На правах рукописи

ВОЙКО Алексей Владимирович

РАЗРАБОТКА ЭЛЕКТРОТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ТИТАНОВЫХ ИЗДЕЛИЙ В ТВЕРДОМ КАРБЮРИЗАТОРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАГРЕВА ТОКАМИ ВЫСОКОЙ ЧАСТОТЫ

Специальность 2.4.4 – Электротехнология и электрофизика

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Саратов 2025

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»

Научный руководитель: доктор технических наук, доцент
Фомин Александр Александрович

Официальные оппоненты: **Лепешкин Александр Роальдович,**
доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Проектирование и сертификация авиационной техники» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», г. Москва

Герасименко Александр Юрьевич,
доктор технических наук, доцент, заместитель директора по научной работе Института биомедицинских систем ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», г. Москва

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет «МЭИ», г. Москва

Защита состоится «06» ноября 2025 г. в 13:00 часов на заседании диссертационного совета 24.2.391.02 при СГТУ имени Гагарина Ю.А. по адресу: г. Саратов, ул. Политехническая, 77, корпус 25, ауд. 815.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 410054, г. Саратов, ул. Политехническая, 77, СГТУ имени Гагарина Ю.А.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. и на сайте www.sstu.ru

Автореферат разослан «____» сентября 2025 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Бекренев Николай Валерьевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Сочетание высоких значений удельной прочности, коррозионной стойкости и ряда других характеристик делают титан и его сплавы востребованными в самых широких областях применения – от авиа-, ракето- и судостроения до биотехнических систем и изделий регенеративной медицины. Однако технический титан и его конструкционные сплавы имеют недостатки, ограничивающие область его применения в триботехнических системах из-за невысокой износостойкости. В ряде случаев использование титана в парах трения является перспективным, например для элементов запорно-регулирующей арматуры, приводных валов и крепежных элементов, изделий химической промышленности, двигателестроения, хирургических инструментов, имплантируемых конструкций и эндопротезов крупных суставов.

Устранить имеющиеся недостатки возможно с помощью модификации рабочих поверхностей титановых изделий, например упрочняющей термической обработки, а также за счет формирования защитных покрытий методами газотермического напыления и прочими электрофизическими воздействиями. Одним из эффективных способов модификации поверхности и приповерхностного слоя титановых сплавов является химико-термическая обработка (ХТО), благодаря формированию как самого покрытия, так и модифицированного приповерхностного слоя за счет диффузионных процессов. Такими методами рабочие поверхности металлоизделий насыщают кислородом, азотом, углеродом и другими элементами с последующим образованием вторичных структур и химических соединений.

Степень разработанности темы исследования. Проблема повышения физико-механических характеристик металлических изделий с помощью ХТО изучалась отечественными учеными (Лахтин Ю.М., Цих С.Г., Прокошкин Д.А., Ворошнин Л.Г., Ляхович Л.С., Шубин Р.П., Дубинин Г.Н., Переверзов В.М., Минкевич А.Н., Арзамасов Б.Н. и другие). Создание энергоэффективных индукционных технологий связано с именами основателей отечественных научных школ, таких как Вологдин В.П., Лозинский М.Г., Бабат Г.И., Рыскин С.Е., Слухоцкий А.Е., Алиферов А.И., Кувалдин А.Б., Лепешкин А.Р., Федин М.А., Зимин Л.С., Рапопорт Э.Я., Данилушкин А.И., Дзлиев С.В., Базаров А.А. и другие). Зарубежные исследователи (Браун Дж.Х., Лэсли Х., Лэнгтон Л.Л., Лавлесс Д.Л., Кук Р.Л.) также внесли значительный вклад в развитие теории высокочастотного нагрева и упрочняющей обработки металлоизделий. Применительно к титану электротехнологические методы обработки использованы Демидовичем В.Б., Сарапуловым Ф.Н., а получением твердых и сверхтвердых оксидных покрытий с наноразмерной структурой на малогабаритных титановых изделиях за счет индукционно-термической обработки и комбинированных воздействий занимаются специалисты научной школы под руководством Фомина А.А.

Несмотря на большой объем исследований в области ХТО титановых сплавов, нерешенной остается задача получения защитных (твердых, износостойких) и биосовместимых углеродсодержащих покрытий, в частности карбидных и карбонитридных. Поэтому актуальность работы заключается в повышении физико-механических и трибологических характеристик поверхности титановых изделий путем решения комплекса задач по формированию функциональных покрытий ХТО с нагревом токами высокой частоты (ТВЧ).

.

Цель работы заключается в разработке электротехнологического процесса химико-термической обработки титана за счет применения нагрева токами высокой частоты в твердом карбюризаторе, способствующего росту защитного карбонитридного покрытия, что необходимо для имплантируемых конструкций восстановительной медицины.

Поставленная цель достигается при решении следующих **задач:**

1. Провести анализ методов получения функциональных слоев на металлоизделиях и определить условия получения защитных карбидных и карбонитридных покрытий на титане, структура которых обеспечивает высокий потенциал применения для изделий восстановительной медицины.

2. Разработать математическую модель, основанную на решении задач электродинамики и нестационарной теплопередачи методом конечных элементов, процесса нагрева токами высокой частоты многокомпонентной системы «контейнер – рабочая среда – изделие», учитывающей формирование функционального покрытия и электротехнологических факторов.

3. Установить влияние электротехнологических параметров химико-термической обработки титана путем нагрева токами высокой частоты на изменение элементно-фазового состава, микроструктуры, морфологии поверхности и физико-механических свойств полученных покрытий.

4. Предложить технологические рекомендации процесса химико-термической обработки титановых изделий путем нагрева токами высокой частоты в углеродсодержащей среде, основанные на результатах исследования комплекса «состав – структура – свойства», а также характеристик биологической совместимости.

Объектом исследования является электротехнологический процесс химико-термической обработки титановых изделий путем нагрева токами высокой частоты для получения функциональных карбонитридных покрытий.

Предметом исследования являются технологические режимы химико-термической обработки токами высокой частоты титановых изделий и закономерности изменения элементно-фазового состава, параметров микроструктуры, морфологии поверхности, физико-механических, трибологических и функциональных характеристик карбонитридных покрытий от тока индуктора, температуры и длительности высокотемпературной выдержки.

Методы исследования. В работе изучены тепло- и массообменные процессы в системе «контейнер – рабочая среда – изделие» при химико-термической обработке токами высокой частоты (ХТО-ТВЧ), в частности твердофазной цементации в среде порошкового графита. Задачи электродинамики и нестационарной теплопроводности в рассматриваемой многокомпонентной системе решались с применением метода конечных элементов, реализованного в программе Elcut. Контроль температуры поверхности контейнера производился бесконтактным методом с использованием инфракрасного тепловизора Fluke Ti400. Ток индуктора и потребляемая электрическая мощность контролировались с помощью штатного амперметра установки ВЧ-15 и токовых клещей.

Влияние технологических параметров ХТО-ТВЧ на физико-механические свойства титановых образцов с покрытиями оценивалось методами инструментального нано- и микроиндентирования. Определяемым параметрами при микроиндентировании являлась микротвердость для функционально-градиентной системы «Ti(C,N)-покрытие – модифицированный слой». По данным наноинденти-

рования определялись твердость, модуль упругости, а также рассчитывались индекс пластичности и сопротивление хрупкому разрушению самого Ti(C,N)-покрытия. Оценка износостойкости покрытий проводилась по методу шарового истирания, также определялся класс износостойкости. Средний размер наноразмерных зерен и пор, толщина и элементный состав покрытий изучали методами растровой электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным анализом. Фазовый состав карбонитридных покрытий определяли методом рентгенофазового анализа. Для подтверждения функциональных характеристик (биосовместимости) применялся электронно-микроскопический анализ фрагментов костных структур на поверхности титановых имплантируемых конструкций. Экспериментальные результаты исследований обрабатывались статистически, выбор типа регрессионных моделей, расчет весовых коэффициентов и оценка их значимости выполнялись в программе Datafit v.9.

Научная новизна заключается в том, что впервые обосновано применение электротехнологического процесса химико-термической обработки титановых изделий за счет нагрева токами высокой частоты в твердом карбюризаторе для создания карбонитридных покрытий с повышенными физико-механическими, трибологическими и функциональными характеристиками. Наиболее значимыми являются следующие результаты:

1. Уточнена математическая модель высокотемпературного процесса химико-термической обработки токами высокой частоты многокомпонентной системы «контейнер – рабочая среда – изделие», учитывающая тепловые потери при появлении углеродсодержащей структуры, что позволяет достоверно выбрать величину тока индуктора и продолжительность выдержки для достижения необходимой температуры модификации поверхности технического титана.

2. На основе экспериментальных данных получены регрессионные зависимости влияния электротехнологических параметров химико-термической обработки титановых изделий токами высокой частоты в углеродсодержащей среде, в частности тока индуктора и длительности выдержки, на изменение элементного состава, толщины, твердости и износостойкости рабочих поверхностей изделий, на основании которых установлены режимы, обеспечивающие формирование защитных карбонитридных покрытий.

3. Экспериментально обоснованы диапазоны химико-термической обработки титановых изделий токами высокой частоты в углеродсодержащей среде и предложен способ упрочнения малоразмерных изделий из технического титана с биосовместимыми покрытиями (патент РФ № 2690067).

Теоретическая и практическая значимость. Полученные результаты обеспечивают развитие направления применения нагрева ТВЧ элементов многокомпонентной системы «контейнер – рабочая среда – изделие» в части химико-термической обработки титановых изделий в твердом карбюризаторе, а также расширяют представления о закономерностях формирования защитных (твердых, износостойких) и функциональных покрытий карбонитридного состава.

Установленные режимы химико-термической обработки ТВЧ титановых изделий в металлическом контейнере позволяют получать карбонитридные покрытия с микротвердостью до 21,6 ГПа, индексом пластичности от 0,09 до 0,16, сопротивлением хрупкому разрушению от 0,16 до 1,28, износостойкостью от 7,43×106 до 1,56×107 (соответствует 5-6 классу износостойкости), а также высо-

кой функциональной совместимостью с биотканями (биосовместимостью). Определены диапазоны изменения электротехнологических параметров, а именно тока индуктора от 2,6 до 4,1 кА и удельной мощности от 21 до 41 кВт/кг, которые обеспечивают формирование функциональных карбонитридных покрытий с уникальным сочетанием наноразмерной пористо-кристаллической структуры, толщины, микротвердости покрытий и биосовместимости. Разработанный процесс ХТО с применением ТВЧ отличается простотой, доступностью материалов и эффективностью оборудования. Использование данного метода при производстве титановых изделий из технического титана для восстановительной медицины позволит значительно сократить срок приживления, увеличить эффективную площадь адгезионного взаимодействия наноразмерной структуры с окружающими биотканями. На основе данных диссертационного исследования предложен способ (патент РФ № 2690067) химико-термического упрочнения малогабаритных изделий из технического титана в металлическом контейнере при температурах 1000–1400° С и продолжительности высокотемпературной выдержки до 480 с. Результаты исследования биосовместимости имеют практическое применение при установке титановых имплантируемых конструкций, что позволяет сократить длительность медленно-изменяющихся процессов, в частности этап приживления изделий восстановительной медицины (Акт внедрения ООО «Байга», г. Саратов). Результаты диссертационного исследования используются при проведении лабораторных и практических работ для студентов направления 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» СГТУ имени Гагарина Ю.А.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач исследования, разработке положений и результатов, выносимых на защиту, разработке математических моделей процесса химико-термической обработки ТВЧ, выявлению регрессионных зависимостей изменения элементного и фазово-структурного состава, а также комплекса механических свойств от электротехнологических параметров. В совместных научных трудах автору принадлежит ведущая роль в проведении теоретических и экспериментальных исследований, а также интерпретации полученных результатов. В патенте РФ № 2690067 роль автора заключается в разработке электротехнологического процесса ХТО, включая обоснование диапазонов температуры и длительности обработки для необходимых изменений приповерхностного слоя титановых изделий. У автора нет конфликта интереса с соавторами по поводу авторских прав.

Достоверность результатов. Достоверность результатов подтверждается корректным выполнением расчетных процедур, согласованностью теоретических и экспериментальных данных, практическим использованием результатов, использованием современного технологического и измерительного оборудования, применением общеизвестных методов исследования, отсутствием противоречий полученных результатов исследований с данными других исследователей, а также опубликованием научных результатов в рецензируемых изданиях.

Положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Предложенная математическая модель высокотемпературного процесса химико-термической обработки ТВЧ титановых изделий, учитывающая появление углеродсодержащей структуры для корректного решения тепловой задачи, позволяет обосновать выбор тока индуктора и продолжительности выдержки для

достижения температурного диапазона 1100–1400° С при обработке металлического контейнера с загрузкой.

2. Применение химико-термической обработки титановых образцов в твердом карбюризаторе при токе индуктора в диапазоне 2,6–4,1 кА, температуре 1100–1400° С и выдержке 240–480 с, обеспечивает формирование карбонитридных покрытий с повышенными характеристиками микро- и нанотвердости, а также износостойкости рабочих поверхностей по сравнению необработанным техническим титаном.

3. Для получения биосовместимых карбонитридных покрытий с микротвердостью 21,6±2,5 ГПа, нанотвердостью 42,6±10,1 ГПа, индексом пластичности не менее 0,10, сопротивлением хрупкому разрушению не менее 0,41 и 5-м классом износостойкости необходимо осуществлять химико-термическую обработку титановых изделий токами высокой частоты в металлическом контейнере с углеродосодержащей средой при токе индуктора 3,6 кА, удельной мощности 31,6 кВт/кг, температуре 1300±25° С и выдержке 480 с.

Апробация работы. Полученные результаты исследования диссертационной работы представлены на научно-технических конференциях: 5, 6, 7 и 8-я Международная школа-конференция по оптоэлектронике, фотонике, инженерии и наноструктур «Saint Petersburg OPEN» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2018, 2019, 2020 и 2021), Международный симпозиум по оптике и биофотонике «Saratov Fall Meeting» (Россия, г. Саратов, 2018, 2020), II Всероссийская молодежная конференция «Перспективные материалы и высокоэффективные процессы обработки» (Россия, г. Саратов, 2023), 7-я Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении» (Россия, г. Курск, 2022), 7-я Всероссийская национальная научно-практическая конференция «Проблемы развития современного общества» (Россия, г. Курск, 2022), II Международная молодежная конференция «Современные материалы и технологии» (Россия, г. Саратов, 2021), Международная молодежная конференция, приуроченная к 90-летию СГТУ имени Гагарина Ю.А. «Современные материалы и технологии» (Россия, г. Саратов, 2020).

Соответствие темы диссертации требованиям паспорта специальностей научных работников. Диссертационная работа соответствует паспорту специальности 2.4.4. Электротехнология и электрофизика, а именно пункту 2 в части изучения механизмов взаимодействия материалов с электромагнитным полем для реализации процесса; пункту 4 – при разработке компьютерных моделей для расчета рациональных электротехнологических процессов; пункту 5 – при разработке новых электротехнологических процессов для обработки металлов с заданными физическими, химическими и механическими свойствами для нужд медицинской техники.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 17 печатных работ, из них 2 статьи в научных изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, 8 публикаций, индексируемых в международных реферативных базах Web of Science и Scopus, получены 2 охранных документа на способ химико-термического упрочнения малоразмерных изделий из технического титана, а также на полезную модель телескопического телозаменяющего имплантата позвоночника, изготовленного из титана с углеродсодержащей поверхностью.

В работе отражены результаты, полученные в ходе выполнения научно-исследовательских работ по программе «У.М.Н.И.К. – НТИ» (Договор 16678ГУ/2021 от 03.06.2021 г.) и в качестве исполнителя по грантам Российского научного фонда (проекты № 18-79-10040, № 18-79-10040-П и № 25-29-00010).

Структура и объем диссертации. Диссертация изложена на 124 страницах текста, содержит 35 рисунков, 12 таблиц, 24 формулы и состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованных источников, включающего 178 наименований и 2 приложения.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, изложены научные положения и результаты, выносимые на защиту.

В первой главе проведен анализ условий контактного взаимодействия металлических пар трения, который показал, что возникающий износ может оказывать значительное влияние на функциональные свойства изделий. Для трущихся элементов технических и биотехнических систем оптимальным является получение переходной (функционально-градиентной) структуры типа «металлическая основа – приповерхностный слой – покрытие». Эффективным способом является химико-термическая обработка (ХТО). Сделана гипотеза о возможности проведения ХТО титановых изделий, а именно цементации в твердой среде с нагревом токами высокой частоты (ТВЧ) в диапазоне температур 925–1650 °С, что является достаточным для образования защитных углеродсодержащих покрытий.

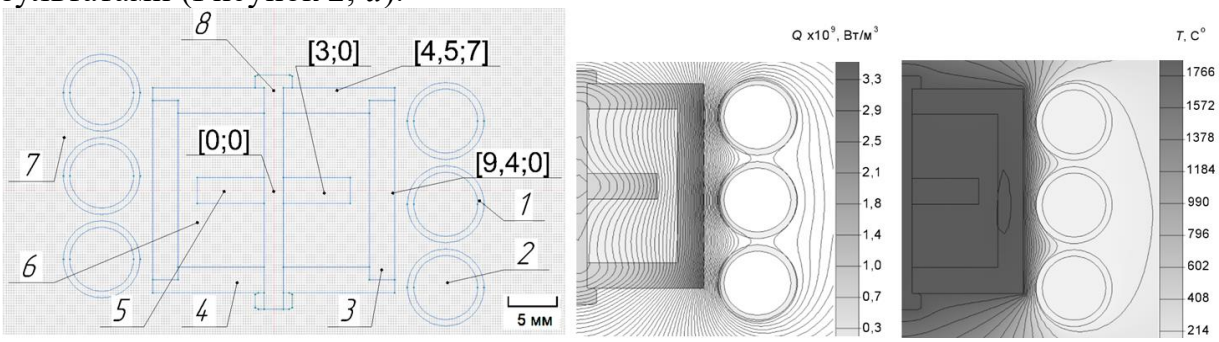
Вторая глава посвящена математическому моделированию процесса ХТО-ТВЧ для определения влияния тока индуктора и продолжительности выдержки на динамику нагрева и распределение тепла в многокомпонентной системе «контейнер – рабочая среда – изделие» с учетом формирования функционального покрытия и электротехнологических факторов.

Математическое моделирование заключалось в решении краевой задачи электродинамики и теплопередачи при ХТО-ТВЧ титановых изделий в форме диска с помощью методов конечных элементов (МКЭ). Предварительно проведенные исследования показали, что достижение температурного диапазона T = 1100–1400 °С осуществляется при токе индуктора $I_И$ = 2,6–4,1 кА. Моделирование позволило определить температурные поля при ХТО-ТВЧ внутри контейнера с загрузкой и сопоставить экспериментальных данные (кинетику нагрева и изменение температурных полей на поверхности контейнера) с расчетными результатами моделирования.

Геометрическая модель системы включала в основные элементы (блоки): индуктор *1*, воду *2*, корпус контейнера *3*, крышка контейнера *4*, титановый образец *5*, графит *6* и воздух *7* (Рисунок 1). Граница блока *7* имела величину, исключающую ее влияние на результаты расчета. Минимальный размер конечных элементов задавался на участках корпуса контейнера, располагаемого поблизости от витков индуктора.

Полученные решения в виде температурных полей характеризовали высокую интенсивность нагрева, что также характеризуется значительным расхож-

дением данных моделирования с предварительными экспериментальными результатами (Рисунок 2, *а*).



а *б* *в*

Рисунок 1 – Модель системы «контейнер – рабочая среда – изделие» (*а*):
1 – медный индуктор; 2 – вода; 3 – корпус контейнера; 4 – крышка контейнера;
5 – титановый образец-диск; 6 – реакционная среда (уплотненный порошок графита);
7 – окружающая среда (воздух); характерные точки системы: [0;0] – центр системы;
[3;0] – точка со среднерадиальной температурой титанового образца;
[4,5;7] – точка со среднерадиальной температурой крышки контейнера;
[9,4;0] – точка со средней (приповерхностной) температурой корпуса контейнера;
характерное распределение внутреннего источника тепла (*б*) и температуры
при выдержке (*в*) при токе индуктора 4,1 кА

При токе индуктора $I_И$ = 2,6 кА максимальная температура составила 1540 °С, при максимальном значении $I_И$ = 4,1 кА наблюдался прогрев контейнера до 1960 °С, что превышает температуру плавления титана ($T_{пл.}$ = 1668 °С). Таким образом, необходимо при расчете температурных полей скорректировать условие решения задачи теплопроводности для системы «контейнер – рабочая среда – изделие», учитывающей дополнительные тепловые потерь $Q_L(I_И,T)$ на процессы химико-термической обработки, в частности цементации титанового образца. Таким образом, уравнение теплопроводности, учитывающее внутренний источник тепла Q_V (в «скин-слое» образца) и потери Q_{CARB} на процесс ХТО, представлено в следующем виде:

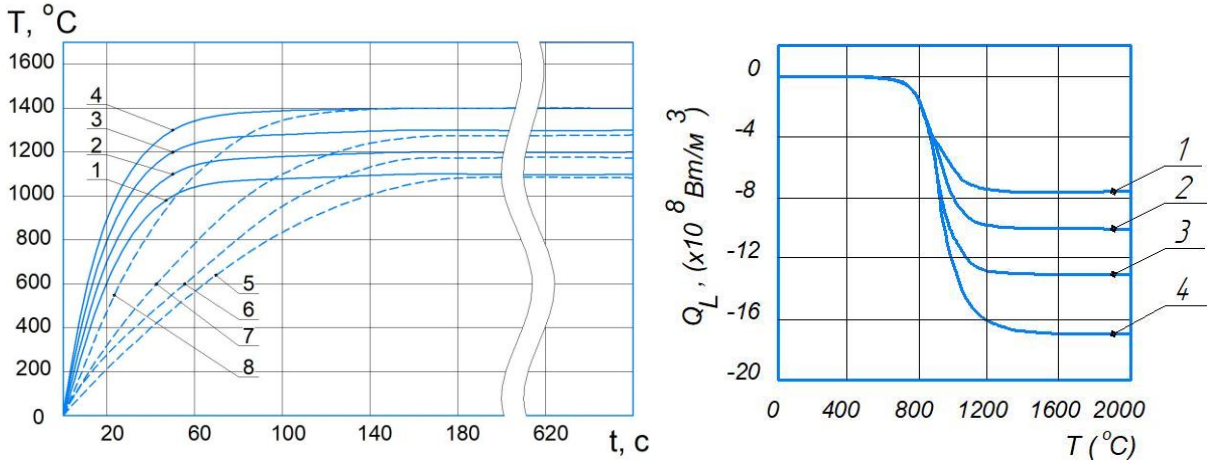
$$\gamma C\frac{\partial T}{\partial t} = \kappa\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + (Q_V + |Q|_{CARB}), \qquad (1)$$

к – коэффициент теплопроводности, Вт/м·К; *γ* – плотность материала, кг/м^3; *С* – удельная теплоемкость, Дж/кг·К.

Предложенная поправка $Q_L(I_И,T)$ позволила скорректировать расчетные значения температуры рассматриваемых элементов в область ожидаемых значений (Рисунок 2, *б*). Полученное решение позволило определить характер распределения температурного поля в контейнере с загрузкой (изделиями и углеродсодержащей средой), расположенными в активной области индуктора.

Третья глава посвящена исследованию влияния электротехнологических параметров ХТО-ТВЧ титана на изменение элементно-фазового состава, микроструктуры, морфологии поверхности, физико-механических и функциональных свойств полученных покрытий. Составлена методика экспериментальных исследований, разработана конструкция контейнера. ХТО-ТВЧ титана производилась на установке индукционного нагрева ВЧ15. Для всех экспериментально полученных кривых наблюдался плавно возрастающий характер изменения температуры

поверхности (Рисунок 2, *а*). Из-за увеличенной продолжительности стадии разогрева в дальнейшем использовался повышенный ток индуктора. Ускоренный нагрев производился при значениях тока индуктора $I_И$ = 5,3–7,7 кА с шагом 0,6 кА, установленных в ходе моделирования, удельная мощность при этом соответствовала диапазону 41,8–66,7 кВт/кг, обеспечивая температуру выдержки 1100–1400 °С с шагом 100 °С за временной интервал 22–35 с. После этого ток снижался до 2,6–4,1 кА с шагом 0,5 кА для осуществления выдержки от 240 до 480 с, при этом удельная мощность составила 21,3–41,0 кВт/кг.



а *б*

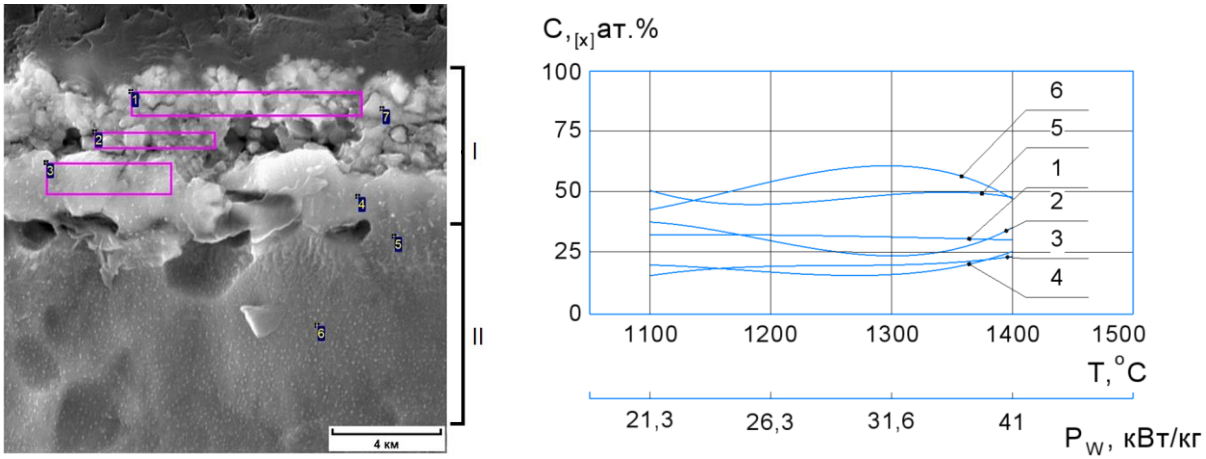
Рисунок 2 – Кривые нагрева (*а*) в системе «контейнер – рабочая среда – изделие» в точке [4,5;7] где «*1–4*» – теоретические (расчетные) кривые при токе индуктора 2,6 кА, 3,1 кА, 3,6 кА, 4,1 кА соответственно, «*5–8*» – экспериментальные кривые при токе индуктора $I_И$ 2,6 кА, 3,1 кА, 3,6 кА, 4,1 кА и графический вид функции тепловых потерь $Q_L(I_И,T)$ (*б*) при токе индуктора 2,6 кА (*1*); 3,1 кА (*2*); 3,6 кА (*3*); 4,1 кА (*4*)

Анализ элементного состава поверхности образцов показал, что полученные покрытия состояли из титана, углерода и азота. Рост покрытия и диффузионные процессы изучены по поперечным шлифам (Рисунок 3, *а*). Во всем диапазоне изменения температуры содержание титана в приповерхностном слое изменялось от 43 до 59 ат.% (Рисунок 3, *б*). При анализе эквивалентного отношения *C/N* выявлено, что его снижение от 1,87 до 1,12 происходит с повышением тока индуктора $I_И$ от 2,6 до 4,1 кА, при этом продолжительность выдержки *t* не оказывает существенного влияния. На основе полученных данных и результатов рентгенофазового анализа установлено, что покрытия состояли из карбидов и нитридов титана.

Анализ морфологии поверхности полученных покрытий позволил установить, что они характеризовались микро- и наноразмерными частицами в виде зерен и углублений в виде открытых пор (Рисунок 4, *а*). Средний размер частиц составил 50–70 нм в интервале выдержки 1100–1300 °С. С увеличением продолжительности и температуры обработки ХТО-ТВЧ структурные элементы покрытия несколько возрастали (Рисунок 4, *б*).

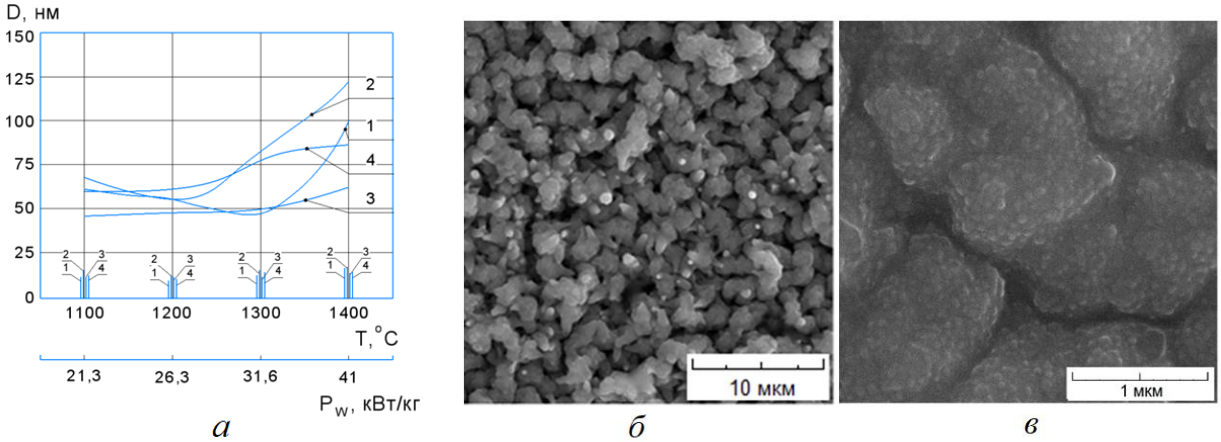
Толщина Ti(C,N) покрытий при минимальном токе $I_И$ =2,6 кА и выдержке *t* = 240 с составила 2,5 мкм (Рисунок 5). Увеличение продолжительности процесса до *t* = 480 с привело к росту толщины покрытия до 3,3–8,8 мкм. Одно-

родная структура покрытий толщиной 2,9–5,5 мкм формировалась при ХТО в диапазонах $I_И$ = 2,6–3,6 кА и T =1100–1300 °С.



а *б*

Рисунок 3 – РЭМ-изображение поперечного шлифа (*а*) с участками анализа элементного состава покрытия *I* с переходным слоем и приповерхностного слоя *II* основы; изменение содержания углерода, азота и титана в покрытиях (*б*):
1 – $C_{[C]}$ при t = 240 с; *2* – $C_{[C]}$ при t = 480 с; *3* – $C_{[N]}$ при t = 240 с;
4 – $C_{[N]}$ при t = 480 с; *5* – $C_{[Ti]}$ при t = 240 с; *6* – $C_{[Ti]}$ при t = 480 с



а *б* *в*

Рисунок 4 – Кривые изменения наноразмерных параметров выступов D_P (*1*, *2*) и углублений D_H (*3*, *4*) Ti(C,N) покрытий (*а*) с указанием стандартного отклонения (на оси абсцисс), полученных при выдержке t = 240 с (*1*, *3*) и t = 480 с (*2*, *4*); характерная морфология поверхности (*б*) и наноструктура (*в*) покрытий

Максимум микротвердости, равный 21,6±2,5 ГПа, соответствовал току индуктора 3,6 кА и выдержке 480 с. Данные покрытия состояли из агломератов и характеризовались нанотвердостью 47,6±12,9 ГПа при модуле упругости 290±73 ГПа. Эти значения обеспечили индекс пластичности ~0,16 и сопротивление хрупкому разрушению ~1,28 ГПа. В среднем микротвердость остальных покрытий составила не менее 10,5–14,3 ГПа, что характеризовало высокую стабильность полученной структуры (Рисунок 6).

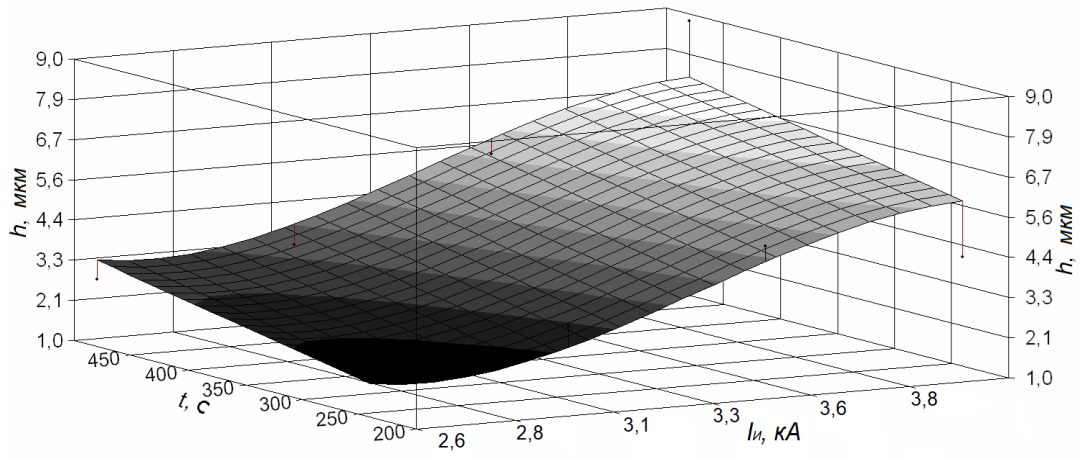


Рисунок 5 – Зависимость толщины покрытия *h* от тока индуктора $I_И$ и выдержки *t*

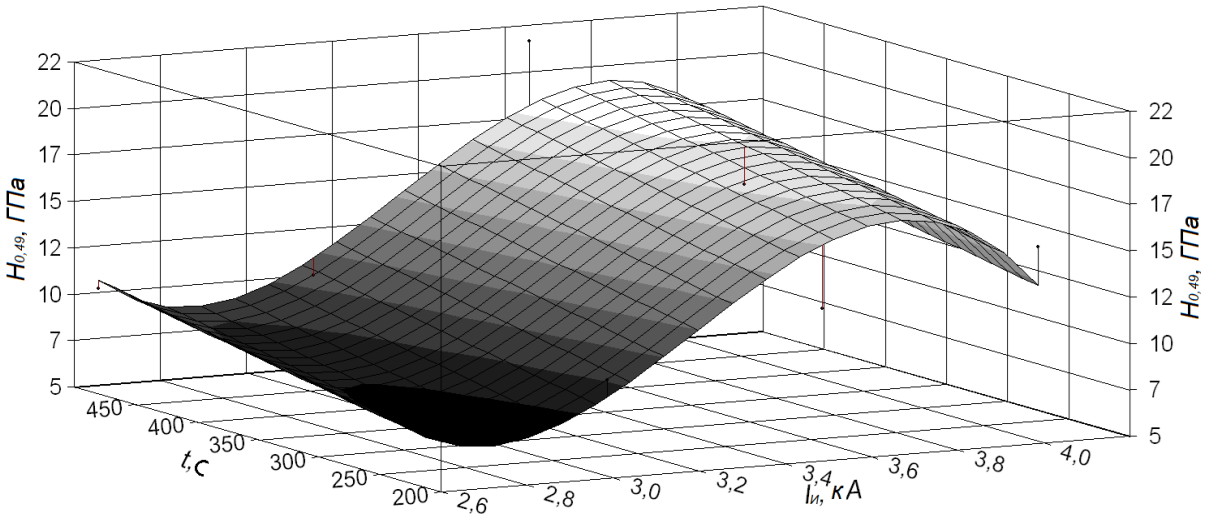


Рисунок 6 – Зависимость микротвердости *H* покрытий от тока индуктора $I_И$ и выдержки *t*

Износостойкость образцов была максимальной (5-й класс) при $T = 1400$ °С и $t = 480$ с и превышала значения износостойкости технического титана и вольфрамокобальтового твердого сплава.

Таким образом, в результате ХТО-ТВЧ формировались твердые карбонитридные покрытия, однако наибольший интерес представлял режим (ток индуктора 3,6 кА, температура 1300 °С и выдержка 480 с), обеспечивающий повышенную микротвердость 21,6±2,5 ГПа в сочетании с большей износостойкостью.

В четвертой главе представлены результаты исследования функциональных характеристик изделий с покрытиями и разработаны технологические рекомендации их получения. Покрытия, полученные ХТО-ТВЧ при температуре 1300 °С и длительности 480 с и подвергнутые испытаниям на биосовместимость в условиях *in vivo*, показали способность карбонитридных слоев к образованию околоимплантных костных структур.

На основе полученных экспериментальных данных была разработана модель контейнера для пакетной загрузки изделий, а также выполнено численное

моделирование процесса ХТО-ТВЧ. На основе теоретических и экспериментальных данных разработан типовой процесс химико-термической обработки малоразмерных титановых изделий (имплантатов) в твердом карбюризаторе (таблица). Технология включает последовательность операций контроля и подготовки изделий, ХТО-ТВЧ, удаления технологических загрязнений (ультразвуковая мойка, сушка), контроля качества, упаковки и стерилизации готовых изделий.

Технологическая последовательность обработки титановых изделий

Номер	Технологическая операция	Назначение операции
000	Контроль	Входной контроль
005	Промывка	Очистка от технологических загрязнений
010	Сушка	Удаление влаги
015	Погрузка	Загрузка изделий и рабочей среды
020	ХТО-ТВЧ	Получение покрытий
025	Разгрузка	Извлечение изделий из контейнера
030	Промывка	Очистка от остатков графита
035	Сушка	Удаление влаги
040	Контроль	Контроль качества покрытия
045	Пакетирование	Упаковка в полипропиленовую тару
050	Стерилизация	Удаление (био)загрязнений

Подготовка изделий заключается в очистке от технологических загрязнений с использованием поверхностно-активных веществ, после чего проводится сушка. Изделия и твердый карбюризатор загружаются в контейнер, который нагревается при токе индуктора 3,6 кА до температуры 1300±25 °С и выдерживается в течение 480 с. При увеличенной емкости контейнера для титановых винтов (пакет из 8 штук) ток индуктора снижается до 3,1 кА, что требует некоторого увеличения времени разогрева до температуры выдержки. Далее производится охлаждение контейнера до комнатной температуры. Обработанные изделия извлекают, очищают от технологических загрязнений и сушат. Контроль состава, параметров микроструктуры, морфологии поверхности, физико-механических и функциональных свойств осуществляется по выборке изделий, а также образцам-свидетелям. Завершающими этапами являются упаковка изделий в полипропиленовую тару и стерилизация излучением.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. На основе анализа научно-технической литературы сформулирована гипотеза о возможности получения на рабочих поверхностях титановых изделий защитных углеродсодержащих покрытий с помощью химико-термической обработки в процессе нагрева токами высокой частоты.

2. Получена численная модель процесса химико-термической обработки токами высокой частоты многокомпонентной системы «контейнер – рабочая среда – изделие», учитывающая тепловые потери Q_L при появлении углеродсодержащей структуры, что позволяет достоверно выбрать величину тока индуктора в

диапазоне 2,6–4,1 кА для достижения необходимой температуры 1100–1400 °С для модификации поверхности изделий из технического титана.

3. Определены технологические режимы ХТО-ТВЧ образцов-дисков из технического титана, для которых высокотемпературная выдержка в интервале 240–480 с выполняется при удельной мощности 21,3–41,0 кВт/кг и токе индуктора 2,6–4,1 кА.

4. Анализ элементного состава полученных покрытий показал наличие исходного титана (43–59 ат. %) и углерода (24–36 ат. %) с азотом (16–25 ат. %), при этом их фазовый состав соответствовал смеси карбидов и нитридов титана.

5. Исследование морфологии поверхности покрытий показало, что увеличение удельной мощности от 21,3 до 41,0 кВт/кг и тока индуктора от 2,6 до 4,1 кА приводит к росту размеров выступов от 63 до 121 нм и углублений от 45 до 84 нм.

6. Рост толщины карбонитридных покрытий зависит от режимов обработки, при этом наименьшая толщина 2,5 мкм формируется при удельной мощности 21,3 кВт/кг и выдержке 240 с. Повышение удельной мощности до 41 кВт/кг ведет к росту толщины покрытия до 8,8 мкм. Рост толщины покрытия до 5,5–8,8 мкм также сопровождается увеличением его микротвердости до 21,6±2,5 ГПа и нанотвердости свыше 40 ГПа при удельной мощности 31,6–41,0 кВт/кг и длительности выдержки 240–480 с.

7. Определен целесообразный/рациональный режим ХТО-ТВЧ: ток индуктора 3,6 кА, удельная мощность 31,6 кВт/кг, выдержка 480 с при температуре 1300±25 °С, обеспечивающий наибольшую микротвердость покрытия, высокую износостойкость (5-ый класс), индекс пластичности 0,10 и сопротивление хрупкому разрушению 0,41 ГПа.

8. Исследования морфологии поверхности изделий с карбонитридными покрытиями, прошедшими испытания функциональных характеристик в условиях *in vivo*, показали высокую биосовместимость, а именно формирование околоимплантных костных структур. Разработанный технологический процесс ХТО-ТВЧ титановых имплантируемых изделий при температуре 1300±25 °С и выдержке 480 с в металлическом (титановом) контейнере с углеродосодержащей средой (порошком графита) позволяет формировать защитные (твердые, износостойкие) карбонитридные покрытия.

Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах:

Публикации, входящие в перечень научных изданий, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России

1. Войко, А. В. Электротехнологический процесс химико-термической обработки токами высокой частоты малоразмерных титановых изделий и изменение физико-механических и трибологических характеристик их рабочих поверхностей / А. В. Войко, А. А. Фомин // Вопросы электротехнологии. – 2025. – № 2. – С. 5–12.

2. Войко, А. В. Исследование влияния геометрических параметров и тока индуктора на процесс цементации титана в контейнере с углеродосодержащей средой / А. В. Войко, А. А. Фомин // Вопросы электротехнологии. – 2021. – № 1. – С. 71–78.

Патенты

3. Пат. 2690067 Российская Федерация, МПК С 23 С 8/64. Способ химико-термического упрочнения малогабаритных изделий из технического титана / Фомина М. А., Войко А. В., Кошуро В. А. [и др.] ; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.» (СГТУ имени Гагарина Ю.А.). – № 2018147610 : заявл. 28.12.2018 : опубл. 30.05.2019, Бюл. № 16. – 8 с., ил.

4. Пат. 215580 Российская Федерация, МПК А 61 F 2/44. Телескопический телозаменяющий имплантат позвоночника / Небогатиков Р. С., Войко А. В., Костин К. Б. [и др.]: заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.» № 2022116113 : заявл. 14.06.2022 : опубл. 19.12.2022, Бюл. № 35. – 13 с., ил.

В научных изданиях, входящих в международные базы Scopus, Web of Science

5. Functionally graded Ti(C,N) coatings and their production on titanium using solid-state carburization associated with induction heat treatment / A. Fomin [et al.] // Composite Structures. – 2020. – V. 245. – P. 112393.

6. Analysis of (Ti, Zr, Ta)-(O, C, N) systems for obtaining metal-ceramic coatings of the required composition by induction heat treatment / M. Fomina [et al.] // Saratov Fall Meeting 2018. Saratov, Russia, 24–28 September 2018. Proc. SPIE. 2019. – V. 11065. – P. 110651G.

7. Application of the technology of induction chemical-thermal treatment to improve the physical and mechanical properties of tantalum / A. Voyko [et al.] // 8th International School and Conference «Saint Petersburg OPEN 2021». St. Petersburg, Russia, 25–28 May 2021. J. of Physics: Conf. Series, 2021. – V. 2086. – P. 012215.

8. Voyko, A. Simulation of induction chemical-thermal treatment of titanium disks in a massive refractory container / A. Voyko, M. Fomina // 7th International School and Conference «Saint Petersburg OPEN 2020». St. Petersburg, Russia, 27–30 April 2020. J. of Physics: Conf. Series, 2020. – V. 1695(1). – P. 012148.

9. Voyko, A. Simulation of induction heating of a titanium sample in a container with a carbon-containing medium and determination of the amount of heat losses during chemical heat treatment / A. Voyko, M. Fomina // 6th International School and Conference «Saint Petersburg OPEN 2019». St. Petersburg, Russia, 22–25 April 2019. J. of Physics: Conf. Series, 2019 – V. 1410. – P. 012193.

10. Numerical simulation of induction heating of a carburizing container with a titanium sample / A. Voyko [et al.] // 5th International School and Conference «Saint Petersburg OPEN 2018». St. Petersburg, Russia, 02–05 April 2018. J. of Physics: Conf. Series, 2018. – V. 1124(7). – P. 071021.

11. Voyko, A. V. Influence of the geometry and current of the inductor on the process of chemical heat treatment of titanium in a container with a carbon-containing medium / A. V. Voyko, M. A. Fomina // Saratov Fall Meeting 2020. Saratov, Russia 29 September – 02 October 2020. Proc. SPIE, 2021. – V. 11845. – P. 118451H.

12. Morphology and microhardness of TiC coatings on titanium treated with high-frequency currents / A. V. Voiko [et al.] // Saratov Fall Meeting 2017. Saratov, Russia 26–30 September 2017. Proc. SPIE, 2018. – V. 10716. – P. 107161.

Статьи, опубликованные в иных научных изданиях

13. Исследование функциональных свойств титана после индукционной химико-термической обработки в контейнере / А. В. Войко [и др.] // Перспективные материалы и высокоэффективные процессы обработки : сб. матер. II Всерос. молодеж. конф., Саратов, 23–24 мая 2023. – Саратов: СГТУ им. Гагарина Ю.А. – 2023. – С. 311-313.

14. Старкова, Т. М. К вопросу упрочнения имплантата позвонка методом цементации / Т. М. Старкова, А. В. Войко, О. А. Маркелова // Проблемы развития современного общества : сб. науч. статей 7-й Всерос. национальн. науч.-практ. конф.: в 5 т. Курск, 20–21 января 2022 – Курск: ЮЗГУ. – 2022. – Т. 5. – С. 187-193.

15. Небогатиков, Р. С. Разработка телескопического имплантата позвонка с цементованной поверхностью / Р. С. Небогатиков, А. В. Войко // Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении : сб. науч. статей 7-й Всерос. науч.-техн. конф. с междунар. участием. Курск, 10–11 февраля 2022 – Курск: ЮЗГУ. – 2022. – С. 129-133.

16. Войко, А. В. Упрочнение тантала методом поверхностной химико-термической обработки / А. В. Войко, А. Ю. Иванова, В. В. Петров // Современные материалы и технологии : сб. материалов Междунар. молодеж. конф., приуроченной к 90-летию СГТУ имени Гагарина Ю.А., Саратов, 27–28 мая 2020. – Саратов: СГТУ имени Гагарина Ю.А., 2020. – С. 58-61.

17. Войко, А. В. Разработка технологии синтеза износо- и теплостойких карбонитридных покрытий на функциональных элементах структуро- и дефектоскопических приборов / А. В. Войко, А. А. Фомин // Математические методы в технике и технологиях – ММТТ. – 2017. – Т. 12. – № 3-2. – С. 72–75.

Подписано в печать 28.08.2025 Формат 60×84 1/16

Бум. офсет. Усл. печ. л. 1,0 Уч.-изд. л. 1,0

Тираж 100 экз. Заказ 29

Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.

410054, Саратов, ул. Политехническая, 77

Отпечатано в Издательстве СГТУ имени Гагарина Ю.А.

410054, Саратов, Политехническая ул., 77

Тел.: 8 (8452) 99-87-39, e-mail: izdat@ssitu.ru