

МИКРОСТРУКТУРА И СОСТАВ СЛОЕВ, ФОРМИРУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВОВ ТИТАНА

В работе исследованы особенности микроструктуры и состава слоев, получаемых на поверхности сплавов титана в процессе ионно-плазменного азотирования.

Вследствие высокой растворимости азота в гексагональной решетке α -титана имеется возможность формирования на поверхности сплавов нитридных и диффузионных слоев с хорошей адгезией и сравнительно плавным переходом к основе материала. Ионно-плазменному азотированию подвергались в работе два сплава титана: ВТ1-0 и ОТ4-1. Сплав ВТ1-0 (технически чистый титан) не содержит в своем составе легирующие элементы, только незначительное количество примесей. Его структура представлена α -фазой. Сплав ОТ4-1 в качестве легирующих элементов содержит алюминий и марганец и относится к псевдо- α -сплавам, структура которых представлена в основном α -фазой и небольшим (не более 5 %) количеством β -фазы. Ионно-плазменное азотирование поверхности образцов проводили при различных температурах в интервале от 650 °С до 900 °С и при различной продолжительности процесса. Состав рабочей газовой смеси: 10 % N_2 + 90 % Ar. Давление газа в рабочей камере составляло 160 Па; напряжение, поддерживающее тлеющий разряд, – 400 В. Анализ микроструктуры и элементного состава формируемых слоев проведен методами сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного микроанализа с применением электронного микроскопа JSM-5610LV и спектрометра EDX JED-2201 (JEOL), а также микроскопа LEO 1455 VP (Karl Zeiss Group) в сочетании со спектрометром Aztec Energy Advanced X-Max80 (Oxford Instruments). Рентгенофазовый анализ слоев производился с применением дифрактометров ДРОН-3 и D8 Advance Bruker AXS.

Электронно-микроскопические исследования показывают, что морфология поверхности сплава ВТ1-0 со слоем, сформированным в процессе ионно-плазменного азотирования, имеет регулярную глобулярную структуру с размерами зерен ~2–10 мкм (рис. 1) и воспроизводит микроструктуру самой подложки. По данным энергодисперсионного анализа в состав азотированного слоя входят титан, азот, а также углерод, кислород, аргон и алюминий (табл.). Содержание титана и азота близко к стехиометрическому составу TiN. Кислород

входит в состав поверхностной оксидной пленки, углерод – в состав углеводородных загрязнений. Распределены компоненты слоя по площади поверхности практически равномерно (рис. 2).

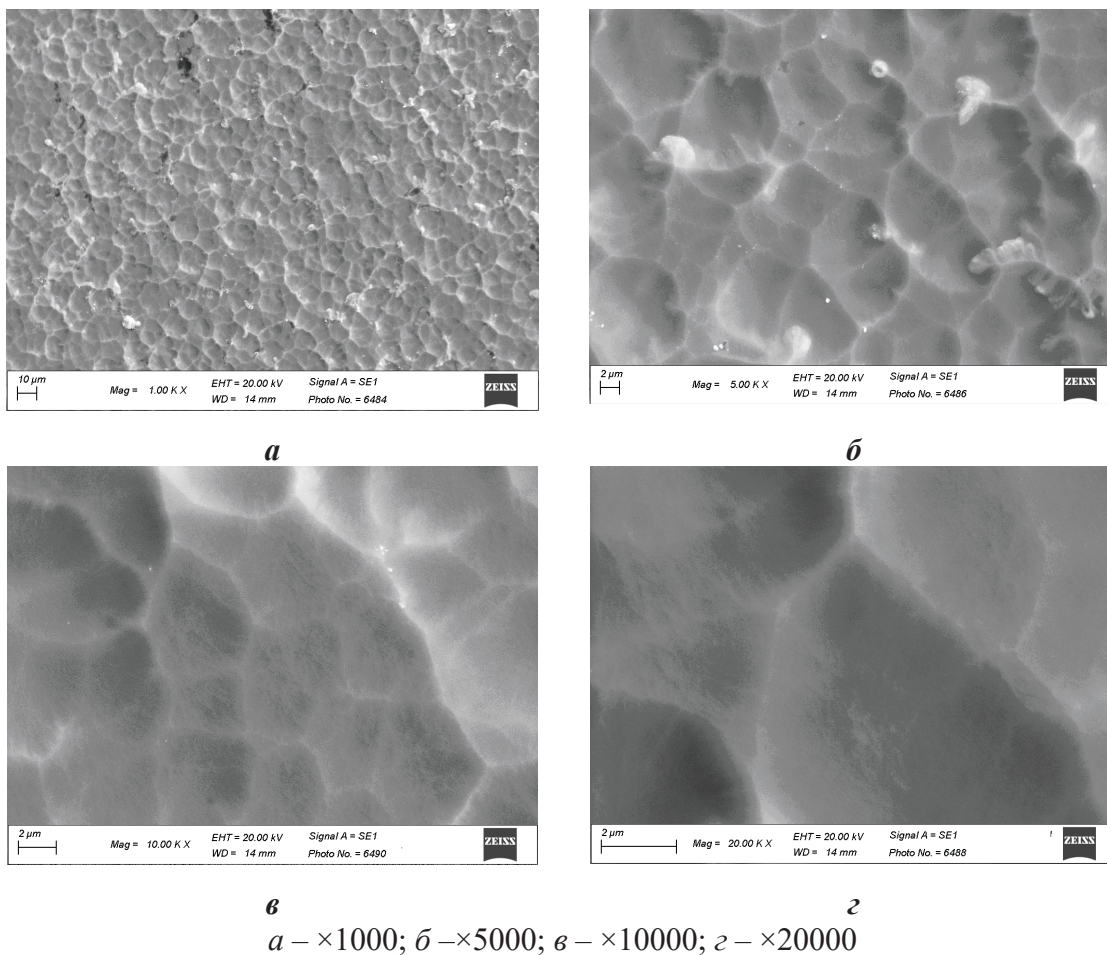


Рисунок 1 – Электронно-микроскопические изображения участков поверхности образца сплава VT1-0 с поверхностным слоем, полученным в процессе ионно-плазменной обработки при температуре 830 °С в течение 5 ч

Таблица – Элементный состав поверхности образца сплава VT1-0 со слоем, полученным в процессе обработки при 830 °С

Элемент	Содержание	
	масс. %	ат. %
C	5,2	12,5
N	18,3	37,5
O	3,1	5,6
Al	0,2	0,2
Ar	0,3	0,2
Ti	72,9	44,0

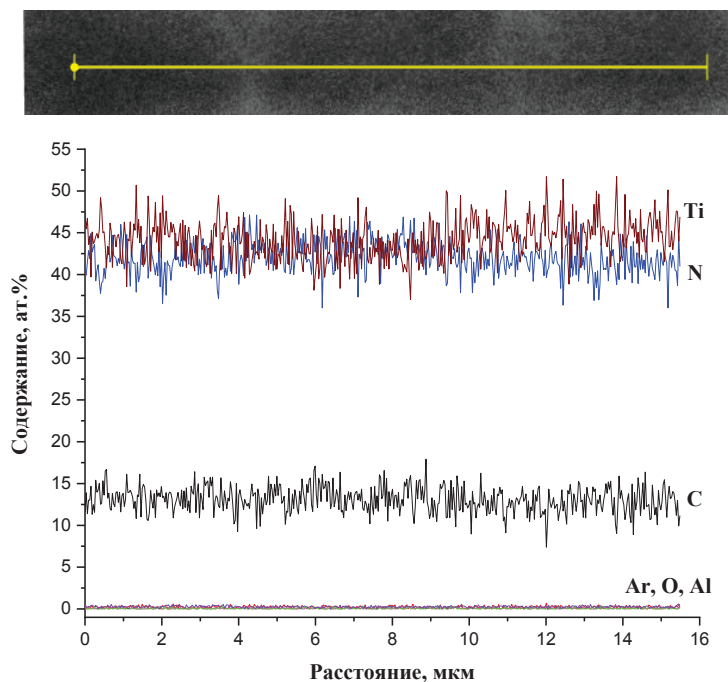


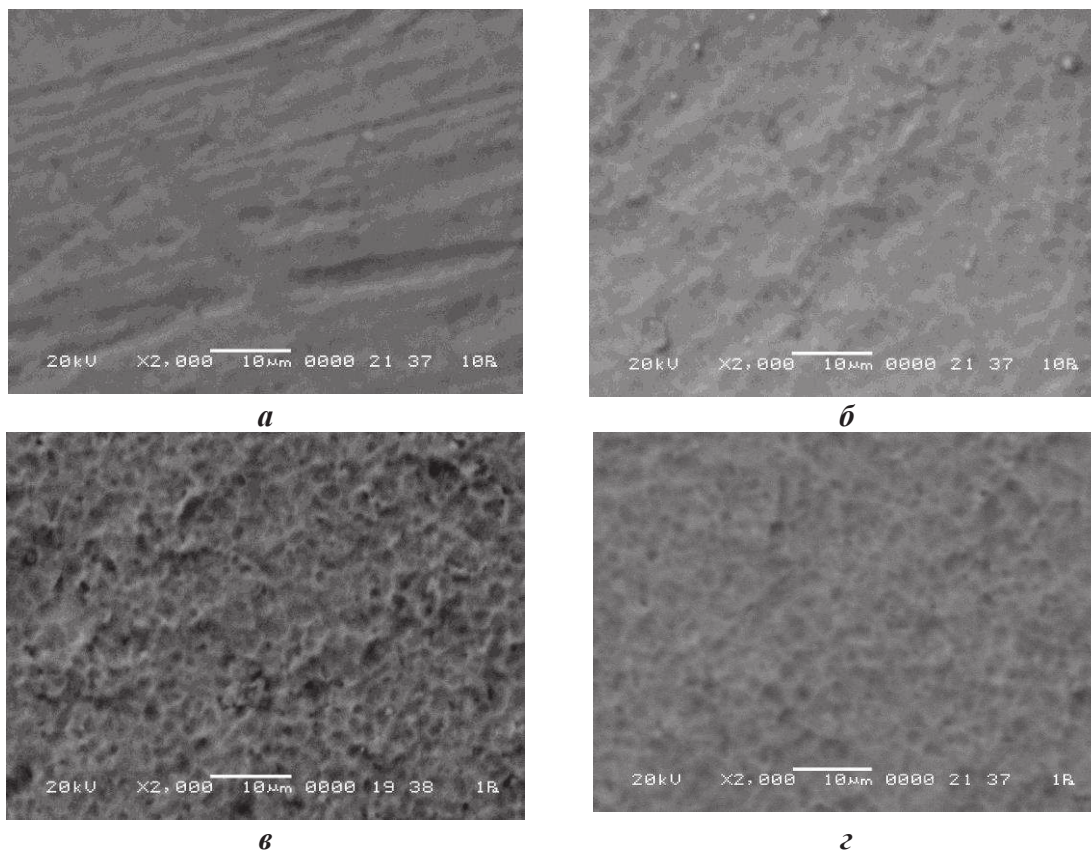
Рисунок 2 – Распределение элементов вдоль линии сканирования в поверхностном слое образца сплава ВТ1-0, сформированном в процессе ионно-плазменной обработки при температуре 830 °С в течение 5 ч

При увеличении температуры ионно-плазменной обработки возрастает скорость диффузии примесей, толщина формируемого слоя на поверхности сплава ВТ1-0 увеличивается и при температуре выше ~800 °С достигает значения ~50 мкм. При 900 °С зёрнистая структура слоя нарушается. По данным рентгенофазового анализа в поверхностном слое сплава ВТ1-0 при невысоких температурах (примерно до 700 °С) формируются преимущественно оксидные фазы Ti_6O , Ti_3O . При повышении температуры (>800 °С) возрастает диффузионная подвижность атомов азота и начинает преобладать процесс образования нитридных фаз Ti_2N , TiN .

Результаты электронно-микроскопического анализа микроструктуры поверхности образцов сплава ОТ4-1 после ионно-плазменной обработки различной продолжительности (1, 3, 5 и 7 ч) в среде 10 % N_2 + 90 % Ar при температуре 850 °С приведены на рис. 3. Морфология модифицируемой поверхности сплава существенно зависит от продолжительности процесса.

По мере увеличения времени ионно-плазменной обработки более отчетливо проявляется зёрнистая структура формируемого слоя. При этом размер кристаллитов составляет ~2–3 мкм. Толщина формируемого в процессе ионно-плазменного азотирования слоя увеличивается при увеличении длительности обработки, и при семичасовой обработке достигает ~10 мкм.

Энергодисперсионный анализ поверхности образцов показывает наличие в составе формируемых слоев титана, азота, а также углерода, кислорода, алюминия и аргона.



a – 1 ч; *б*– 3 ч; *в* – 5 ч; *г* – 7 ч

Рисунок 3 – Электронно-микроскопические изображения ($\times 2000$) участков поверхности образцов сплава ОТ4-1 после ионно-плазменной обработки различной продолжительности при температуре 850 °С

Ионно-плазменная обработка поверхности сплава ОТ4-1 в течение уже одного часа приводит к существенному изменению фазового состава. Фаза титана в составе исследуемого слоя не обнаруживается, в то время как в исходном образце регистрируется только α -титан. Вначале преобладает взаимодействие с титаном кислорода с образованием оксидных фаз Ti_6O и Ti_3O , и только при увеличении длительности обработки до семи часов появляется фаза нитрида титана TiN .

Такие закономерности изменения фазового состава слоев, формируемых на поверхности сплавов титана в процессе ионно-плазменного азотирования при различных температурах и при различной длительности процесса ионно-плазменной обработки, обусловлены свойствами титана и наличием на исходной поверхности оксидной пленки.