежестко закрепленных частиц абразива износостойкость слоев, полученных при наплавке порошка карбида титана, в 9,3 раза выше по сравнению с немодифицированным титаном.

3. Предложенная технология модифицирования поверхностных слоев титановых сплавов, основанная на использовании пучков электронов, выведенных в воздушную атмосферу, может быть рекомендована для упрочнения изделий ответственного назначения. Наиболее рационально применение данной технологии при обработке крупногабаритных изделий. Предложены рекомендации по поверхностному упрочнению изделий, работающих в условиях воздействия абразивных частиц и агрессивных сред. На примере пластин роторно-пластинчатого насоса ПН-50 показана возможность повышения износостойкости пластин в 2,2 раза.

4. На основании проведенных исследований даны рекомендации по формированию на титановых заготовках качественных слоев толщиной до 2 мм и твердостью до 7,5 ГПа.

5. Результаты диссертационной работы используются в Новосибирском государственном техническом университете при подготовке бакалавров и магистров в лекционных курсах «Общее материаловедение и технологии материалов», «Функциональные наноконпозиционные материалы и покрытия», «Износостойкие материалы и покрытия» и «Высокоэнергетические методы обработки».

Личный вклад автора заключается постановке задач диссертационной работы, в выполнении экспериментальных исследований, анализе и обобщении полученных результатов, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту.

Методология и методы исследования

Для реализации технологии поверхностного модифицирования заготовок из технически чистого титана в диссертационной работе использовано уникальное технологическое оборудование – отечественный промышленный ускоритель электронов ЭЛВ-6, обеспечивающий вывод электронного пучка в воздушную атмосферу. Исследования выполнены на аналитическом оборудовании, уровень которого соответствует современным материаловедческим лабораториям. Структурное состояние поверхностно легированных слоев изучали с использованием оптического микроскопа *Carl Zeiss Axio Observer Z1m*, растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO 50 XVP*, оснащенного энергодисперсионным анализатором, и просвечивающего электронного микроскопа *Tecnai 20 G2 TWIN*, оснащенного энергодисперсионным анализатором *EDAX*. Оценку фазового состава проводили с использованием рентгеновского дифрактометра *ARL X'TRA*. Изменение микротвердости по глубине наплавленного слоя оценивали на микротвердомере *Wolpert Group 402 MVD*, твердость отдельных фаз измеряли на сканирующем нанотвердомере НаноСкан 3Д. Триботехнические свойства полученных материалов оценивали в различных условиях абразивного изнашивания на испытательных установках российского про-

изводства. Испытания на ударную вязкость проводили с использованием копра *Metrocom*.

На защиту выносятся:

1. Результаты структурных исследований сплавов, сформированных при вневакуумной электронно-лучевой наплавке на титановые заготовки порошковых смесей, содержащих карбиды титана и ниобия.

2. Результаты исследований особенностей тонкого строения сплавов, полученных при вневакуумной электронно-лучевой наплавке на титановые заготовки смесей, содержащих графит и смачивающую компоненту (порошок титана).

3. Результаты триботехнических испытаний поверхностно легированных сплавов на основе титана. Результаты исследования особенностей разрушения наплавленных материалов в условиях динамического нагружения.

4. Результаты анализа эффективности многослойной наплавки углеродсодержащих порошковых смесей. Предложения по формированию рациональной структуры поверхностных слоев титановых сплавов, упрочненных частицами карбида титана, обеспечивающей высокий комплекс механических свойств.

Степень достоверности и апробация результатов

Экспериментальные результаты, полученные при выполнении диссертационной работы, получены на современном аналитическом и испытательном оборудовании, уровень которого соответствует уровню передовых лабораторий в области материаловедения. Полученные результаты расширили представления о структурно-фазовых превращениях, происходящих при высокоэнергетическом модифицировании поверхностных слоев технически чистого титана ВТ1-0. Исследования, проведенные другими специалистами, подтверждают полученные данные.

Основные результаты и положения работы докладывались на следующих конференциях, семинарах и симпозиумах: научной конференции молодых ученых «*Progress through innovative technologies*», Новосибирск, 2012 г.; на всероссийской научной конференции молодых ученых «Наука. Технологии. Инновации», Новосибирск, 2012 г.; на XIV всероссийской научно-технической конференции «Наука. Промышленность. Оборона», Новосибирск, 2013 г.; на XI всероссийской научно-практической конференции «Проблемы повышения эффективности металлообработки в промышленности на современном этапе», Новосибирск, 2013 г.; на всероссийской школе-семинаре с международным участием «Новые материалы. Создание, структура, свойства», Томск, 2012, 2013 гг.; на XIV международной научно-технической Уральской школе-семинаре металлургов-молодых ученых, Екатеринбург, 2013 г.; на российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 2012, 2013 г.; на XIX международной научно-практической конференции «Современная техника и технологии», Томск, 2013 г.; на VIII Международном форуме по стратегическим технологиям, Улан-Батор (Монголия), 2013 г.; на III международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике», Томск, 2014 г.; на V международной научно-

практической конференции «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», Юрга, 2014 г.; на I международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы в машиностроении», Новосибирск, 2014 г.; на китайско-российской международной конференции передовых материалов и технологий обработки в рамках форума молодых научных сотрудников, Циндао (Китай), 2014 г.

По результатам исследований опубликовано 20 научных работ, из них 6 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ; 14 – в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и приложений. Работа изложена на 198 страницах основного текста, включая 69 рисунков и 11 таблиц, библиографический список, состоящий из 207 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отражена актуальность диссертационной работы и дана характеристика области исследования.

В первой главе «Поверхностное упрочнение титановых сплавов» проведен аналитический обзор научных работ по проблемам нанесения упрочняющих покрытий на изделия, изготовленные из титана и его сплавов. Представлена краткая характеристика титана и его свойств, подробно проанализированы возможности получения качественных покрытий различной толщины на заготовках из титановых сплавов с использованием высокоэнергетических методов обработки. Проведена оценка возможности формирования карбидных частиц в поверхностных слоях титановых заготовок и их влияния на свойства материалов.

Во второй главе «Материалы и методы исследования» описаны основные характеристики исследуемых материалов и технологический процесс формирования поверхностно упрочненных слоев. Функцию основного металла в экспериментах по наплавке выполняли плоские заготовки из технически чистого титана ВТ1-0. Для формирования в поверхностно легированных слоях упрочняющих частиц были использованы порошки карбидов NbC и TiC , а также смеси порошков титана и ниобия с графитом – $(Ti + C)$ и $(Ti + Nb + C)$. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка углеродсодержащих порошковых смесей на заготовки из титана ВТ1-0 осуществлялась на промышленном ускорителе электронов ЭЛВ-6 в Институте ядерной физики им. Будкера СО РАН.

Энергия пучка при обработке составляла 1,4 МэВ. Заготовки в процессе наплавки находились на расстоянии 90 мм от выпускного отверстия. Гауссовский диаметр пучка электронов на поверхности заготовки составлял 12 мм. Для увеличения обрабатываемой площади осуществлялась электромагнитная развертка пучка электронов. Частота сканирования пучка составляла 50 Гц, ширина сканирования – 50 мм. Заготовки перемещались в продольном направлении относительно выпускного отверстия со скоростью 25 мм/с при плотности порошковой насыпки $0,2 \text{ г/см}^2$ и со скоростью 10 мм/с при плотности порошковой

насыпки $0,3 \text{ г/см}^2$. Ток пучка являлся изменяемым параметром. Осуществляли наплавку одного, двух и трех слоев порошковой смеси. При наплавке второго слоя порошков карбида титана и карбида ниобия ток пучка увеличивали на 9 и 7 мА, соответственно (относительно тока, используемого при наплавке первого слоя).

Для анализа структурных преобразований в поверхностных слоях титанового сплава ВТ1-0 использовались методы металлографического анализа (микроскопы *Carl Zeiss Axio Observer A1m* и *Axio Observer Z1m*), а также растровой (микроскоп *Carl Zeiss EVO 50 XVP*) и просвечивающей (микроскоп *Tecnai 20 G2 TWIN*) электронной микроскопии. Фазовый анализ полученных материалов выполняли с использованием θ - θ -дифрактометра *ARL X'TRA*. Для оценки распределения микротвердости по глубине наплавленного слоя был использован полуавтоматический микротвердомер *Wolpert Group 402 MVD*. Твердость и модуль упругости карбидных включений измеряли по технологии наноиндентирования. Для оценки влияния наплавленных слоев на триботехнические свойства материалов были проведены испытания на трение в условиях воздействия закрепленных и нежестко закрепленных абразивных частиц, а также на трение скольжения.

В третьей главе «Структурные исследования поверхностных слоев титана, полученных методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки углеродсодержащих порошковых смесей» рассмотрены структурно-фазовые превращения в поверхностных слоях титана, сопровождающие процесс высокотемпературного воздействия пучка электронов.

Важнейшим фактором, определяющим структуру наплавленных слоев, является химический состав исходной порошковой смеси. Анализ рентгенограмм наплавленных слоев исследуемых образцов показал, что основными фазами, присутствующими во всех покрытиях, является α -титан и карбид титана (рисунок 1).

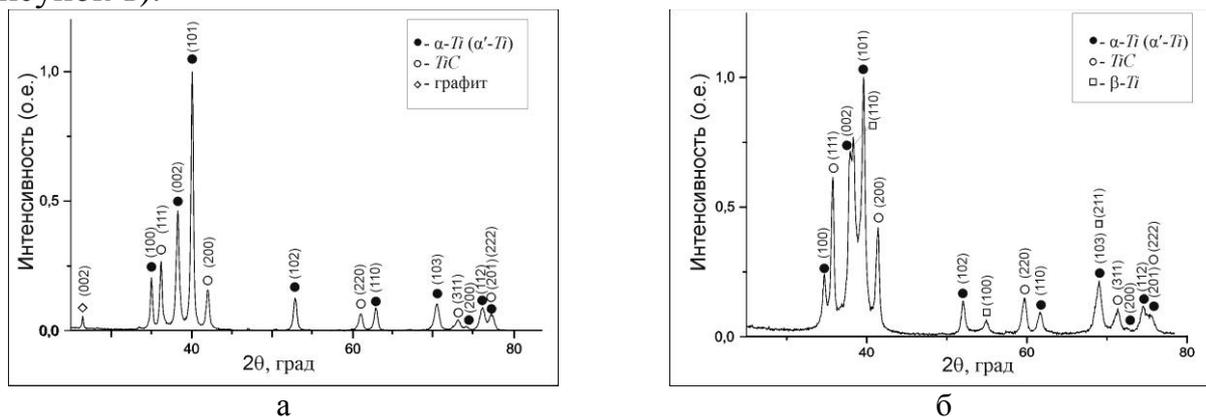


Рисунок 1 – Дифракционные картины, снятые с наплавленных слоев, полученных электронно-лучевой наплавкой титано-графитовой смеси (а) и порошков карбида ниобия (б)

В процессе высокотемпературного нагрева порошковой смеси пучком электронов графит растворяется в титане. На стадии охлаждения из пересыщенного углеродом раствора выделяются частицы карбида титана TiC . Однако

полного растворения графита в жидкой фазе не происходит. Об этом свидетельствует наличие слабых рефлексов, соответствующих графиту (рисунок 1 а).

При наплавке порошков карбида ниобия на заготовки из титанового сплава ВТ1-0 в наплавленном слое помимо фазы α -Ti обнаружен β -титан (рисунок 1 б). Учитывая высокие скорости охлаждения и высокую степень легирования титановой основы, есть основания полагать, что в наплавленном слое может присутствовать мартенситная фаза α'' -Ti со сложной орторомбической кристаллической решеткой. Однако зафиксировать указанную выше фазу методами рентгенофазового анализа не удалось. Энергодисперсионный анализ показал, что основная часть ниобия сосредоточена в титановой матрице и небольшое его количество содержится в карбидной фазе. Зафиксировать рефлексы сложного карбида (Nb, Ti)C на рентгенограммах, снятых с наплавленного слоя (рисунок 1 б), не удалось.

Все материалы, сформированные методом электронно-лучевой наплавки, имеют явно выраженное градиентное строение. На рисунке 2 показана схема строения поперечного сечения титановой заготовки после наплавки титано-графитовой смеси. Условно в образце можно выделить шесть зон. В верхней зоне толщиной 50...60 мкм наблюдаются выделения равноосных частиц карбида титана размером 3 мкм (рисунок 3 а). Для второй зоны глубиной 500...550 мкм, расположенной ближе к основному металлу (рисунок 2), характерным является присутствие нерастворившихся графитовых частиц. Как правило, по периметру частиц располагается сплошная кайма из карбида титана (рисунок 3 б). В середине слоя и вблизи основного металла выделения графита практически отсутствуют.

Особенностью, характерной для второй и третьей зон образца, полученного при однослойной наплавке титано-графитовой смеси с током пучка 32 мА, является наличие скоплений карбидных частиц размером 1,7 мкм.

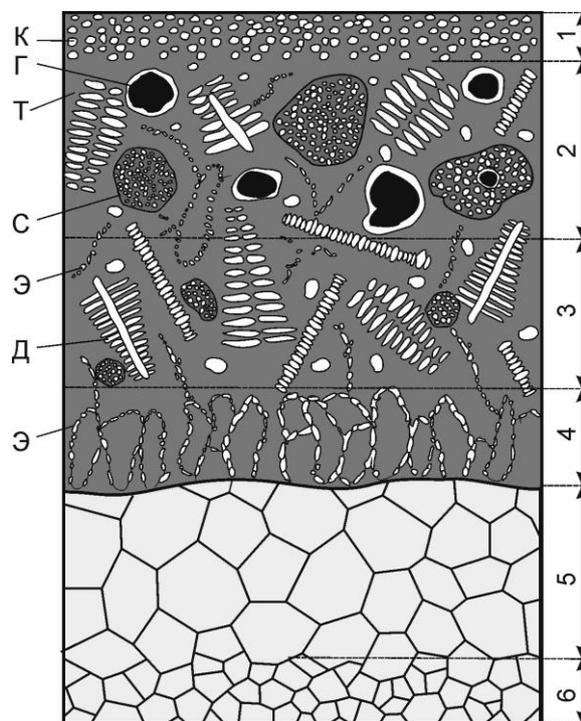


Рисунок 2 – Схема строения поперечного сечения титановой заготовки после наплавки порошка титана с графитом пучком электронов, выведенным в атмосферу:

1 – зона с компактными частицами TiC ; 2 – зона с частицами графита и карбида титана различной морфологии; 3 – зона с частицами TiC различной морфологии; 4 – зона с карбидами TiC эвтектического типа; 5 – зона термического влияния; 6 – исходная структура титана; К – компактные выделения TiC ; Г – частицы нерастворившегося графита; Т – α -титан; С – скопления компактных частиц TiC ; Э – мелкодисперсные частицы TiC , входящие в состав эвтектики $TiC-Ti$; Д – частицы TiC дендритной морфологии

Вторая и третья зона в совокупности имеют наибольшую толщину, составляющую ~ 85...88 % от толщины всего наплавленного слоя. В обеих зонах наблюдаются выделения карбида титана в форме дендритов (рисунок 3 в). В непосредственном контакте с титановой основой находится зона 4 с мелкими равноосными и вытянутыми частицами карбида титана (рисунок 3 г). Зона 5 представляет собой зону термического влияния в титановой основе. Для нее характерным является укрупнение зерен α -Ti, обусловленное нагревом материала до температур, близких к температуре плавления титана. Шестая зона на приведенной схеме соответствует исходной структуре титана, не подвергнутой существенным преобразованиям при воздействии на материал электронного пучка.

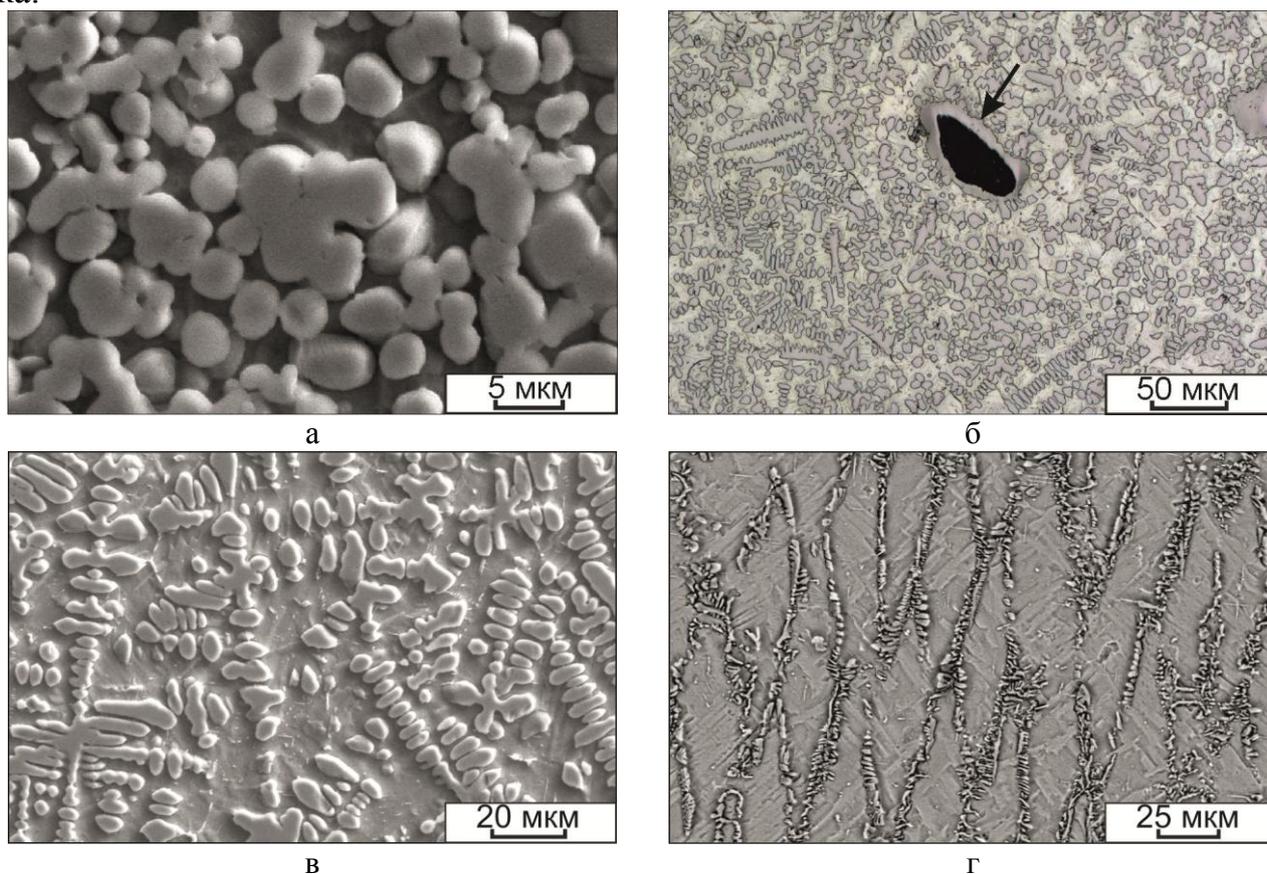


Рисунок 3 – Структура поверхностных слоев, полученных вневакуумной электронно-лучевой наплавкой титано-графитовой смеси

Объемная доля карбидных частиц изменяется по глубине наплавленного слоя и составляет вблизи поверхности ~ 48 %, в центре покрытия – 25 % и вблизи зоны термического влияния не превышает 10 %.

Увеличение удельной поверхностной энергии до $6,44 \text{ кДж/см}^2$ в процессе наплавки титано-графитовой смеси сопровождается ростом глубины наплавленного слоя (до 3 мм) и уменьшением количества нерастворившихся частиц графита. При наплавке второго слоя порошка титана с графитом толщина наплавленного слоя увеличивается на 0,3 мм (от 1,7 мм до 2,0 мм). Результатом двухслойной наплавки является увеличение объемной доли карбидов титана. В верхней зоне объемная доля карбидов возрастает на 13 % (от 48 % до 61 %). Увеличение объемной доли карбидов в центре покрытия достигает 10 %.

Структура титановой матрицы в слоях, полученных при наплавке смеси порошков титана, ниобия и графита, представляет собой пластины мартенсита, разделенные тонкими прослойками β -фазы. Объемная доля β -фазы значительно меньше, чем α -фазы. Этим объясняется отсутствие пиков β -фазы на дифрактограммах.

Принципиальное отличие структуры, формируемой при наплавке порошковой смеси, содержащей карбиды титана, заключается в отсутствии в сплавах выделений графита. В направлении от поверхности покрытия к основному металлу объемная доля частиц TiC снижается. Вблизи поверхности, в центре покрытия и вблизи основного металла объемная доля карбида титана составляет 55 %, 30 % и 14 %, соответственно. Повторная наплавка порошка карбида титана приводит к увеличению объемной доли упрочняющих частиц на 15-20 %. При наплавке третьего слоя карбида титана объемная доля карбидной фазы в верхней области покрытия возрастает до 65 %. Результатом роста уровня остаточных напряжений является формирование в образцах поверхностных трещин.

На рисунке 4 а, б приведены электронно-микроскопические снимки гетерофазной структуры, сформированной при наплавке титано-графитовой смеси.

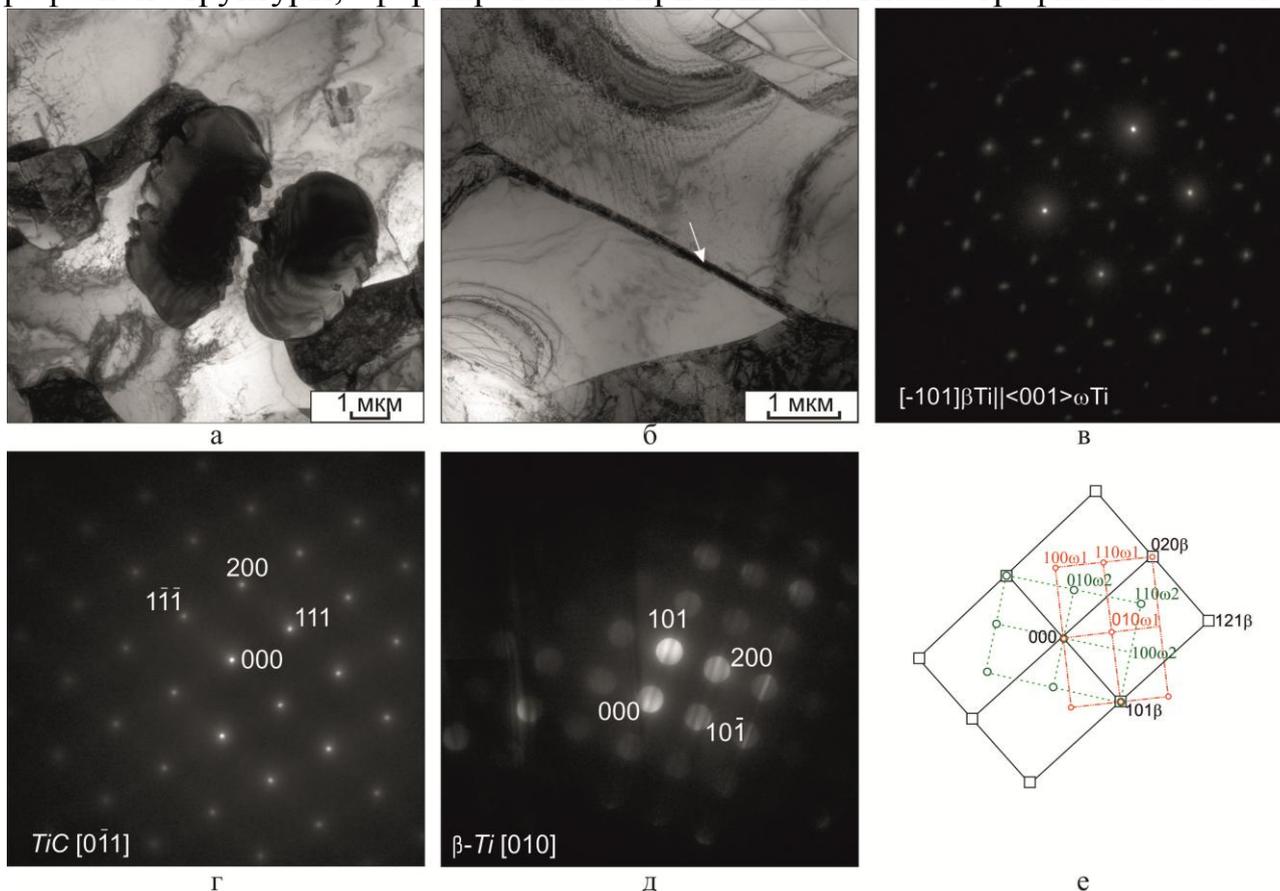


Рисунок 4 – Светлопольные изображения структуры поверхностно легированных слоев (а, б) и картины микродифракции (г-д), схема расшифровки картины микродифракции (е), соответствующая снимку (в)

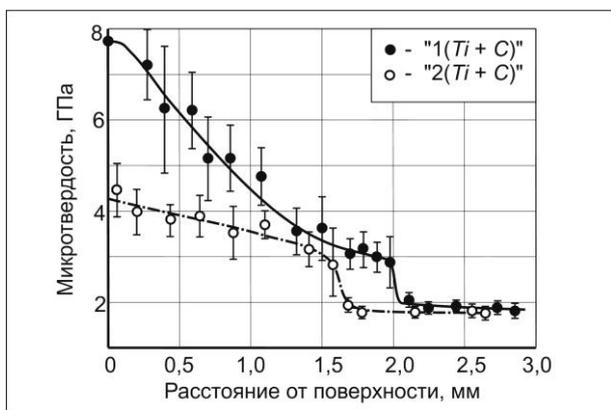
Анализ микродифракционной картины (рисунок 4 г) свидетельствует о том, что анализируемые включения представляют собой карбид титана TiC . Светлые пластины на рисунке 4 б соответствуют фазе α -титана. Темные полосы

представляют собой β -фазу, что подтверждается картинками микродифракции (рисунок 4 д). Микрорентгеноспектральный анализ показал, что в β -фазе присутствует $\sim 1,5\%$ железа.

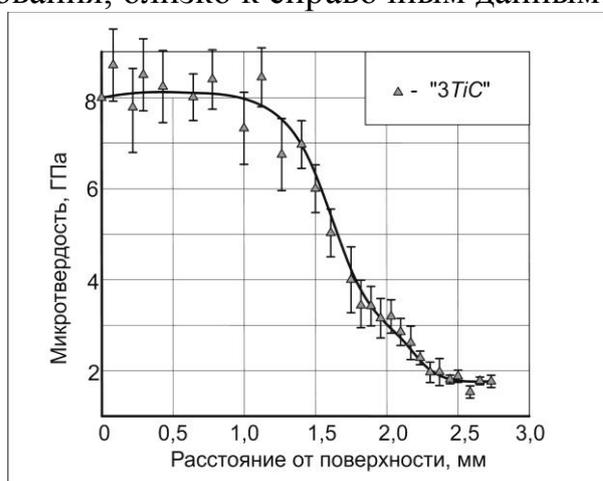
Методами просвечивающей электронной микроскопии выявлено, что карбидные частицы в наплавленном слое, полученном при наплавке карбида ниобия, имеют решетку, соответствующую соединению TiC . Карбидов другого типа методом ПЭМ выявлено не было. В участках с высоким содержанием ниобия обнаружены наноразмерные выделения ω -фазы титана (рисунок 4 в, е).

Четвертая глава «Свойства поверхностных слоев титана, полученных методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки углеродсодержащих порошков» посвящена изучению свойств поверхностно легированных слоев титана, полученных при наплавке углеродсодержащих порошковых смесей.

Характер изменения микротвердости по глубине наплавленных слоев свидетельствует о формировании при электронно-лучевой обработке градиентной структуры (рисунок 5). Степень упрочнения наплавленного слоя определяется объемной долей образующейся карбидной фазы. Уменьшение объемной доли упрочняющей фазы по глубине наплавленного слоя приводит к снижению микротвердости анализируемых материалов (рисунок 5). Сплав, полученный при наплавке двух слоев титано-графитовой смеси, обладает микротвердостью на уровне 8 ГПа (рисунок 5 а). При однослойной наплавке титано-графитовой смеси уровень микротвердости поверхностно модифицированного слоя почти в 2 раза ниже. Максимальное значение микротвердости карбида титана (28 ГПа), зафиксированное методом наноиндентирования, близко к справочным данным.



а



б

Рисунок 5 – Распределение микротвердости по глубине наплавленных слоев, полученных при одно- (образец "1(Ti + C)") и двухслойной (образец "2(Ti + C)") вневакуумной электронно-лучевой наплавке титано-графитовой (а) и трехслойной (образец "3TiC") вневакуумной электронно-лучевой наплавке порошков карбида титана (б)

Характер распределения микротвердости по глубине образца, полученного при наплавке трех слоев карбида титана, представлен на рисунке 5 б. На глубине до 1,2 мм средний уровень микротвердости составляет 8,3 ГПа. Структурным фактором, объясняющим такой результат, является повышение объемной

доли карбидов до 65 %. Наплавка порошковых смесей, содержащих частицы карбида ниобия, сопровождается менее выраженным повышением твердости сплавов.

При динамическом нагружении образцов отслоения наплавленных покрытий от основного металла не наблюдалось. Это косвенно указывает на высокий уровень адгезии покрытия с основным металлом. Ударная вязкость всех исследуемых образцов с поверхностно легированными слоями ниже, чем основного металла (титан ВТ1-0). Обусловлено это высокой долей хрупкой составляющей в покрытиях, о чем свидетельствует анализ фрактограмм, приведенных на рисунке 6 а, б). При увеличении толщины наплавленных покрытий ударная вязкость материалов снижается.

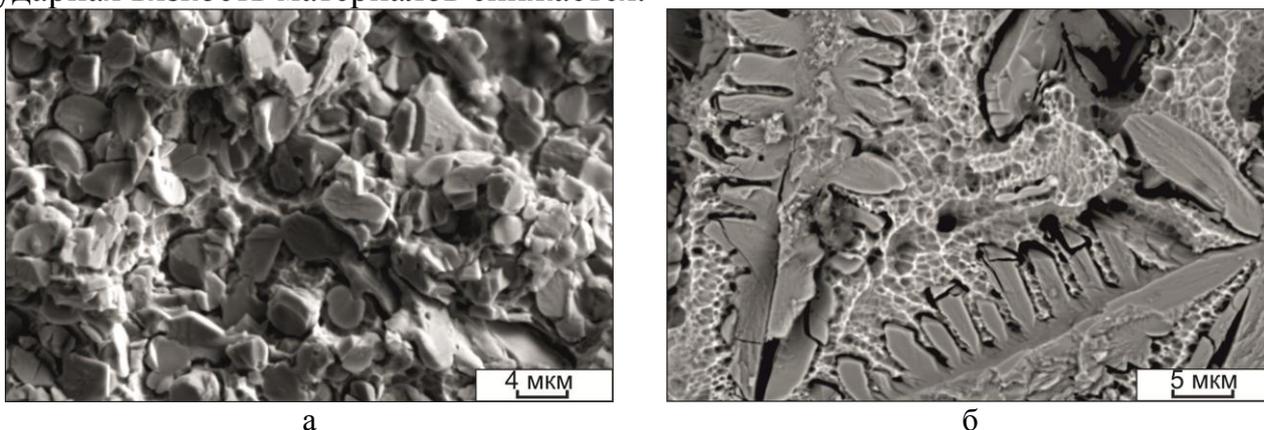


Рисунок 6 – Фрактограммы поверхностей изломов наплавленного слоя

Для оценки влияния карбидных частиц и их объемной доли на характер изнашивания поверхностных слоев титана были проведены триботехнические испытания в различных условиях изнашивания. Результаты воздействия на анализируемые материалы закрепленных частиц абразива представлены на рисунке 7. За единицу была принята износостойкость образцов из титана ВТ1-0.

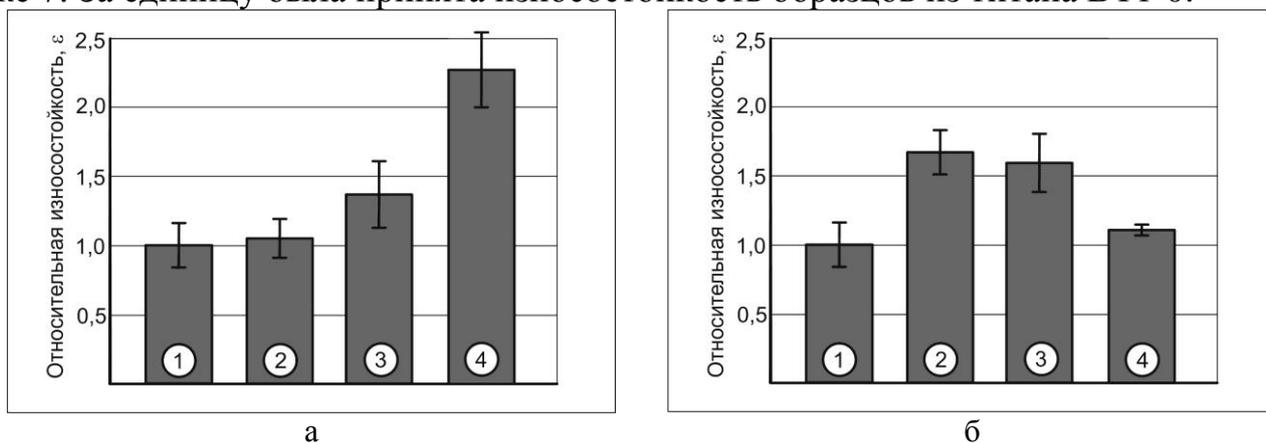


Рисунок 7 – Относительная износостойкость материалов в условиях воздействия закрепленных частиц абразива: (а) – 1 – титановый сплав ВТ1-0; 2 и 3 – наплавленные слои, полученные при однослойной наплавке титано-графитовой смеси с током пучка 32 и 21 мА, соответственно; 4 – наплавленные слои, полученные при двухслойной наплавке титано-графитовой смеси с током пучка 32 мА; (б) – 1 – титановый сплав ВТ1-0; 2 и 3 – наплавленные слои, полученные при одно- и двухслойной наплавке порошка карбида титана с током пучка 32 и 41 мА, соответственно; 4 – наплавленные слои, полученные при наплавке смеси порошков титана, ниобия и графита с током пучка 32 мА

Наиболее высокие результаты достигнуты при испытании образцов с покрытием, полученным при двухслойной наплавке титано-графитовой смеси. По сравнению с эталонным материалом (титаном ВТ1-0) относительная износостойкость этого сплава в 2,3 раза выше. Наплавка титано-графитовой смеси при токе пучка 21 мА приводит к росту относительной износостойкости материала в 1,4 раза.

Относительная износостойкость сплавов, полученных при наплавке смесей, содержащих частицы карбида ниобия, находится на уровне технического чистого титана. Причиной этого является преимущественное распределение мелких карбидных частиц вдоль границ зерен матричной фазы и малая доля первичных карбидов дендритной морфологии. Мелкодисперсные карбидные частицы имеют относительно слабую связь с матрицей и вследствие этого легко выкрашиваются в процессе изнашивания.

На рисунке 8 представлены результаты испытания материалов в условиях трения о нежестко закрепленные абразивные частицы. Зависимости потери массы образцов от пути трения носят линейный характер. Скорость изнашивания образцов из технического чистого титана составляла 1,61 мг/мин. Наплавка карбида ниобия не привела к существенному повышению износостойкости сплава (рисунок 8 б). Минимальная скорость изнашивания (0,17 мг/мин) зафиксирована на образцах, полученных при наплавке карбида титана. Скорость изнашивания образцов, полученных при наплавке титано-графитовой смеси, составляет 0,21...0,24 мг/мин.

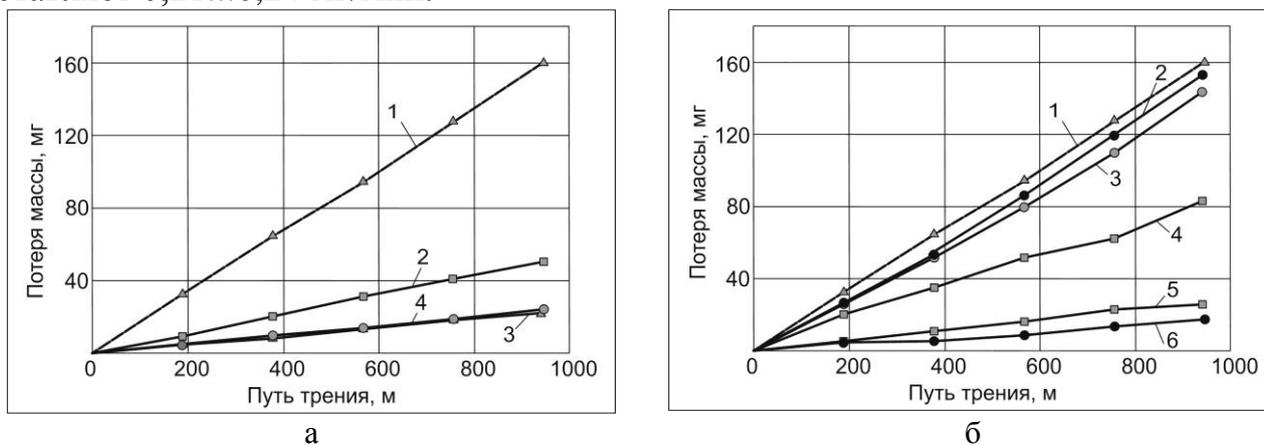


Рисунок 8 – Потеря массы образцов при воздействии нежестко закрепленных частиц абразива: (а) – 1 – титановый сплав ВТ1-0; 2 и 3 – наплавленные слои, полученные при однослойной наплавке титано-графитовой смеси с током пучка 32 и 21 мА, соответственно; 4 – наплавленные слои, полученные при двухслойной наплавке титано-графитовой смеси с током пучка 32 мА; (б) – 1 – титановый сплав ВТ1-0; 2 и 3 – наплавленные слои, полученные при одно- и двухслойной наплавке порошка карбида ниобия с током пучка 31 и 38 мА, соответственно; 4 – наплавленные слои, полученные при наплавке смеси порошков титана, ниобия и графита с током пучка 32 мА; 5, 6 – наплавленные слои, полученные при двух- и однослойной наплавке порошка карбида титана с током пучка 32 и 41 мА, соответственно

Испытания на трение скольжения проводились на машине трения ИИ 5018. В качестве контртела использовали диск из закаленной стали с твердостью 55 HRC. Длительность испытания образцов составляла 22 часа при нагрузке 500 Н. Интенсивность изнашивания определялась путем измерения объ-

ема изношенного материала в каждом цикле испытания. Результаты испытаний на трение скольжения свидетельствуют о том, что трибологические свойства значительно улучшаются при содержании в поверхностно легированном слое более 30 % частиц карбида титана.

В пятой главе «Апробация результатов экспериментальных исследований» приведены рекомендации по оптимизации технологии формирования высококачественных покрытий с карбидными частицами на заготовках из титана и его сплавов и практическому применению разработанных материалов. Отражено использование результатов диссертационной работы в учебном процессе. На примере насоса ПН-50 показана возможность повышения износостойкости рабочих органов насоса и увеличения срока службы оборудования.

Заключение

1. Обработка поверхностных слоев заготовок пучком релятивистских электронов, выведенным в воздушную атмосферу, представляет собой эффективный технологический процесс, позволяющий с высокой производительностью ($1,8 \text{ м}^2/\text{ч} \dots 4,5 \text{ м}^2/\text{ч}$) осуществлять поверхностное легирование заготовок из технически чистого титана. Электронно-лучевая наплавка порошковых смесей, содержащих графит или частицы карбида титана, обеспечивает формирование на пластинах качественных упрочняющих покрытий толщиной до 3 мм.

2. Для формирования модифицированных слоев с выделениями упрочняющих карбидов по технологии, основанной на электронно-лучевой обработке графитосодержащих порошков, в наплавочную смесь необходимо дополнительно вводить порошок титана, который выполняет функцию смачивающей компоненты и способствует более равномерному распределению углерода по сечению покрытия. При введении в наплавочные смеси порошка карбида титана требуемое качество поверхностно упрочненных слоев достигается в отсутствие смачивающей компоненты (порошка титана).

3. В зависимости от состава наплавочной смеси углерод, введенный в поверхностно легированный слой, входит либо в карбидные частицы, либо в графит. В процессе высокотемпературного нагрева порошковой смеси, содержащей частицы карбида титана, происходит их растворение в ванне образующегося расплава. При последующем ускоренном охлаждении формируются частицы карбида TiC , отличающиеся по форме и размерам от частиц исходного порошка. При наплавке титано-графитовых смесей полного растворения графита в расплаве не происходит, в результате чего формируется структура типа "титановая матрица – карбид титана – графит". Частицы не растворившегося графита расположены в верхней половине модифицированных слоев. Титановая матрица представляет собой $\alpha-Ti$ (α')- Ti с выделениями β -фазы (в сплавах, легированных углеродом), а также $\alpha-Ti$ (α')- Ti с выделениями β -фазы и ω -фазы (в сплавах, легированных углеродом и ниобием).

4. Наиболее качественные покрытия на заготовках титана ВТ1-0 обеспечивает однослойная наплавка порошковой смеси "карбид титана – флюс" или двухслойная наплавка смеси "титан – графит – флюс" пучками релятивистских электронов, выведенными в воздушную атмосферу, по следующим режимам: ток пучка электронов 32 мА, скорость перемещения заготовки 25 мм/с. Для по-

верхностных слоев, модифицированных с использованием данной технологии, характерно градиентное строение. Объемная доля упрочняющих частиц карбида титана уменьшается в направлении от поверхности к основному металлу. Наплавка двух и трех слоев карбида титана способствует повышению объемной доли частиц карбида титана. При трехслойной наплавке объемная доля карбидов в зоне глубиной до 1 мм достигает 65 %. При этом в поверхностных слоях возникают трещины, что не позволяет рекомендовать этот процесс для решения производственных задач.

5. Поверхностное упрочнение заготовок из сплава ВТ1-0 карбидами титана способствует повышению стойкости титана в условиях абразивного изнашивания. При испытаниях по схеме трения о закрепленные частицы абразива лучшие результаты обеспечивает двухслойная наплавка титано-графитовой смеси. Относительная износостойкость наплавленных слоев в 2,3 раза выше по сравнению с титаном ВТ1-0. Максимальной стойкостью в условиях воздействия нежестко закрепленных частиц абразива обладают слои, полученные при электронно-лучевой наплавке порошка карбида титана. Интенсивность их изнашивания в 9,3 раза меньше по сравнению с немодифицированным технически чистым титаном.

6. Максимальный уровень твердости при электронно-лучевой наплавке порошковых углеродсодержащих смесей достигнут при трехслойной наплавке порошка карбида титана. В поверхностной зоне глубиной 1,2 мм средний уровень твердости составляет 8,3 ГПа. Обусловлено это высокой объемной долей частиц карбида титана (65 %). Фактором, ограничивающим формирование структуры такого типа, является повышенная склонность материала к трещинообразованию. Объемная доля карбидов, обеспечивающая значительный рост показателей износостойкости и не приводящая в то же время к формированию в упрочненных слоях титана дефектов в виде трещин, составляет 30...35 %.

7. Энергоемкость процесса разрушения образцов из сплава ВТ1-0 зависит от толщины наплавленных слоев. Слои толщиной более 1,3 мм, наплавленные электронным пучком, оказывают охрупчивающее воздействие на материалы. При увеличении толщины поверхностно модифицированных слоев от 1 до 2,5 мм ударная вязкость образцов при комнатной температуре снижается на ~ 32 %. Основные причины охрупчивания модифицированных слоев обусловлены выделением карбидных частиц при наплавке смесей типа "карбид титана – флюс", "карбид ниобия – флюс", "титан – графит – флюс", а также фазы ω -Ti при наплавке смеси типа "карбид ниобия – флюс".

8. Результаты проведенных исследований используются в учебном процессе на механико-технологическом факультете Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям 22.03.01 – «Материаловедение и технологии материалов» и 28.03.02 – «Наноинженерия», в лекционных курсах и при выполнении лабораторных работ (курсы «Общее материаловедение и технологии материалов», «Функциональные нанокпозиционные материалы и покрытия», «Износостойкие материалы и покрытия» и «Высокоэнергетические методы обработки»).

9. Применение технологии вневакуумной электронно-лучевой наплавки рационально для поверхностного упрочнения изделий, работающих в условиях воздействия абразивных частиц и агрессивных сред, например элементов конструкций насосов. На примере роторно-пластинчатого насоса ПН-50 показана возможность повышения износостойкости пластин в 2,2 раза.

Список работ опубликованных автором по теме диссертации:

В изданиях, рекомендованных ВАК

1. Получение износостойких покрытий на титановых сплавах методом вневакуумной электронно-лучевой обработки [Текст] / О. Г. Ленивцева, В. В. Самойленко, М. Г. Голковский, И. А. Батаев, Р. А. Достовалов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2013. – № 3. – С. 103–109.

2. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка углеродсодержащих порошковых смесей на заготовки из титана ВТ1-0 [Текст] / О. Г. Ленивцева, И. А. Батаев, В. В. Иванцовский, Н. С. Белоусова, Е. Д. Головин, Т. А. Зимоглядова // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2013. – № 4. – С. 49–57.

3. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка порошков системы титан-тантал-ниобий на титан ВТ1-0 [Текст] / И. А. Батаев, А. П. Алхимов, О. А. Бутыленкова, Т. В. Журавина, О. Г. Ленивцева, А. А. Руктуев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2012. – № 1, вып. 54. – С. 90 – 95.

4. Структурные исследования покрытий системы «титан-тантал», полученных методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки [Текст] / И. А. Батаев, Т. В. Журавина, О. Г. Ленивцева, Ю. Н. Ромашова, А. А. Руктуев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2012. – № 3. – С. 56–59.

5. *Structure and properties of surface layers obtained by atmospheric electron beam cladding of graphite-titanium powder mixture on to titanium substrate [Text] / O. Lenivtseva, E. Golovin, V. Samoilenko, D. Mul, D. Golovin // Advanced Materials Research. – 2014. – Vol. 1040 (2014). – P. 784–789. [Структура и свойства поверхностных слоев, полученных вневакуумной электронно-лучевой наплавкой титано-графитовой смеси на титановую основу]*

6. *Structure of surface layers produced by non-vacuum electron-beam boriding [Text] / I. A. Bataev, A. A. Bataev, M. G. Golkovski, D. S. Krivizhenko, A. A. Losinskaya, O. G. Lenivtseva // Applied Surface Science. –2013. – Vol. 284. – P. 472– 481. [Структура поверхностных слоев, полученных по технологии вневакуумной электронно-лучевой наплавки аморфного бора].*

В прочих изданиях

7. Ленивцева, О. Г. Электронно-лучевая наплавка углеродсодержащих порошков на титан [Текст] / Наука. Технологии. Инновации: материалы Всероссийской науч. конф. молодых ученых, Новосибирск, 29 нояб.-2 дек. 2012 г. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2012. Часть 4 – С. 195 – 197.

8. Ленивцева, О. Г. Поверхностное упрочнение титановых сплавов карбидными частицами с использованием высокоэнергетического электронного луча [Текст] / О. Г. Ленивцева, О. А. Бутыленкова // Наука. Промышленность.

Оборона: тр. XIV Всероссийской науч.-техн. конф., Новосибирск, 24-26 апреля 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013. – С. 344 – 346.

9. Ленивцева, О. Г. Наплавка углеродсодержащих смесей на титановый сплав ВТ1-0 с использованием высокоэнергетического электронного луча [Текст] / О. Г. Ленивцева, И. А. Поляков, Д. А. Петрина // Проблемы повышения эффективности металлообработки в промышленности на современном этапе: материалы XI Всероссийской науч.-практ. конф., Новосибирск, 27 марта 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013. – С. 315 – 318.

10. Ленивцева, О. Г. Формирование углеродсодержащих покрытий на титановой основе методом вневакуумной электронно-лучевой обработки [Текст] / О. Г. Ленивцева, О. А. Бутыленкова, А. А. Руктуев // Новые материалы. Создание, структура, свойства: тр. XII Всероссийской школы-семинара с международным участием, Томск, 6-8 июня 2012 г. – Томск, С. 85 – 87.

11. Ленивцева, О. Г. Получение износостойких покрытий на титановых сплавах [Текст] / О. Г. Ленивцева, Л. В. Чучкова // Новые материалы. Создание, структура, свойства: тр. XIII Всероссийской школы-семинара с международным участием, Томск, 9-13 сентября 2013 г. – Томск, С. 14 – 16.

12. Ленивцева, О. Г. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка углеродсодержащих порошков на титановую основу [Текст] / О. Г. Ленивцева // Сборник научных трудов XIV международной науч.-техн. Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых, Екатеринбург, 11–15 нояб. 2013 г. – Екатеринбург : УрФУ, 2013. – С. 344-346.

13. Ленивцева, О. Г. Получение углеродсодержащих покрытий на титане методом вневакуумной электронно-лучевой обработки. [Текст] // Физико-химия и технология неорганических материалов: материалы IX Российской ежегодной конф. молодых научных сотрудников и аспирантов, Москва, 23–26 октября 2012 г. – Москва : ИМЕТ РАН, 2012. – С. 502–503.

14. Ленивцева, О. Г. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка порошковых смесей на титановый сплав ВТ1-0 [Текст] / О. Г. Ленивцева // Физико-химия и технология неорганических материалов: материалы X Российской ежегодной конф. молодых научных сотрудников и аспирантов, Москва, 22–25 октября 2013 г. – Москва : ИМЕТ РАН, 2013. – С. 401–403.

15. Ленивцева, О. Г. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка порошковой смеси (Ti+C) на титановый сплав ВТ1-0 [Текст] / О. Г. Ленивцева, И. А. Поляков, Л. В. Чучкова // Современные техника и технологии: материалы XIX Международной науч.-практ. конф. студентов и молодых ученых, Томск, 15–19 апр. 2013 г. – Томск : Изд-во ТПУ, 2013. – С.88–89

16. *Lenivtseva, O. G. High-energy electron beam cladding of titanium and carbon on titanium alloy [Text] / O. G. Lenivtseva, O. A. Butylenkova, E. D. Golovin, M. G. Golkovsky // The 8th International forum on strategic technology, Mongolia, Ulaanbaatar, 28 June – 1 July 2013. – Mongolia : MUST, 2013. – P. 152–155. [Высокоэнергетическая электронно-лучевая наплавка титана и углерода на титановый сплав]*

17. Ленивцева, О. Г. Электронно-лучевая наплавка износостойких покрытий на заготовки из титанового сплава ВТ1-0 [Текст] / О. Г. Ленивцева, В. В.

Самойленко, И. А. Поляков // Высокие технологии в современной науке и технике: тр. III международной науч.-техн. конф. молодых ученых, аспирантов и студентов, Томск, 26–28 марта 2014 г. – Томск : Изд-во ТПУ, 2014. – С. 120–122.

18. Ленивцева, О. Г. Технология получения износостойких покрытий на титановых сплавах, с использованием промышленного ускорителя электронов ЭЛВ-6 [Текст] / О. Г. Ленивцева, Д. В. Лазуренко, В. В. Самойленко // Инновационные технологии и экономика в машиностроении: тр. V международной науч.-практ. конф., Юрга, 22–23 мая 2014 г. – Томск : Изд-во ТПУ, 2014. – Т. 1. – С. 295–297.

19. Ленивцева, О. Г. Влияние состава наплавочной смеси на структуру и свойства поверхностных слоев титана [Текст] / О. Г. Ленивцева, В. В. Самойленко, П. Н. Комаров // Актуальные проблемы в машиностроении: материалы I международной науч.-практ. конф., Новосибирск, 26 марта 2014 г. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2014. – С. 521-526.

20. *Lenivtseva, O. Non-vacuum electron beam carburizing of CP-titanium [Text] / O. Lenivtseva, V. Samoylenko, L. Chuchkova // Sino-Russian young scientist forum and symposium on advanced materials and processing technology, China, Qingdao, June 2014. – Qingdao, 2014. – P. 99.*

Отпечатано в типографии Новосибирского
государственного технического университета
630073, г. Новосибирск, пр. К.Маркса, 20,
Тел./факс: (383)346-08-57