

УДК 669.295:539.538

**Л.Г. Коршунов, Н.Л. Черненко**

Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург

**ВЛИЯНИЕ ФРИКЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ  
И ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ  
ТИТАНА VT1-0, ПОДВЕРГНУТОГО АЗОТИРОВАНИЮ**

Исследовано влияние интенсивной пластической деформации в условиях сухого трения скольжения на структуру, микротвердость и сопротивление изнашиванию титана VT1-0, подвергнутого газовому азотированию. Показано, что данная деформация приводит к образованию в поверхностном слое толщиной до 10 мкм титана нанокристаллической структуры с размером  $\alpha$ -кристаллов 10–100 нм и микротвердостью около 3,1 ГПа. Наличие данной структуры активизирует насыщение азотом поверхности титана в процессе его последующего газового азотирования при температурах 650–750 °С. Образование нитридной нанокристаллической фазы TiN в деформированном титане происходит при относительно невысокой (700 °С) температуре азотирования и непродолжительной (2 ч) выдержке. Объемная доля нитридной фазы, образующейся в слое толщиной до 10 мкм, достигает десятков процентов, что обеспечивает повышенный уровень микротвердости азотированной поверхности деформированного трением титана. Предварительная интенсивная пластическая деформация отрицательно влияет на сопротивление усталостному изнашиванию азотированного титана, что обусловлено повышенной хрупкостью деформированного и далее азотированного поверхностного слоя рассматриваемого материала.

**Ключевые слова:** титан VT1-0, деформирование трением, азотирование нанокристаллического слоя, структура, износостойкость.

**L.G. Korshunov, N.L. Chernenko**Institute of Metal Physics of Ural Branch  
of Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg**EFFECT OF THE FRICTIONAL TREATMENT ON THE  
STRUCTURE AND WEAR RESISTANCE OF THE SURFACE  
LAYER OF TITANIUM VT1-0, SUBJECT TO NITRIDING**

The effect of severe plastic deformation under the condition of dry sliding friction on the structure and wear resistance of the surface layer of the titanium VT1-0 subject to nitriding has been investigated. It has been shown, that this frictional treatment results in a nanocrystalline structure of  $\alpha$ -phase in the surface layer thickness to 10  $\mu\text{m}$ . Presence of this structure on the titanium surface activate diffusion saturation with nitrogen atoms of the surface during following gas nitriding to temperatures 650–750 °C (holding for 2 h). Appearance of the nanocrystalline nitride TiN in deformed titanium take place at the relatively low temperature and short holding. A quantity of the nitridig phase, formed in layer of thickness to 10  $\mu\text{m}$  attains tens of volume percent, that ensures the elevate level of microhardness of

the deformed and nitrified titanium surface. Previous severe plastic deformation has a bad effect on the fatigue wear resistance of the titanium surface subject to nitrogenization, that is due to increased brittleness of the deformed and nitrified titanium.

**Keywords:** Titanium VT1-0, frictional deformation, nitriding of nanocrystalline layer, structure, wear resistance.

Азотирование является одним из наиболее эффективных способов повышения твердости и износостойкости титана и его сплавов, которые, как правило, характеризуются низкой износостойкостью и повышенной склонностью к интенсивному схватыванию в контакте со многими металлическими материалами [1–3]. Традиционное газовое азотирование титана обычно осуществляют при температурах 850–950 °С, когда в металле активно развиваются процессы термического разупрочнения, приводящие к существенному снижению объемной прочности рассматриваемого материала [1]. В этой связи важное практическое значение имеет разработка новых технологий азотирования, обеспечивающих ускоренное насыщение поверхности титана азотом при невысоких температурах азотирования, когда материал основы еще сохраняет значительную прочность. Показано, что создание в поверхностном слое титана с помощью интенсивной пластической деформации высокодефектной нанокристаллической структуры, характеризующейся большой протяженностью границ, приводит к активизации насыщения поверхности титана азотом и ускорению формирования нитридных фаз в условиях последующего азотирования в низкотемпературной плазме [4]. В данном случае для деформационного наноструктурирования исследуемых материалов применяли специальную поверхностную механическую обработку – SMAT (surface mechanical attrition treatment) [5, 6].

Технологичным и эффективным способом создания нанокристаллической структуры на поверхности практически любых металлических материалов является пластическая деформация, реализуемая в условиях трения скольжения, когда в зоне металлического контакта создаются большие локальные сжимающие и сдвиговые напряжения, способствующие развитию ротационных механизмов деформации в тонком (~10 мкм) поверхностном слое материалов [7, 8]. Создание на поверхности титана, а также никелида титана нанокристаллической структуры трения существенно ускоряет также диффузионное насыщение поверхности кислородом и формирование окисла TiO<sub>2</sub> при последующем окислении данных материалов в воздушной среде [9–11]. Приведенные факты дают ре-

альные основания ожидать существенного влияния предварительной интенсивной пластической деформации на твердость и износостойкость титана, подвергаемого не только высокоскоростному низкотемпературному плазменному, но и традиционному газовому азотированию. В современной литературе данный вопрос практически не был рассмотрен.

Настоящая статья посвящена исследованию влияния интенсивной пластической деформации, осуществляемой в условиях сухого трения скольжения, на формирование структуры, твердость и сопротивление изнашиванию титана VT1-0, подвергнутому далее газовому азотированию в течение 2 ч при относительно невысоких (600–750 °С) температурах насыщения, лежащих в области существования  $\alpha$ -твердого раствора.

**Материалы и методика исследования.** Материалом исследования служил титан марки VT1-0 в виде листа толщиной 2 мм в состоянии поставки. Исследуемые образцы представляли собой пластинки размером 7×7×2 мм. Рабочую поверхность образцов (7×7 мм) подвергали механическому шлифованию на абразивных корундовых шкурках до получения 8-го класса шероховатости ( $Ra = 0,5$  мкм). Микротвердость поверхности образцов составляла 2,30–2,35 ГПа. Часть образцов подвергали фрикционному деформированию в режиме однократного сканирования их рабочей поверхности скользящим цилиндрическим индентором из кубического нитрида бора диаметром 7 мм и длиной 5 мм (рис. 1).

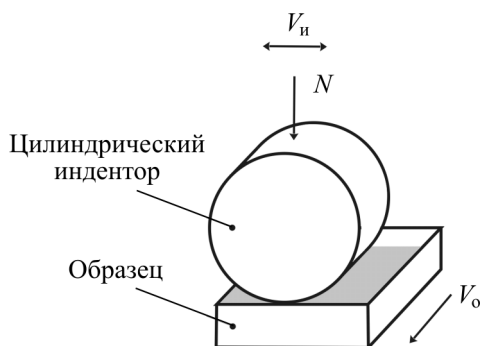


Рис. 1. Схема фрикционного деформирования образцов из титана VT1-0

Фрикционное деформирование образцов выполняли без смазки, на воздухе, при комнатной температуре. Длина рабочего хода индентора составляла 8 мм, нормальная нагрузка 98 Н, скорость скольжения 0,014 м/с, поперечное смещение образца за один двойной ход инденто-

ра (цикл нагружения) 0,12 мм, общее число циклов нагружения 90. Вследствие малой скорости скольжения фрикционный нагрев образцов практически отсутствовал. Взаимодействие титана с индентором (нитрид бора) носило преимущественно адгезионный характер, что приводило к интенсивной пластической деформации и переносу титана на контактную поверхность индентора. Образцы, находящиеся в исходном (недеформированном) состоянии, и образцы, подвергнутые деформированию в условиях трения, азотировали в газовой атмосфере, представляющей собой смесь азота с продуктами пиролиза карбамида [12]. Азотирование выполняли при температурах 500–750 °С в течение 2 ч. Трибологические испытания титановых образцов, как и их фрикционную обработку, выполняли с использованием лабораторной установки.

Испытания образцов на трение и изнашивание выполняли по схеме «плоский образец – пластина» при комнатной температуре на воздухе без смазки. Образец, совершая возвратно-поступательное движение, скользил своей рабочей плоской частью (7×7 мм) по поверхности контртела – пластины размером 10×25×60 мм из стали 40Х13, подвергнутой закалке от 1050 °С в масле и отпуску при 250 °С – 2 ч (HRC = 53). Скорость скольжения составляла 0,07 м/с, нагрузка 29,4 Н, число двойных ходов образца 1000, длина рабочего хода образца 4 см, путь трения 8000 см. Вследствие небольшой скорости скольжения фрикционный нагрев был незначителен – температура в поверхностном слое толщиной 0,5 мм образца не превышала 50 °С. В процессе данного фрикционного воздействия измеряли и регистрировали силу трения.

Интенсивность изнашивания образцов  $I_h$  рассчитывали по формуле

$$I_h = \Delta M_m / \rho \cdot S \cdot q,$$

где  $\Delta M_m$  – потери массы образца, г;  $\rho$  – плотность материала, г/см<sup>3</sup>;  $S$  – путь трения, см;  $q$  – геометрическая площадь контакта, см<sup>2</sup>.

Коэффициент трения определяли как отношение средней интегральной силы трения за время испытания к нормальной нагрузке.

Структуру сплава исследовали металлографическим и электронно-микроскопическим (просвечивающая и сканирующая микроскопия) методами [7, 8, 11, 13]. Электронно-микроскопическое исследование выполняли на микроскопе JEM-200СХ и микроскопе Quanta 200, позволяющем анализировать рельеф и локальный химический состав поверхностей образцов. Приготовление фольг для электронно-микроско-

пического исследования осуществляли посредством одностороннего и двухстороннего электролитического полирования в струе хлорно-уксусного электролита (1:10) заготовок толщиной 70–100 мкм, полученных путем электроискровой резки и механического шлифования. Микротвердость материалов измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузках 0,098; 0,196; 0,49; 0,98 и 1,96 Н.

**Изменение структуры и микротвердости титана BT1-0 после деформации и азотирования.** На рис. 2 приведена структура титана BT1-0, находящегося в состоянии поставки.

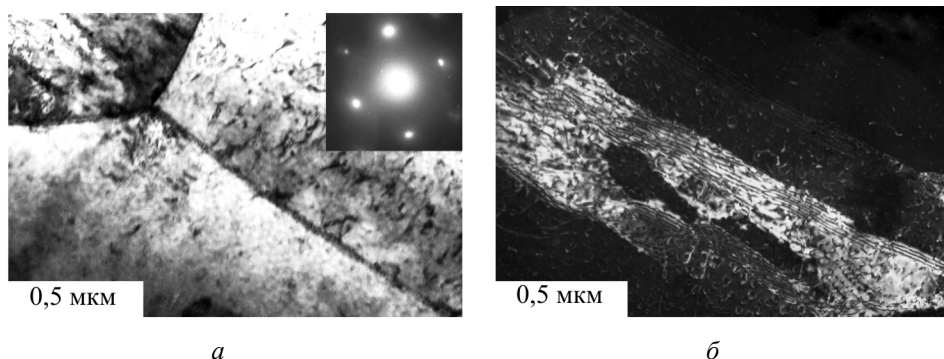


Рис. 2. Структура титана BT1-0 в состоянии поставки:  
*a* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение

Данная структура представляет собой полиэдрические зерна  $\alpha$ -фазы с гексагональной плотноупакованной решеткой, в которых присутствуют двойники. Интенсивная пластическая деформация трением формирует в поверхностном слое титана толщиной порядка несколько микрометров нанокристаллическую структуру  $\alpha$ -фазы (рис. 3, *a*, *б*).

Нанокристаллы  $\alpha$ -фазы сильно разориентированы друг относительно друга. В них наблюдается высокая плотность дислокаций. Размеры  $\alpha$ -кристаллов лежат в интервале 10–60 нм. При этом заметной текстуры у нанокристаллов  $\alpha$ -фазы не выявляется. Микротвердость, измеренная на поверхности деформированных трением образцов, составляет 3,1 ГПа. С ростом расстояния от поверхности трения до ~10 мкм структура титана остается дисперсной. Максимальный размер кристаллитов  $\alpha$ -фазы возрастает до 100 нм. Наблюдается сильная текстурированность кристаллитов, о которой можно судить по наличию текстурных максимумов на микроэлектроннограммах (рис. 3, *в*). Наличие сильной текстурированности рассматриваемой структуры было показано также рентгеновским методом [13].

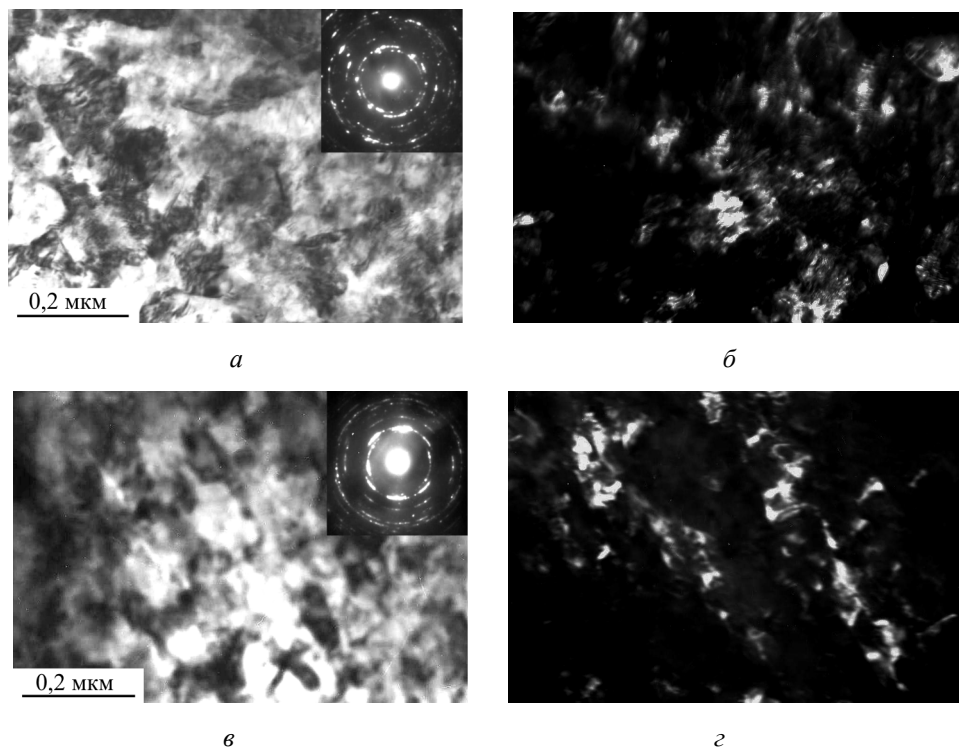


Рис. 3. Структура титана VT1-0 (с соответствующими электронограммами), подвергнутого деформации трением: *а, б* – поверхностный слой толщиной 1–5 мкм; *в, г* – поверхностный слой толщиной 5–10 мкм (светлопольные и темнопольные изображения в рефлексе  $(01.1)_\alpha$  соответственно)

Азотирование при 600 и 650 °С (2 ч) недеформированного, а также деформированного трением титана не приводит к формированию в нем заметного количества нитридной фазы. Как видно из рис. 4, *а*, на электронных дифракциях нанокристаллической структуры, сформированной в поверхностном слое титана толщиной несколько микрометров в результате фрикционного воздействия и последующего азотирования (600 и 650 °С), присутствуют лишь рефлексы, принадлежащие  $\alpha$ -титану.

Внутри  $\alpha$ -нанокристаллов сохраняется повышенная плотность дислокаций. Азотирование при 700 °С деформированного трением титана приводит к формированию в его поверхностном слое большого количества (десятки объемных процентов) нанокристаллических частиц TiN, которые на электронограммах дают сильные рефлексы, имеющие форму сплошных колец (рис. 5, *а, в*). Кристаллы нитрида TiN имеют размеры 10–70 нм (рис. 5, *б*). В  $\alpha$ -матрице титана при 700 °С

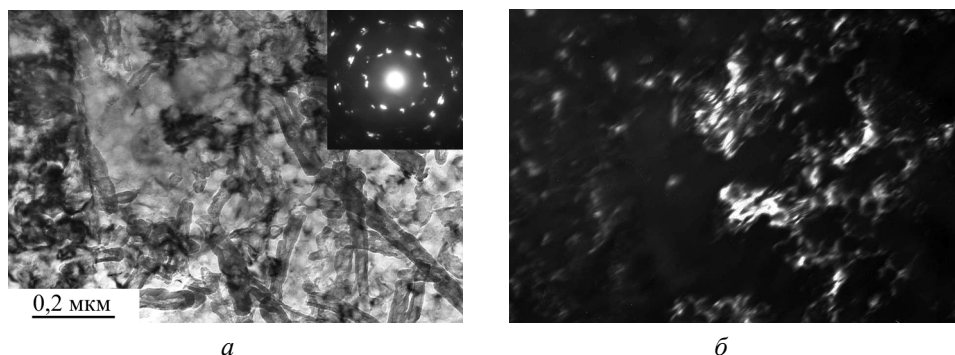


Рис. 4. Структура титана VT1-0 (с электронограммой), подвергнутого деформации трением и азотированию при 600 °С (2 ч): *а* – поверхностный слой толщиной 1–5 мкм (светлопольное изображение); *б* – темнопольное изображение в рефлексе  $(01.1)_\alpha$

активно протекают процессы термического разупрочнения (возврат, рекристаллизация). Об этом свидетельствует появление в структуре титана относительно крупных (до ~200 нм) равноосных  $\alpha$ -кристаллов, практически свободных от дислокаций (см. рис. 5, *в*).

Азотирование при 750 °С также характеризуется образованием в деформированном поверхностном слое титана нанокристаллических нитридов TiN и развитием в матрице процессов термического разупрочнения (рис. 6, *а*, *б*). Таким образом, в рассматриваемых условиях азотирования формирование в слое толщиной около 10 мкм структуры, состоящей из нитридной фазы (TiN) и  $\alpha$ -матрицы, активно происходит уже при температуре 700 °С и выдержке 2 ч. В то же время, согласно литературным данным [3], при традиционном газовом азотировании титана для образования заметного количества дисперсной нитридной фазы требуется выдержка при температуре 800–885 °С в течение многих десятков часов. В условиях скоростного азотирования титана в низкотемпературной плазме появление в слое толщиной около 10 мкм смешанной структуры, состоящей из нитридов TiN и  $\alpha$ -твердого раствора, наблюдается при температуре 800 °С и выдержке 4 ч [9]. Приведенные результаты, таким образом, показывают, что в анализируемом случае газового азотирования титана предшествующая азотированию интенсивная пластическая деформация трением, приводящая к наноструктурированию поверхностного слоя толщиной до 10 мкм, значительно интенсифицирует процессы насыщения поверхности титана азотом, активизирует образование в нем нитридной фазы TiN. Этот

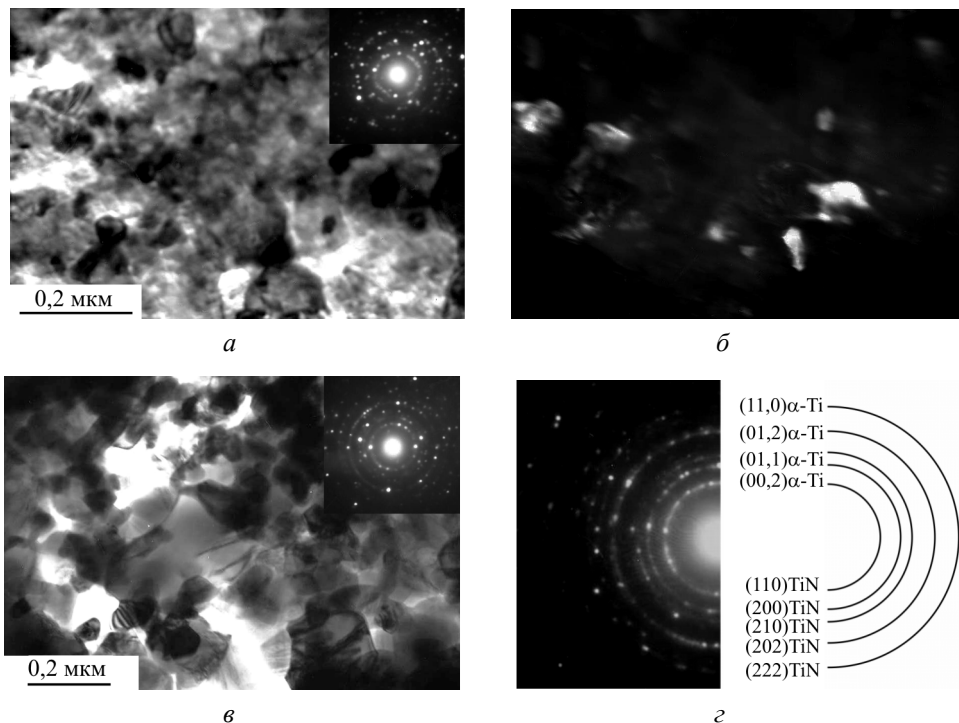


Рис. 5. Структура титана VT1-0 (с соответствующими электронограммами), подвергнутого деформации трением и азотированию при 700 °С (2 ч), поверхностный слой толщиной 1–5 мкм: светлопольные (*a*, *в*) и темнопольное (*б*) в составном рефлексе  $(00.2)_\alpha + (110)_{TiN}$  изображения; *г* – электронограмма и схема ее расшифровки

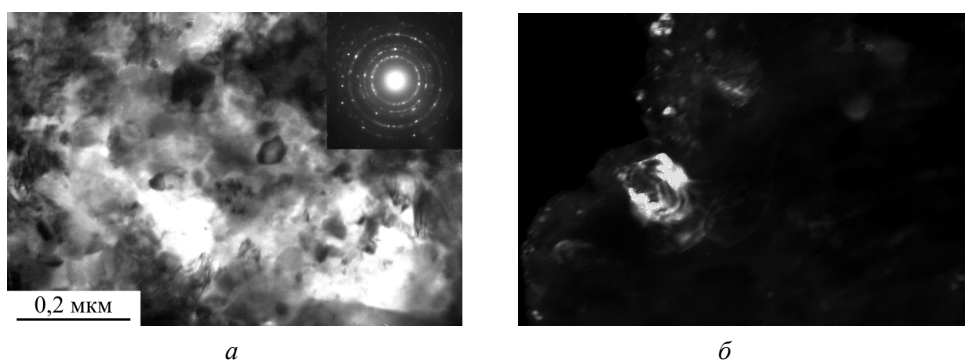


Рис. 6. Структура титана VT1-0 (с электронограммой), подвергнутого деформации трением и азотированию при 750 °С (2 ч): светлопольное (*a*) и темнопольное (*б*) в составном рефлексе  $(00.2)_\alpha + (110)_{TiN}$  изображения поверхностного слоя толщиной 1–5 мкм



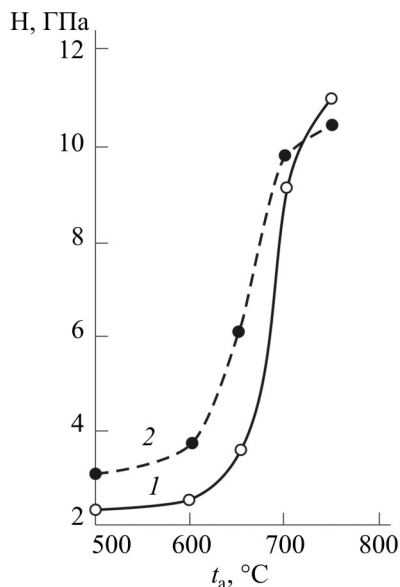


Рис. 7. Влияние температуры азотирования  $t_a$  (время азотирования 2 ч) на микротвердость азотированной поверхности титана Н: 1 – после азотирования; 2 – после деформирования трением и азотирования

эффект можно объяснить ускоренной диффузией атомов азота по границам зерен деформированного нанокристаллического титана [4].

На рис. 7 показано изменение микротвердости деформированного трением и недеформированного (состояние поставки) титана в зависимости от температуры азотирования. Измерения микротвердости производили при нагрузке 0,2 Н на азотированной поверхности образца после механического удаления с нее слоя порядка 1 мкм. Величину микротвердости поверхности определяли как среднее значение из 10 параллельных измерений.

Из рис. 7 видно, что азотирование при 600 °C в течение 2 ч приводит к незначительному росту микротвердости поверхности

как деформированного, так и недеформированного титана. Это свидетельствует о том, что насыщение поверхности титана атомами азота при рассматриваемых условиях азотирования происходит весьма медленно и процессы термического разупрочнения в деформированном трением титане еще не получают заметного развития. Из литературы, однако, известно [1], что температура начала рекристаллизации титана, подвергнутого большим (до 90 %) пластическим деформациям, составляет 480–500 °C, а температура конца рекристаллизации – около 600 °C. Отсутствие термического разупрочнения при нагреве до температур азотирования 500 и 600 °C, наблюдаемое у деформированного трением титана ВТ1-0, очевидно, объясняется наличием в данном нанокристаллическом титане некоторого количества продиффундировавшего азота, который в данном случае повысил теплостойкость  $\alpha$ -фазы. Увеличение температуры азотирования до 650 °C приводит к резкому (почти дву-

кратному) росту твердости деформированного трением титана. При этом твердость недеформированного титана возрастает лишь в 1,3 раза (см. рис. 7).

Наблюдаемый при температуре азотирования 650 °С рост микротвердости титана целиком обусловлен насыщением  $\alpha$ -твердого раствора азотом, поскольку согласно результатам электронно-микроскопического исследования нитридная фаза в структуре деформированного и азотированного при 650 °С титана не была обнаружена. Таким образом, приведенные на рис. 7 кривые изменения твердости показывают, что предварительная интенсивная пластическая деформация существенно активизирует процесс насыщения поверхности титана азотом при 650 °С.

С увеличением температуры азотирования до 700 и 750 °С наблюдается интенсивное повышение микротвердости титана, которое в значительной степени связано с образованием в данном материале дисперсных твердых (12–19 ГПа [12]) нитридов TiN (см. рис. 5, 6). Возникновение нитридной фазы обуславливает рост микротвердости поверхности недеформированного и деформированного трением титана до практически одинакового уровня – 10 000–11 000 МПа, на который в данном случае не повлияло активное развитие в деформированной  $\alpha$ -матрице процессов термического разупрочнения (см. рис. 5, 6). Таким образом, предварительная интенсивная пластическая деформация не оказывает большого влияния на микротвердость поверхности титана, азотируемого при 700 и 750 °С, когда происходит активное образование нитридной фазы.

**Глубина азотированных поверхностных слоев титана.** Для оценки глубины упрочненного азотированием поверхностного слоя проводили измерение микротвердости поверхности титана при 5 различных нагрузках на индентор – 0,098; 0,196; 0,49; 0,98 и 1,96 Н. Варьирование нагрузки меняет глубину внедрения индентора в поверхность анализируемого материала, что позволяет оценить твердость материала на разном расстоянии от поверхности. Глубина внедрения индентора (четырехгранной пирамиды Виккерса) в поверхность материала  $h$  составляет  $\sim 0,14d$ , где  $d$  – диагональ отпечатка [14]. Толщина анализируемого слоя при индентировании  $S$  превышает глубину внедрения индентора  $h$  примерно в 1,5 раза [14] и, следовательно,  $S$  может быть принята равной  $0,2d$  ( $S \approx 0,2d$ ).

Если упрочнение в поверхностном слое отсутствует, то величина микротвердости материала мало зависит от нагрузки на индентор

и, соответственно, от толщины анализируемого слоя. Это наблюдается у недеформированного подвергнутого азотированию при 650 °С титана (кривые 1 на рис. 8, а, б), у которого упрочнение поверхности мало (см. рис. 7). У нанокристаллического титана, подвергнутого интенсивной пластической деформации трением и азотированию при 650 °С, наблюдается резкое снижение микротвердости в слое толщиной около 5 мкм. Данная толщина характеризует глубину упрочнения рассматриваемого материала, достигнутую при азотировании. В случае азотирования при 750 °С характер изменения микротвердости по глубине поверхностного слоя титана, подвергнутого деформации трением, практически такой же, как и у недеформированного титана (рис. 8, в).

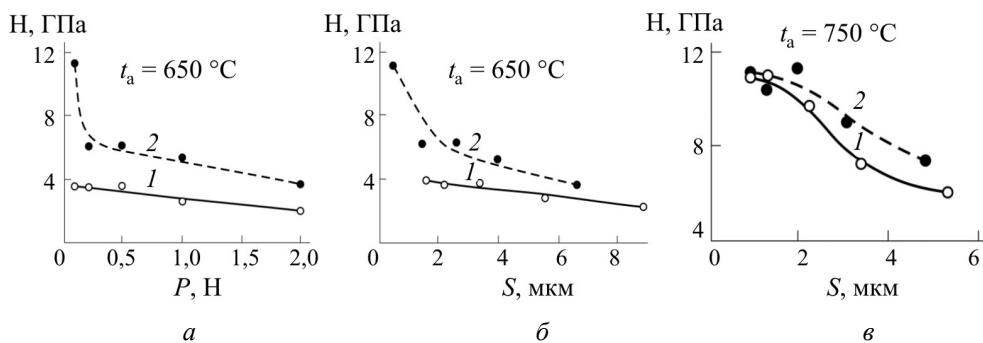


Рис. 8. Зависимость значений микротвердости азотированной при 650 и 750 °С поверхности титана BT1-0 от нагрузки на индентор  $P$  (а) и от толщины анализируемого слоя при индентировании  $S$  (б, в): 1 – после азотирования; 2 – после деформирования трением и азотирования

Однако деформированный трением титан по сравнению с недеформированным характеризуется более высокими значениями микротвердости на глубинах 2–5 мкм. Качественно подобный результат был получен и в случае азотирования титана при 700 °С (2 ч). Если принять во внимание, что до азотирования микротвердость недеформированного и деформированного трением титана составляет соответственно 2,3 и 3,1 ГПа, то, экстраполируя кривые 1 и 2 (см. рис. 8, в) до указанных исходных значений микротвердости, можно оценить глубину упрочнения недеформированного и деформированного титана примерно в 10–12 мкм. Приведенные на рис. 7 и 8 результаты показывают, что используемая интенсивная пластическая деформация в общем случае приводит к росту прочности азотированного слоя титана BT1-0, обу-

словленному ускоренной зернограницной диффузией атомов азота в нанокристаллическом слое, сформированном на поверхности титана интенсивной пластической деформацией.

**Износостойкость поверхности упрочненного азотированием титана.** Влияние предварительной пластической деформации трением и азотирования на микротвердость поверхности, интенсивность изнашивания, а также на коэффициент трения титана ВТ1-0 иллюстрируют результаты, приведенные в таблице. Видно, что азотирование при 650 °С (2 ч) снижает интенсивность изнашивания  $I_h$  недеформированного титана в паре со сталью 4Х13 в 26 раз, а азотирование рассматриваемого материала при 750 °С (2 ч) уменьшает  $I_h$  в 52 раза. При этом наблюдается заметное (до 1,8 раза при азотировании при 650 °С) снижение коэффициента трения пары титан – сталь. Из таблицы следует, что деформирование трением не оказывает положительного влияния на износостойкость азотированного титана ВТ1-0.

Влияние деформации трением и азотирования на микротвердость поверхности образца Н, интенсивность изнашивания  $I_h$  и коэффициент трения  $f$  титана ВТ1-0 (трение в паре со сталью 40Х13 на воздухе, без смазки, при нагрузке 29,4 Н и скорости скольжения 0,07 м/с)

№ п/п	Вид обработки	Н, ГПа	$I_h \cdot 10^{-8}$	$f$
1	Состояние поставки	2,3	52	0,55
2	Азотирование при 650 °С, 2 ч	3,6	2	0,30
3	Деформирование трением + азотирование при 650 °С, 2 ч	6,1	9	0,43
4	Азотирование при 700 °С, 2 ч	9,2	28	0,57
5	Деформирование трением + азотирование при 700 °С, 2 ч	9,8	42	0,40
6	Азотирование при 750 °С, 2 ч	10,8	1	0,49
7	Деформирование трением + азотирование при 750 °С, 2 ч	10,4	34	0,62

Напротив, предварительная деформация способствует существенному росту интенсивности изнашивания и коэффициента трения азотированного при 650–750 °С титана, несмотря на наличие у деформированного материала более высокой твердости (см. таблицу, рис. 7). Отрицательное влияние предварительной деформации на трибологические свойства азотированного титана проявляется как в случае азотирования при 650 °С, когда на его поверхности образуется однофазная структура нанокристаллического  $\alpha$ -твердого раствора, так и при формировании двухфазной ( $\alpha + \text{TiN}$ ) нанокристаллической структуры (азотирование при 700 и 750 °С, см. рис. 5 и 6). Этот результат можно

объяснить повышенной хрупкостью поверхностного слоя титана, сформированного в результате интенсивной пластической деформации и последующего азотирования.

На рис. 9 приведены результаты исследования поверхности изнашивания титана методом сканирующей электронной микроскопии. Из рис. 9, *а* видно, что однократное (за один проход) деформирование находящегося в состоянии поставки титана BT1-0 индентором из нитрида бора приводит к формированию на поверхности трения титанового образца относительно тонкого микрорельефа. На преимущественно гладкой рабочей поверхности титана также присутствуют повреждения в виде царапин, микротрещин, выступов и впадин. В условиях трения находящегося в состоянии поставки титана по стали 40X13 изнашивание рассматриваемого материала носит адгезионный характер (рис. 9, *б*). Рабочая поверхность образцов в данном случае характеризуется грубым

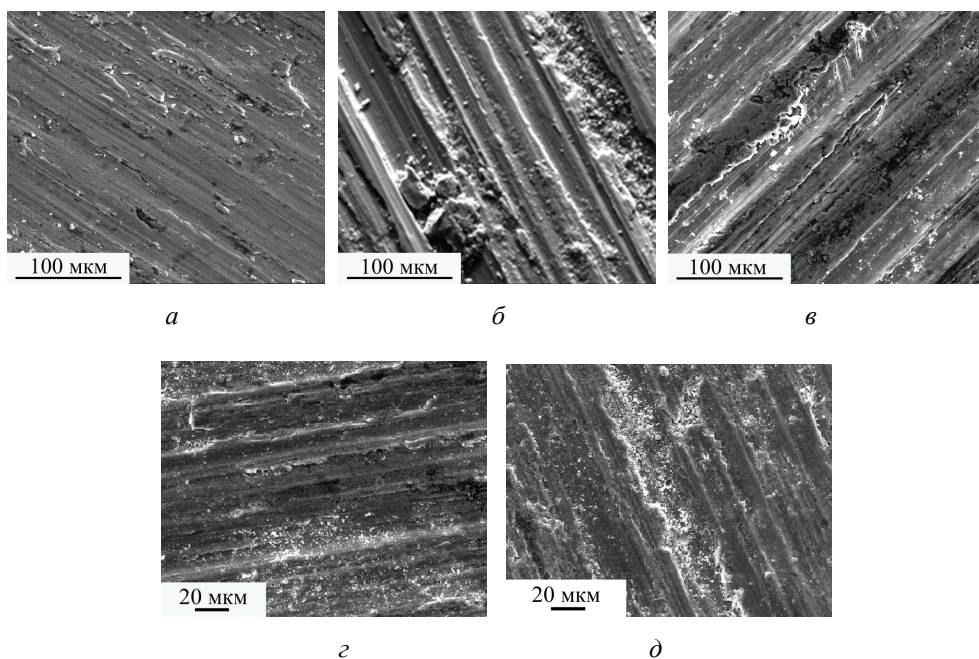


Рис. 9. Структура поверхности титана BT1-0 (сканирующий электронный микроскоп): *а* – деформирование индентором; *б* – изнашивание стали 40X13; *в* – деформирование индентором, азотирование при 650 °С и изнашивание по стали 40X13; *г* – азотирование при 650 °С и изнашивание по стали; *д* – деформирование индентором, азотирование при 750 °С и изнашивание по стали

рельефом, который является результатом интенсивной пластической деформации и адгезионного переноса титана на поверхность стали 40Х13. Это хорошо согласуется с литературными данными, свидетельствующими о большой склонности титана и его сплавов к интенсивному адгезионному взаимодействию (схватыванию) при трении по различным металлическим материалам [1, 2]. Азотирование приводит к смене механизма изнашивания титана. В данном случае развивается преимущественно усталостное изнашивание (фрикционная усталость), которое характеризуется формированием более тонкого микрорельефа на поверхности трения (см. рис. 9, в–д) и пониженной интенсивностью изнашивания титана (см. таблицу). Усталостное изнашивание возникает как результат локальной многократной пластической деформации поверхностного слоя, приводящей к повреждению азотированной поверхности титана, а именно – к формированию на ней системы микротрещин, развитие которых приводит к последующему удалению фрагментов поврежденной поверхности в виде дисперсных частиц износа. Адгезионное взаимодействие контактирующих поверхностей пары титан – сталь в данном случае, очевидно, активизирует образование микротрещин и отделение частиц износа с поверхности титана и контртела (см. рис. 9, в).

Микрорентгеноспектральный анализ образцов титана, подвергнутых интенсивной пластической деформации и азотированию, показал наличие на поверхности изнашивания данных образцов повышенного содержания азота – 18,44 ат. % (рис. 10). Это согласуется с результатами исследования рассматриваемого поверхностного слоя методом просвечивающей электронной микроскопии, согласно которым в данном слое присутствует значительное количество нитридов TiN (см. рис. 5, б). На поверхности изнашивания рассматриваемых титановых образцов присутствует в небольшом количестве железо и хром. Это свидетельствует о наличии адгезионного переноса фрагментов стальной пластины (контртела) на азотированную поверхность титана.

Анализируя возможные причины отрицательного влияния предварительной интенсивной пластической деформации на сопротивление изнашиванию азотированного титана, следует принять во внимание тот факт, что деформирование трением создает в поверхностном слое титана большое количество различных по масштабу и характеру дефектов в виде границ нанозерен, микротрещин, выступов и углублений

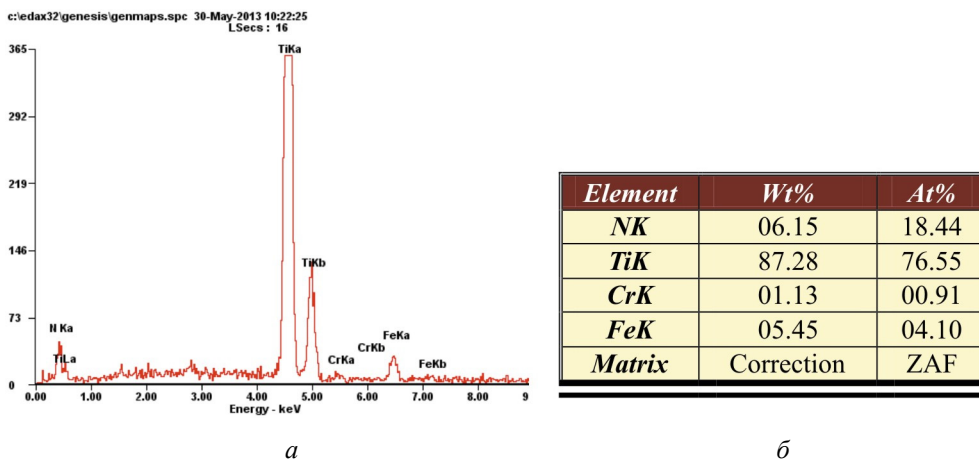


Рис. 10. Рентгеновский спектр (а) и элементный состав (б) участка поверхности изнашивания титана VT1-0 размером 200×250 мкм<sup>2</sup>, подвергнутого деформированию трением и последующему азотированию при 750 °С (2 ч)

(см. рис. 3, рис. 9, а). Указанные дефекты поверхностного слоя частично сохраняются в материале и после его азотирования. Действуя в качестве концентраторов напряжений, они могут усиливать хрупкость высокопрочного сильно напряженного азотированного слоя, что отрицательно сказывается на износостойкости азотированной поверхности титана в условиях развития преимущественно усталостного механизма изнашивания.

Сделаем следующие выводы:

1. Интенсивная пластическая деформация в условиях сухого трения скольжения приводит к формированию в поверхностном слое титана (толщиной до 10 мкм) нанокристаллической структуры, характеризующейся микротвердостью ~3,1 ГПа и размером  $\alpha$ -кристаллов 10–100 нм.

2. Наличие нанокристаллической структуры активизирует насыщение азотом поверхности титана в процессе его последующего газового азотирования, что обусловлено большой скоростью диффузии атомов азота вглубь материала по развитой системе границ нанозерен.

3. Вследствие ускоренной диффузии азота образование нитридной нанокристаллической фазы TiN в деформированном титане происходит при относительно невысокой температуре азотирования (700 °С) и непродолжительной выдержке (2 ч). В случае азотирования при

700 и 750 °С объемная доля нитридной фазы, образующейся в слое толщиной до 10 мкм, достигает десятков процентов, что обеспечивает высокий уровень микротвердости азотированной поверхности деформированного трением титана, несмотря на заметное развитие в  $\alpha$ -матрице при данных температурах процессов термического разупрочнения (полигонизации, рекристаллизации).

4. При температуре азотирования 650 °С, когда нитридная фаза в титане еще не возникает, ускоренное насыщение деформированной поверхности титана азотом приводит к более интенсивному росту твердости  $\alpha$ -твердого раствора.

5. Предварительная интенсивная пластическая деформация в условиях трения скольжения отрицательно влияет на сопротивление усталостному изнашиванию азотированного титана при трении по стали 40Х13. Этот факт можно объяснить повышенной хрупкостью деформированного и азотированного поверхностного слоя титана. Повышенная хрупкость рассматриваемого слоя связана с образованием в нем на стадии фрикционного деформирования значительного количества дефектов – границ нанозерен, микротрещин, углублений на контактной поверхности, которые, являясь концентраторами напряжений, снижают сопротивление азотированного титана усталостному изнашиванию.

*Электронно-микроскопическое исследование проведено в отделе электронной микроскопии ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.*

*Работа выполнена по плану РАН (тема «Структура») при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ 13-03-00056\_a и проекта Президиума РАН 12-П-2-1030.*

### **Список литературы**

1. Титановые сплавы в машиностроении / Б.Б. Чечулин [и др.]. – Л.: Машиностроение, 1977. – 248 с.
2. Износостойкие материалы в химическом машиностроении: справочник / Б.Д. Воронков [и др.]. – Л.: Машиностроение, 1977. – 256.
3. Кипарисов С.С., Левинский Ю.В. Азотирование тугоплавких металлов. – М.: Металлургия, 1972. – 160 с.



4. Low-temperature plasma nitriding of titanium layer on Ti/Al clad sheet / J. Sun [et al.] // *Materials and Design*. – 2013. – Vol. 47. – P. 408–415.

5. Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening / N.R. Tao [et al.] // *Nanostruct. Mater.* – 1999. – Vol. 11. – P. 433–440.

6. Nanostructure formation mechanism of  $\alpha$ -titanium using SMAT / K.Y. Zhu [et al.] // *Acta Materialia*. – 2004. – Vol. 52. – P. 4101–4110.

7. Коршунов Л.Г., Макаров А.В., Черненко Н.Л. Нанокристаллические структуры трения в сталях и сплавах, их прочностные и трибологические свойства // Развитие идей академика В.Д. Садовского: сб. тр. – Екатеринбург, 2008. – С. 218–241.

8. Влияние контактных напряжений на фазовый состав, прочностные и трибологические свойства нанокристаллических структур, возникающих в сталях и сплавах при трении скольжения / Л.Г. Коршунов, В.А. Шабашов, Н.Л. Черненко, В.П. Пилюгин // *МиТОМ*. – 2008. – № 12. – С. 24–34.

9. Metin E., Inal O.T. Kinetics of layer growth and multiphase diffusion in ion nitrided titanium // *Metal. Mater. Trans.* – 1989. – Vol. 20A, no. 9. – P. 1819–1832.

10. Коршунов Л.Г., Пушин В.Г., Черненко Н.Л. Влияние фрикционного нагрева на структуру поверхностного слоя и трибологические свойства никелида титана // *ФММ*. – 2011. – Т. 112, № 3. – С. 308–319.

11. Коршунов Л.Г., Пушин В.Г., Черненко Н.Л. Модифицирование поверхности никелида титана посредством фрикционной обработки и последующего нагрева в воздушной среде // *ФММ*. – 2012. – Т. 113, № 6. – С. 664–672.

12. Теория и технология азотирования / Ю.М. Лахтин [и др.]. – М.: Металлургия, 1991. – 320 с.

13. Коршунов Л.Г., Черненко Н.Л. Формирование на поверхности титана износостойкого нанокристаллического слоя, упрочненного частицами  $TiO_2$  (рутила) // *ФММ*. – 2013. – Т. 114. – № 9. – С. 859–868.

14. Харитонов Л.Г. Определение микротвердости. – М.: Металлургия, 1967. – 46 с.

Получено 10.11.2014

**Коршунов Лев Георгиевич** (Екатеринбург, Россия) – доктор технических наук, главный научный сотрудник Института физики металлов УрО РАН; e-mail: korshunov@imp.uran.ru

**Черненко Наталья Леонидовна** (Екатеринбург, Россия) – старший научный сотрудник Института физики металлов УрО РАН; e-mail: chernenko@imp.uran.ru

**Korshunov Lev** (Ekaterinburg, Russian Federation) – Doctor of Technical Sciences, Chief Researcher, Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences; e-mail: korshunov@imp.uran.ru

**Chernenko Natalya** (Ekaterinburg, Russian Federation) – Senior Researcher, Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences; e-mail: chernenko@imp.uran.ru