

А. А. ФОМИН, канд. техн. наук,
А. Б. ШТЕЙНГАУЭР, аспирант,
И. В. РОДИОНОВ, доктор техн. наук,
ФГБОУ ВПО «Саратовский
государственный технический университет
имени Гагарина Ю.А.», г. Саратов,
С. Г. КАЛГАНОВА, доктор техн. наук,
ЗАО «Северсталь-Сортовой завод
Балаково», г. Балаково Саратовской обл.,
А. М. ЗАХАРЕВИЧ, кандидат физ.- мат. наук,
Н. В. ПЕТРОВА, мл. научн. сотрудник,
А. Н. ГРИБОВ, аспирант,
К. А. РАЗУМОВ, канд. техн. наук,
ФГБОУ ВПО «Саратовский
государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского», г. Саратов

Титан и сплавы на его основе широко используются в различных отраслях промышленного производства. Для создания наиболее эффективных условий надежного функционирования титановых изделий и конструкций проводят модификацию их поверхности газотермическими, вакуумно-конденсационными или физико-химическими методами, позволяющими придать поверхностным слоям изделий широкий спектр физико-химических, механических, теплозащитных и других свойств и характеристик [1, 2]. Однако недостатком данных методов является значительная энергоемкость, необходимость использования сложной технологической последовательности операций, а также дорогостоящих материалов, например, микропорошков определенной дисперсности, компактных материалов для мишеней, жидких или газообразных прекурсоров.

Известно, что металлооксидные функциональные покрытия, например, формируемые различными методами оксидирования на сплавах титана, циркония, тантала, некоторых нержавеющей сталей обладают достаточно высокой механической прочностью, защитной способностью и комплексом теплофизических характеристик, обеспечивающих повышенное качество металлоизделий [3, 4]. Основным недостатком указанных способов является относительно большая продолжительность процесса получения оксидного слоя, его высокая склонность к трещинообразованию при высоких значениях пористости, а также ограниченность или отсутствие возможности получения наноструктурного состояния оксидированной поверхности. В связи с этим целью исследования является разработка технологии формирования функциональных пленок и покрытий с морфологически гетерогенной микроструктурой и однородной наноструктурой в сочетании с высокой механической прочностью за счет использования интенсивного нагрева токами высокой частоты основного металла малогабаритных титановых изделий с применением разработанного устройства индукционно-термической обработки (ИТО).

Методика и техника эксперимента

Образцы представляют пластины технически чистого титана марки ВТ1-00 толщиной 2 мм и площадью рабочей поверхности 2 см², поверхность которых подвергается

Оборудование для индукционно-термической обработки малогабаритных титановых изделий

Научные исследования проведены при частичной поддержке грантов РФФИ № 13-03-00898, № 13-03-00248, гранта Президента РФ МД-97.2013.8, стипендии Президента РФ СП-1051.2012.4, а также Минобрнауки РФ в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы, соглашение № 14.В37.21.0571.

Ключевые слова: индукционно-термическая обработка, конструкция устройства индукционно-го нагрева, титановые изделия, металлооксидное покрытие, наноструктура термообработанной поверхности, наноиндентирование

пескоструйной обработке корундовым абразивом и очистке в ультразвуковой ванне. Поверхность подготовленных образцов модифицируется металлооксидными соединениями методом индукционно-термической обработки в воздушной среде. При этом устанавливается влияние ИТО металлической основы в диапазоне температур 600...1200 °С на показатели микро- и наноструктуры получаемых пленок и покрытий. Образцам покрытий присваивается двузначная нумерация: первая обозначает величину температуры обработки, а вторая – длительность процесса, измеряемую в минутах. Термический цикл ИТО включает интенсивный нагрев до заданной температуры, выдержку и последующее инерционное охлаждение. Потребляемая электрическая мощность в резонансном режиме не превышает 0,3 кВт, при этом частота переменного тока варьируется в диапазоне 100± 20 кГц, что необходимо для изменения параметров системы «индуктор – титановая заготовка».

Методы исследования структурного состояния образцов предусматривали определение размера структурных элементов поверхности пленок и покрытий, сформированных при различных режимах ИТО, фазово-структурного состава и твердости в нанометровом масштабе исследований. При этом проводилась растровая электронная микроскопия (РЭМ; сканирующий электронный микроскоп MIRA II LMU, Tescan) в сочетании с энергодисперсионным рентгенфлуоресцентным ана-

лизом (ЭДРФА; детектор INCA PentaFETx3, фирмы OXFORD Instruments), рентгенофазовый анализ (РФА; дифрактометр Gemini/Xcalibur, Oxford diffraction; Cu-K α с излучением) и наноиндентирование (твердомер NANOVEA).

Разработанное устройство ИТО состоит из блока питания основного (БПО), генераторного блока (ГБ) и вспомогательного блока (ВБ) (рис. 1) [4]. БПО обеспечивает функционирование ГБ, питающего индуктор переменным током. Драйвер ГБ питается стабилизированным напряжением +15 В от БПО, выходной каскад, выполненный на схеме полумостового типа, – постоянным напряжением +300 В от БПО. ВБ обеспечивает напряжение +12 В для питания вентилятора М1 принудительного охлаждения ГБ, насоса М2 и вентилятора М3 системы водяного охлаждения индуктора. Конструктивные решения БПО и ВБ соответствуют имеющимся нормативным требованиям ГОСТ 12.2.007.0-75.

Результаты исследования и их анализ

Процесс ИТО титановой основы осуществляется в керамическом муфеле, далее образец извлекается из муфеля. Температура и скорость нагрева титановой основы при индукционной термообработке определялись при различной величине электропотребления (рис. 2). Показатели величины и скорости нагрева были получены с применением бесконтактного метода измерения температуры при использовании инфракрасного (ИК) пирометра DT-8828 с пределом измерения от –50 °С до 1100 °С, погрешностью $\pm 0,1$ °С (рис. 3).

В результате математической обработки получены аппроксимированные кривые индукционного нагрева:

$$T_{1,0A} = 30,884 + 105,87 \cdot t - 5,6844 \cdot t^2 + 0,16687 \cdot t^3 - 0,0018523 \cdot t^4$$

$$T_{0,5A} = 38,713 + 67,116 \cdot t - 2,9852 \cdot t^2 + 0,06472 \cdot t^3 - 0,00051981 \cdot t^4$$

$$T_{0,4A} = 40,755 + 45,995 \cdot t - 1,5683 \cdot t^2 + 0,02629 \cdot t^3 - 0,00016512 \cdot t^4$$

Нижний индекс показателя температуры T соответствует величине силы тока; t – время, с.

На графике рис. 2 при наибольшей величине силы тока и длительности индукционного нагрева 18...20 сек фиксируется возрастание отклонения расчетной кривой от экспериментального среднего значения, физический смысл которого связан с полиморфным превращением в титане ($T_{\alpha \leftrightarrow \beta} = 882$ °С). Прочее отклонение теоретической кривой от экспериментальных точек вызвано погрешностью аппроксимации метода наименьших квадратов, реализуемого в программном пакете MATLAB 6.0.

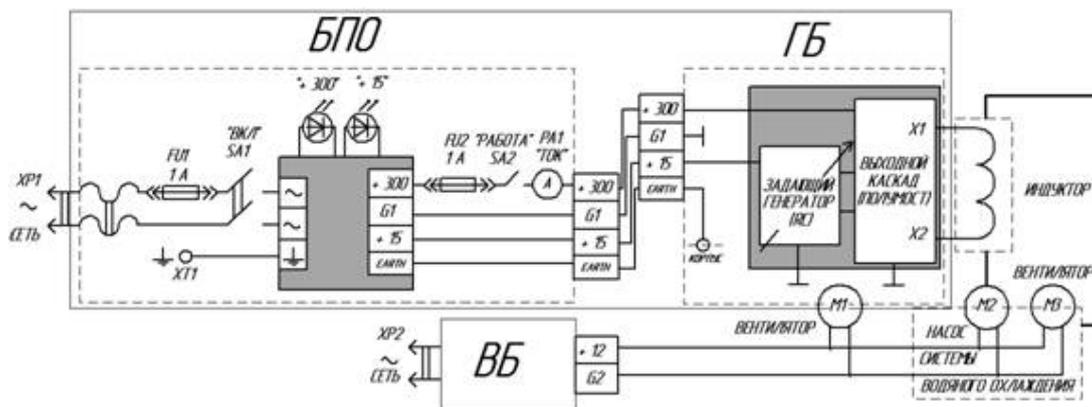


Рис. 1. Принципиальная схема устройства индукционного нагрева

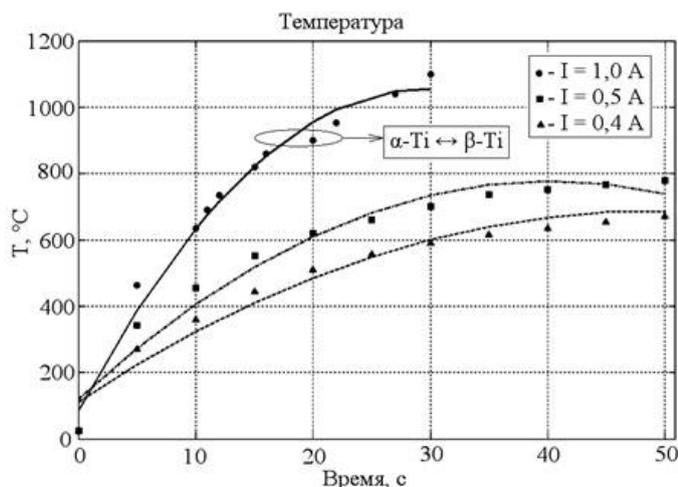


Рис. 2. Нагрев титановых пластинчатых образцов при различной величине силы потребляемого тока I (сплошная линия соответствует аппроксимирующей функции)

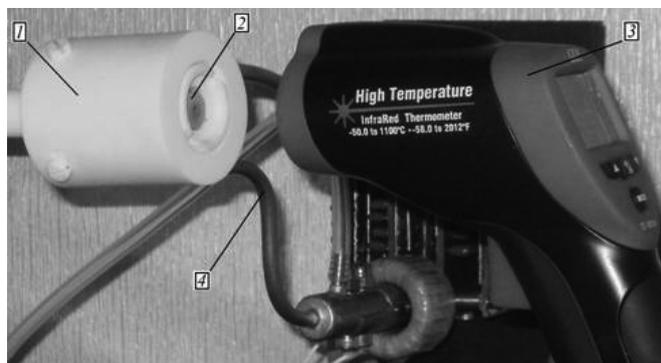


Рис. 3. Измерение температуры образцов бесконтактным методом: 1 – кожух алюмооксидного муфеля индуктора 4 с образцом 2; 3 – ИК пирометр

Получаемые металлооксидные покрытия представляют различные варианты структурной организации диоксида титана, находящегося в кристаллографической модификации рутила (рис. 4, а). Методом ЭДРФА выявляется химический состав образцов, основными компонентами сформированной оксидной пленки или тонкого покрытия являются титан, кислород, а также алюминий и следы железа и хрома, общим количеством менее 0,5% (рис. 4, б). Алюминий в покрытии содержится в виду того, что при подготовке поверхности с применением пескоструйной обработки используется корундовый абразив, микрочастицы которого механически внедряются в поверхностный слой титановой основы. Глубина генерации характеристического излучения составляет около 1 мкм, поэтому в тонких пленках, формируемых при ИТО в интервале температур 600...800 °С, фиксируется повышенное содержание титана.

Морфология микроструктуры получаемых образцов несколько отличается от исходной микрогеометрии, формируемой после пескоструйной обработки (рис. 5, а). С увеличением температуры и длительности процесса ИТО происходит некоторое сглаживание микрорельефа, связанное с ростом оксидной пленки и преобразованием ее в тонкое покрытие (рис. 5, б; 5, в).

Наноструктура поверхности индукционно-термических пленок и покрытий представлена различными типами кристаллов: игольчатой и пластинчатой формы (рис. 5, д; 5, е).

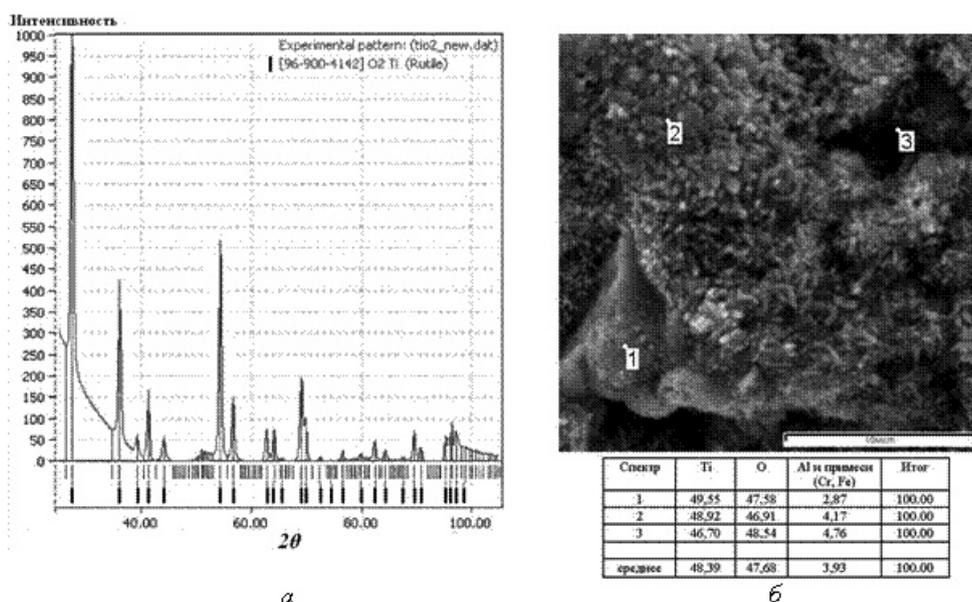


Рис. 4. РФА и ЭДРФА образцов покрытий, полученных при режимах: а – 1200-2; б – 800-0,5

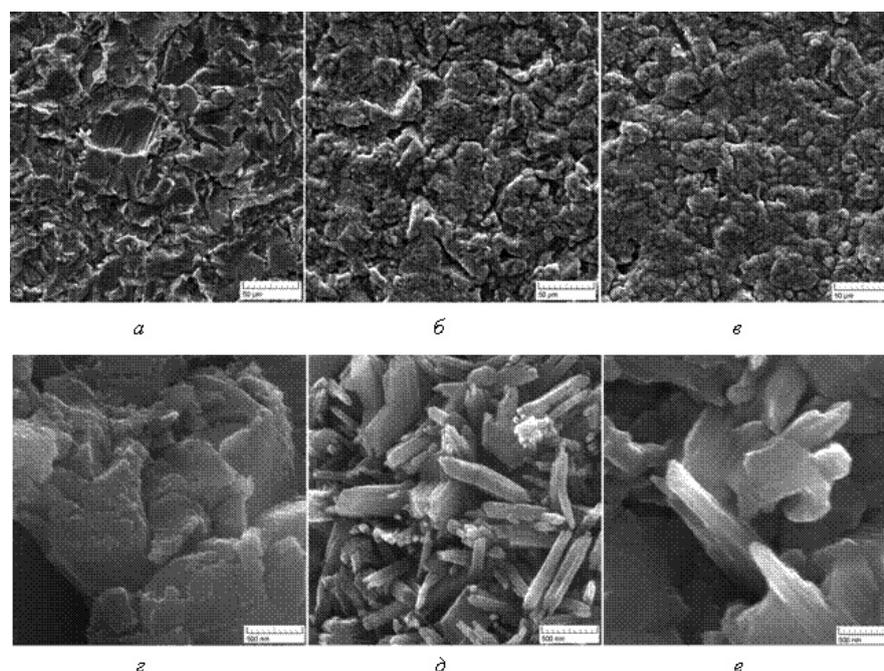


Рис. 5. Морфология поверхности титановых образцов: а, е – после пескоструйной обработки; б, д – ИТО при режиме 800-2; в, е – ИТО при режиме 1200-2

Индукционно-термическое формирование оксидной пленки представляет процесс образования игольчатых нанокристаллов, их дальнейший рост до размеров 0,6...1,3 мкм с наибольшей толщиной около 30...80 нм, далее происходит их коалесценция по боковым граням и образование пластинчатой структуры с характерным размером около 1...2 мкм. Установлено, что с увеличением температуры свыше 800 °С и длительности процесса ИТО более 2 мин морфологическая гетерогенность, характеризующая количеством выступов и впадин поверхности, снижается почти вдвое, в связи с чем целесообразно использовать диапазон ИТО от 600 до 800 °С.

Нанотвердость индукционно-термических покрытий на титане наиболее точно описывается параболической

зависимостью от температуры ИТО (рис. 6).

Локальный минимум данной зависимости, равный 4,9 ГПа, соответствует диапазону 840...870 °С, что может объясняться изменением кристаллической структуры титановой основы (фазовый переход α -Ti \leftrightarrow β -Ti) и визуально отмеченной коалесценцией игольчатых кристаллов. Дальнейшее упрочнение до 9,5 ГПа обеспечивается при условии ограниченного доступа кислорода воздуха, в противном случае твердость покрытия резко уменьшается. В целом, полученные показатели нанотвердости характеризуют данные индукционно-термические покрытия как высокопрочные, обладающие высоким запасом по твердости, а именно 2...5-кратным запасом твердости в сравнении с титановой основой.

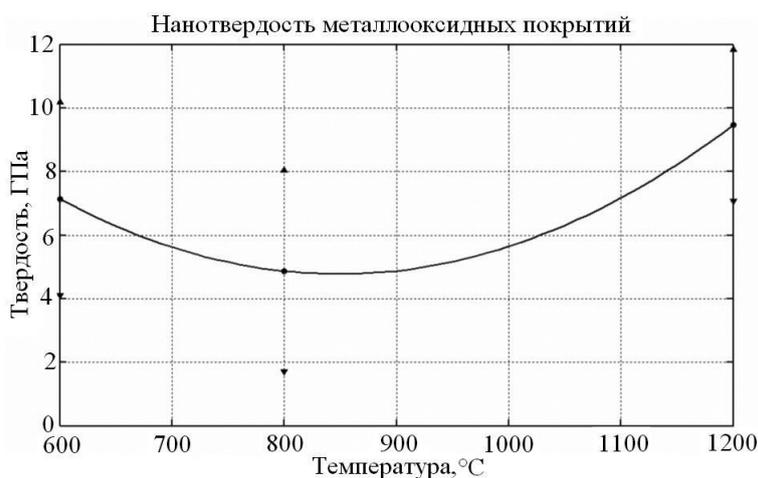


Рис. 6. Зависимость нанотвердости покрытий титановых образцов от температуры ИТО

Выводы

Разработанное устройство ИТО малогабаритных титановых изделий обеспечивает ускоренное модифицирование их поверхностного слоя металллоксидными соединениями. Достижение заданной температуры

индукционного нагрева, составляющей 600...1200 °С, обеспечивается за промежуток времени, характеризующийся интервалом от 10 до 30 сек, соответственно. Изменяя величину потребляемой мощности можно управлять величиной и скоростью индукционного нагрева, контролировать процесс выдержки при заданной температуре, задавать необходимый вид термического цикла, а также скорость охлаждения. Результаты исследования и анализ влияния режимов ИТО на морфологическую гетерогенность микро- и наноструктуры служат основанием для разработки технологических рекомендаций по индукционно-термической модификации поверхности малогабаритных титановых изделий, применяемых в химическом аппаратостроении, авиа- и космическом приборостроении, машиностроении, в разработке и создании высокоэффективных биотехнических систем, а также в других научно-производственных направлениях. Установлено, что тонкое покрытие из диоксида TiO₂ с игольчатой нанокристаллической структурой, формируемое в процессе индукционного нагрева на воздухе при температурах 600...800 °С и выдержке не менее 2 мин, характеризуется высоко развитой морфологической гетерогенностью поверхностного слоя, а также твердостью.

Список литературы

1. **Fomin A.A.** et al. Nanocrystalline structure of the surface layer of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings obtained upon preliminary induction heat treatment of metal base // *Technical Physics Letters*, 2012. – Vol. 38. – No. 5. – pp. 81–83.
2. **Штейнгауз А.Б., Фомин А.А., Лясников В.Н.** Устройство нагрева металлической основы медицинских изделий для нанесения биосовместимых покрытий плазменно-индукционным методом // *Электрика*, 2011. – № 7. – С. 32–37.
3. **Родионов И.В., Мудрова А.Л.** Исследование микротвердости оксидных покрытий, получаемых на хромоникелевой стали 12Х18Н9Т способами воздушнотермического и паротермического оксидирования / *Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов: материалы II Международной научной конференции*. Орск, Орский гуманитарно-технологический институт (24-25 ноября 2011 г.). В 2 т. Т. 2. – М.: Машиностроение, 2012. С. 77-83.
4. **Родионов И.В.** Технология получения функциональных анодно-оксидных покрытий на изделиях медицинского назначения из титана // *Химическая технология*. Т.11, №4, 2010. С. 239-244.