УДК 621.78:669.295

ПОВЕРХНЕВЕ ЗМІЦНЕННЯ ТИТАНУ ВТ1-0 ЗА ТЕРМОДИФУЗІЙНОГО НАСИЧЕННЯ АЗОТОМ У ДІАПАЗОНІ ТЕМПЕРАТУР 650...750°С

I. М. ПОГРЕЛЮК¹, С. Є. ШЕЙКІН², Д. В. ЄФРОСІНІН²

¹ Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів; ² Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, Київ

Досліджено фізико-хімічні характеристики поверхневих зміцнених шарів технічно чистого титану BT1-0 після термодифузійного насичення азотом у діапазоні температур 650...750°C. Встановлено, що азотування за цих температур забезпечує поверхневе зміцнення до 17,0 GPa, а глибину зміцненого шару – до 80 µm. Показано, що зниження парціального тиску азоту, застосування додаткового вакуумного відпалу забезпечують ефект пом'якшення приповерхневого зміцнення титану BT1-0.

Ключові слова: технічно чистий титан ВТІ-0, поверхневе зміцнення, азотування, мікротвердість, якість поверхні.

На сьогодні у світі 85% імплантованих ендопротезів кульшового суглоба містять пару тертя метал-хірулен (металева сферична головка і ацетабулярна чашка з хірулен). Сприятливе поєднання ціни та якості цієї пари роблять її найприйнятнішою для потенційних споживачів з невеликими доходами. При цьому для виготовлення сферичної головки, як правило, використовують сплав СоСгМо, рідше – сплави титану (зокрема, Ti-6Al-4V) [1-3]. Однак за таким показником, як біосумісність, ці матеріали поступаються чистому титану, який практично ідеально сумісний з тканинами людського тіла [4, 5]. Проте через низькі механічні характеристики і підвищену схильність до схоплювання з більшістю конструкційних застосовуваних у медицині матеріалів чистий титан не можна використовувати для виготовлення деталей пари тертя ендопротеза без модифікування робочої поверхні.

Суттєвого підвищення механічних характеристик поверхні тертя титану можна досягти за азотування [6]. Трибологічні властивості сполук титану з азотом знаходяться у складній залежності від кристалографічної структури і типу хімічного зв'язку [7]. Значна область гомогенності в системі Ті–N (28...54 at.% [8]) дає змогу в широкому діапазоні впливати на фізико-хімічні властивості сполук і їхню кристалографічну та електронну структуру. Зокрема, оперуючи температурно-часовими і газодинамічними параметрами термодифузійного насичення з контрольованого азотовмісного газового середовища, можна здійснювати інженерію поверхні титану відповідно до регламенту [9].

Приповерхневе зміцнення, фізико-хімічні характеристики поверхневих азотованих шарів технічно чистого титану вивчали після азотування за температур не нижче 800°С [10, 11], а в останні роки увагу приділяли, здебільшого, титановим сплавам [12–14]. Оскільки температура поліморфного перетворення титану 885…900°С [15], то насичення за температур вище 800°С внаслідок необоротного росту зерна титанової матриці спричиняє відчутну втрату у механічних характеристиках азотованого матеріалу.

Контактна особа: І. М. ПОГРЕЛЮК, e-mail: pohrelyuk@ipm.lviv.ua

Мета роботи – оцінити поверхневе зміцнення технічно чистого титану ВТ1-0 після термодифузійного насичення азотом у низькотемпературному діапазоні, а саме 650...750°С.

Методика. Досліджували зразки технічно чистого титану ВТ1-0 розміром $10 \times 15 \times 1$ mm, які шляхом термодифузійного насичення азотували за атмосферного тиску при 650; 700 і 750°С впродовж 5 та 20 h. Нагрівали до температури азотування у вакуумі 10 mPa [16], щоб усунути природні оксидні плівки та унеможливити утворення нових на стадії нагріву. Швидкість нагріву становила 0,040°C/s. Після ізотермічної витримки зразки охолоджували в азоті з піччю (середня швидкість охолодження 0,028°C/s) до 500°С, далі систему вакуумували.

Використовували газоподібний азот технічної чистоти, що містив кисню не більше 0,4 vol.% і парів води не більше 0,07 g/m³. Перед подачею в реакційний простір печі азот вивільняли від кисню та вологи, пропускаючи крізь капсулу з силікагелем і титанову стружку, нагріту на 50°С вище температури насичення. Через кожні 3...4 відпали для відновлення ефективності системи очищення азоту силікагель відпалювали при 180°С упродовж 3...4 h, а титанову стружку замінювали на нову.

Мікроструктури поверхневих шарів і матриці сплаву досліджували на "косих" шліфах, використовуючи металографічний мікроскоп "Epiquant", оснащений камерою та комп'ютерною приставкою з цифровою фіксацією зображення. Структуру поверхні азотованого титану вивчали за допомогою сканувального електронного мікроскопа EVO-40XVP (Carl Zeiss).

Фазовий склад поверхневих шарів титану після азотування визначали на рентгенівському дифрактографі ДРОН-3.0 у монохроматичному СиК_а-випромінюванні з фокусуванням за схемою Брегга–Брентано. Для аналізу одержаних результатів використовували пакети програмного забезпечення Sietronix, Powder Cell 2.4 і FullProf, за якими визначали положення дифракційних максимумів відбиття та ідентифікували їх згідно з картотекою JCPDS-ASTM. Поверхневе зміцнення та розподіл мікротвердості по перерізу приповерхневих шарів сплаву встановлювали мікротвердоміром ПМТ-3М за навантаження на індентор 0,49 і 0,98 N. Глибину азотованого шару оцінювали і металографічно, і методом мікротвердості. Шорсткість поверхні вимірювали профілометром моделі 170621.

Результати і їх обговорення. Поверхневе зміцнення технічного титану ВТ1-0 в результаті термодифузійного насичення азотом забезпечується формуванням зміцненого азотованого шару (нітридна зона і перехідний дифузійний шар (твердий розчин азоту в α-титані)).

Результати рентгенівського фазового аналізу показують, що насичення азотом за досліджуваних температурно-часових параметрів забезпечує формування нітридної зони, до складу якої входять δ -нітрид TiN_x та ε -нітрид Ti₂N (рис. 1*a*–*f*). За досліджуваних температурно-часових параметрів азотування товщина нітридної зони не перевищує 1...3 µm. Оцінювали характеристики нітридної зони за результатами рентгеноструктурного та дюрометричного аналізів.

Після насичення впродовж 5 h за температури 650°С мононітриду титану TiN_x у нітридній зоні не фіксували. На дифрактограмах Ti₂N-фаза подана спектром дифракційних максимумів (111); (220); (002) і (320), який після насичення за температури 700°С доповнюється слабким рефлексом (101). Після насичення за 750°С Ti₂N-фазу ідентифікують лише за реперними лініями (111) та (002).

У дифракційному спектрі нітриду Ті₂N домінують лінії (111) і (002). Аналіз інтенсивностей ліній Ті₂N-фази показав, що з підвищенням температури насичення з 650 до 700°С переважальна орієнтація є-нітриду в напрямку [111] посилюється ($I_{(111)}/I_{(002)}$ змінюється від 2,95 до 3,03), а після насичення при 750°С формується текстура по площині [002] ($I_{(111)}/I_{(002)}$ становить 0,58).



Рис. 1. Дифрактограми, зняті з поверхні технічного титану ВТ1-0 після термодифузійного азотування (*a*-*f*) та його поверхня (*g*-*l*): *a*, *g* – 650°С, 5 h; *b*, *h* – 650°С, 20 h; *c*, *i* – 700°С, 5 h; *d*, *j* – 700°С, 20 h; *e*, *k* – 750°С, 5 h; *f*, *l* – 750°С, 20 h; *p*_{N2} = 10⁵ Pa.
O – TiNx, – Ti₂N, ▲ – α-Ti.

Fig. 1. Diffraction patterns of BT1-0 titanium after thermodiffusion nitriding (a-f) and its surface (g-l): $a, g - 650^{\circ}$ C, 5 h; $b, h - 650^{\circ}$ C, 20 h; $c, i - 700^{\circ}$ C, 5 h; $d, j - 700^{\circ}$ C, 20 h; $e, k - 750^{\circ}$ C, 5 h; $f, l - 750^{\circ}$ C, 20 h; $p_{N_2} = 10^{5}$ Pa. O – TiNx, – Ti₂N, $\blacktriangle - \alpha$ -Ti.

В дифракційному спектрі поверхні азотованого титану після насичення за температур 700 та 750°С нітрид TiN_x ідентифікують за реперними лініями (111) і (200), а фаза впорядковується в напрямку [111], що характерно для матеріалів з кубічною структурою [17], яким і є кубічний мононітрид титану. З підвищенням температури азотування від 700 до 750°С текстура TiN_x у напрямку [111] послаблюється ($I_{(111)}/I_{(200)}$ змінюється від 1,60 до 1,27). Подовження експозиції за насичення до 20 h змінює спостережувані тенденції у нітридоутворенні. Так, у поверхневому дифракційному спектрі нітрид TiN_x після насичення за 650°С поданий реперною лінією (200), 700°С – лініями (111); (200) і (220), а 750°С – (111) та (200), причому з підвищенням температури домінантна орієнтація в напрямку [111] посилюється ($I_{(111)}/I_{(200)}$ змінюється від 1,36 до 1,57).

Ti₂N-фаза після азотування при 650°С подана спектром дифракційних максимумів (111); (220); (002); (320) і (212), при 700°С лише реперними лініями (111); (220) і (002), а при 750°С – однією лінією (002) високої відносної інтенсивності. Причому переважальна орієнтація є-нітриду в напрямку [111] з підвищенням температури насичення змінюється текстурою по площині [002], яка суттєво посилюється після насичення за 750°С ($I_{(111)}/I_{(002)}$ зменшується від 1,56 до 0,31 і 0,07 для температур 650; 700 і 750°С, відповідно).

Кристалографічні орієнтації складових сформованої нітридної зони – нітридів ТіN_x і Ті₂N – за витримки 20 h та досліджуваних температур змінюються так. Для нітриду ТіN_x після насичення за температури 700°С текстура у напрямку [111] послаблюється ($I_{(111)}/I_{(200)}$ змінюється від 1,60 до 1,36), а після насичення за температури 750°С, навпаки, посилюється ($I_{(111)}/I_{(200)}$ змінюється від 1,27 до 1,57). Що стосується нітриду Ті₂N, то після насичення за температури 650°С домінантна орієнтація у напрямку [111] послаблюється ($I_{(111)}/I_{(200)}$ змінюється від 2,95 до 1,56), за 700°С – виявляється текстура по площині [002] ($I_{(111)}/I_{(002)}$ зменшується від 3,03 до 0,31), яка за 750°С відчутно посилюється ($I_{(111)}/I_{(002)}$ змінюється від 0,58 до 0,07). Загалом збільшення інтенсивності та кількості рефлексів нітридних фаз на дифрактограмах, перерозподіл їх інтенсивностей зі збільшенням температурно-часових параметрів насичення є свідченням інтенсифікації нітридоутворення на поверхні титану.

З активізацією нітридоутворення яскравіше виявляється і посилюється характерна для азотування топографія поверхні: хвилясті виступи, що утворюють сітку на поверхні, яка, вочевидь, повторює сітку меж зерен матриці азотованого матеріалу (рис. 1g-l). Формування поверхневого рельсфу негативно впливає на якість азотованої поверхні. За загальної тенденції до підвищення шорсткості, з огляду на порівняно невисокі для азотування титану температури насичення [18], середнє арифметичне відхилення профілю поверхні R_a не виходить за межі вихідного класу шорсткості (10 клас згідно з ГОСТ 2789-73) (див. таблицю). Лише після 20 h експозиції за температур 700 і 750°С якість азотованої поверхні знижується на клас і на два, відповідно. З підвишенням параметрів азотування поверхнева мікротвердість титану ВТ1-0 зростає. Загалом за досліджуваних температурно-часових параметрів насичення вона знаходиться в межах 4,5...17,0 GPa. Зі збільшенням навантаження на індентор від 0,49 до 0,981 N приріст поверхневої твердості дещо знижується, що свідчить про градієнтний характер приповерхневого зміцнення, властивий для дифузійних процесів. Причому різниця $\Delta H = H_{0.49}$ – - *H*_{0,98} за 5 h витримки в азоті зі збільшенням температури насичення зростає, а за 20 h – зростає лише з підвищенням температури від 650 до 700°С. За подальшого збільшення температури азотування до 750°С ΔH зменшується (див. таблицю). Спостережувані закономірності зміни поверхневої мікротвердості ілюструють утворення і ріст тонкої нітридної плівки на поверхні титану, а відтак, формування градієнта властивостей у тонкому поверхневому шарі.

Про рівень приповерхневого зміцнення після термодифузійного насичення азотом свідчить і розподіл твердості по перетину приповерхневих зміцнених шарів. З підвищенням параметрів насичення криві розподілу мікротвердості розміщуються в області вищих значень твердості (рис. 2). Причому зі збільшенням температури від 650 до 700°С приріст твердості не такий відчутний, як за підвищення температури від 700 до 750°С за експозиції 5 h (рис. 2*a*), і особливо за 20 h (рис. 2*b*).

Характер кривих розподілу мікротвердості по перетину приповерхневих зміцнених шарів ілюструє їх градієнт твердості, який з підвищенням температури насичення за 5 h експозиції зростає, і особливо з підвищенням температури від 700 до 750°С, а за 20 h, навпаки, монотонно зменшується (рис. 3). З подовженням експозиції від 5 до 20 h зміна градієнта мікротвердості найістотніша при 750°С (зменшення), а при 650°С спостерігаємо його незначне збільшення за подовженням текспозиції. Тривалість насичення при 700°С практично не впливає на градієнт, хоча фіксуємо збільшення у 2,5 рази глибини зміцненого шару і у 1,7 рази поверхневої мікротвердості.



Рис. 2. Розподіл мікротвердості по перетину приповерхневих шарів титану ВТ1-0 після азотування ($p_{N_2} = 10^5$ Ра) за витримки 5 (*a*) і 20 h (*b*): 1 - 650°C, 2 - 700°C, 3 - 750°C.

Fig. 2. Microhardness profile of cross-sectioned surface layers of BT1-0 titanium after nitriding $(p_{N_2} = 10^5 \text{ Pa})$ under holding for 5 (*a*) and 20 h (*b*): $1 - 650^{\circ}\text{C}$, $2 - 700^{\circ}\text{C}$, $3 - 750^{\circ}\text{C}$.

16	Режим азотування	<i>R_a</i> , μm		AD	11	11	
л <u>∘</u> 3/п		перед	після обробки	$\Delta R_a,$ μm	$H_{0,49}$	$H_{0,98}$	$\Delta H = H_{0,49} - H_{0,98}$
		обробкою			GPa		
1	650°C, 5 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,115	0,10	-0,01	4,5	4,3	0,2
2	650°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,09	0,10	0,01	8,7	6,2	2,5
3	700°C, 5 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,09	0,11	0,02	7,5	6,2	1,3
4	700°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,08	0,17	0,08	12,6	8,8	3,8
5	750°C, 5 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,09	0,13	0,04	12,0	8,6	3,4
6	750°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5 {\rm Pa}$	0,09	0,33	0,25	17,0	14,0	3,0
7	750°C, 10 h, $p_{\rm N_2} = 1$ Pa	0,09	0,13	0,04	8,2	6,5	1,7
8	750°С, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa; вакуумний відпал 4 h	0,09	0,31	0,22	15,2	13,5	1,7
9	750°С, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa; вакуумний відпал 6 h	0,08	0,29	0,21	12,3	11,7	0,6

Середнє арифметичне відхилення профілю поверхні R_a титану ВТ1-0 після азотування та її мікротвердість за різного навантаження на індентор H_{μ}

Перехідний дифузійний шар оцінювали методом мікротвердості $(l_{Ti(N)}^{H})$ та металографічно $(l_{Ti(N)}^{S})$ (світла смуга зі зниженим ступенем травлення) (рис. 4). Зі збільшенням температурно-часових параметрів насичення як $l_{Ti(N)}^{H}$, так і $l_{Ti(N)}^{S}$ потовщуються. Глибина дифузійного шару, оціненого методом мікротвердості, у 1,5–3,3 рази більша за глибину шару, оціненого металографічно (рис. 5), причому різниця найбільша, коли азотували при 750°С впродовж 20 h. Після азотування за температур 650; 700 та 750°С і досліджуваних експозицій (5 i 20 h) глибина ди-

фузійного шару, оціненого методом мікротвердості, знаходиться у діапазоні 10...30; 20...50 та 40...80 µm, відповідно.



Рис. 4. Мікроструктура приповерхневих шарів титану ВТ1-0 після азотування за температур 650°С (*a*, *b*); 700 (*c*, *d*); 750°С (*e*, *f*) та витримки 5 (*a*, *c*, *d*) і 20 h (*b*, *d*, *f*). ×250.

Fig. 4. Microstructure of surface layers of BT1-0 titanium after nitriding at temperatures 650° C (*a*, *b*); 700 (*c*, *d*); 750°C (*e*, *f*) and holding for 5 (*a*, *c*, *d*) and 20 h (*b*, *d*, *f*). ×250.

Таким чином, підвищення температури на 50°С сприяє утворенню зміцнених шарів, глибина яких частково перекриває діапазон значень глибин шарів, сформованих за нижчої температури, одночасно розширюючи його, і тим відчутніше, що вищою є температура. Зі збільшенням температурно-часових параметрів насичення зростає не лише глибина стабілізованого азотом шару α -твердого розчину в титані, але й розмір α -зерен цього шару (рис. 4).

Щоб зменшити градієнт властивостей у приповерхневому зміцненому шарі титану ВТ1-0, а відтак, підвищити опір руйнуванню за контактного навантаження, застосовували елементи вакуумної технології [7], зокрема насичували в розрідженому динамічному потоці азоту, а також використовували додатковий вакуумний відпал. Зі зниженням парціального тиску азоту створюються умови для зміни лімітувальної ланки насичення [18]. При цьому лімітувальними стають процеси, пов'язані з підводом азоту до зони реакції газ-метал, що дає змогу контролювати його максимальну концентрацію на поверхні титану і, таким чином, гальмувати створення необхідної концентрації азоту для нітридоутворення. Зниження інтенсивності нітридоутворення на поверхні дозволить зменшити дифузійний бар'єр, а відтак, інтенсифікувати проникнення азоту в титанову матрицю, що забезпечить рівномірніший розподіл твердості в дифузійному шарі та збільшить глибину проникнення азоту.



Рис. 5. Вплив параметрів азотування на глибину зміцненої зони титану ВТ1-0, оцінену методом мікротвердості (l_H) та металографічно (l_S) : a - 5 h; b - 20 h.

Fig. 5. Influence of nitriding parameters on the depth of strengthened zone of BT1-0 titanium estimated by microhardness (l_H) and metallography (l_S) methods: a - 5 h; b - 20 h.



Рис. 6. Дифрактограми, зняті з поверхні технічно чистого титану ВТ1-0 після термодифузійного азотування за таких параметрів: 750°С, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Ра (a, c); 750°С, 10 h, $p_{N_2} = 1$ Ра (b); 750°С, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Ра, вакуумний відпал 4 h (d); 750°С, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Ра, вакуумний відпал 6 h (e). **О** – TiN*x*; – Ti₂N; ▲ – α-Ti.

Fig. 6. Diffraction patterns of BT1-0 titanium after thermodiffusion nitriding for parameters: 750°C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa (*a*, *c*); 750°C, 10 h, $p_{N_2} = 1$ Pa (*b*); 750°C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa, vacuum annealing 4 h (*d*); *e* - 750°C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa, vacuum annealing 6 h (*e*). O - TiNx; - Ti₂N; $\blacktriangle - \alpha$ -Ti.

Відповідно до отриманих результатів, зниження парціального тиску азоту до 1 Ра гальмує нітридоутворення на поверхні титану ВТ1-0, про що свідчать дані рентгенівського фазового аналізу. На дифрактограмах, знятих з поверхні азотованих зразків, відсутні рефлекси нітриду TiN_x, а Ti₂N-фаза подана двома реперними лініями (111) і (002), причому з яскраво вираженою орієнтацією вздовж площини [002] (рис. 6b). При цьому відносна інтенсивність ліній α-титану збільшується (рис. 6a, b). Зі зниженням парціального тиску азоту поліпшується якість азотованої поверхні, зменшується її поверхнева мікротвердість (див. таблицю, режими 5–7). Криві розподілу мікротвердості по перетину приповерхневих зміцнених шарів зміщуються в область нижчих значень твердості на глибині <10 µm і вищих – >10 µm (рис. 7a, криві *l* і 3), що свідчить про рівномірніший розподіл твердості в дифузійному шарі. Глибина зміцненого шару титану ВТ1-0 після 10 h насичення при 750°С у розрідженому азоті становить ~60 µm.



Рис. 7. Розподіл мікротвердості по перетину приповерхневих шарів титану ВТІ-0 після азотування (*a* – ефект зниження парціального тиску азоту; *b* – вакуумного відпалу): $l - 750^{\circ}$ C, 5 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa; $2 - 750^{\circ}$ C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa; $3 - 750^{\circ}$ C; 10 h, $p_{N_2} = 1$ Pa; $4 - 750^{\circ}$ C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa, вакуумний відпал 4 h; $5 - 750^{\circ}$ C, 20 h, $p_{N_2} = 10^5$ Pa, вакуумний відпал 6 h.

Fig. 7. Microhardness profile of cross-sectioned surface layers of BT1-0 titanium after nitriding (*a* – effect of decrease of nitrogen partial pressure; *b* – vacuum annealing): *I* – 750°C, 5 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa; 2 – 750°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa; 3 – 750°C; 10 h, $p_{\rm N_2} = 1$ Pa; 4 – 750°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa, vacuum annealing 4 h; 5 – 750°C, 20 h, $p_{\rm N_2} = 10^5$ Pa, vacuum annealing 6 h.

Ефект пом'якшення приповерхневого зміцнення за застосування додаткового вакуумного відпалу, включеного в ланцюжок хіміко-термічної обробки титану, пов'язаний із дисоціацією поверхневого нітриду і дифузією азоту вглиб титанової матриці. Ізотермічна витримка у вакуумі після термодифузійного насичення азотом не змінює фазового складу поверхневих азотованих шарів (рис. 7*b*). На дифрактограмах, знятих з поверхні зразків азотованого титану за режимами, що включають ізотермічну витримку у вакуумі, фіксували зниження інтенсивності дифракційних максимумів нітридних фаз за збільшення інтенсивності рефлексів α -титану (рис. 7*b*), що є свідченням потоншання поверхневого нітридного шару. При цьому суттєво посилюється текстура нітриду Ti₂N по площині [002]. Гальмування нітридоутворення на поверхні титану призводить до покращення якості поверхні та зниження поверхневої мікротвердості (див. таблицю). Зі збільшенням тривалості експозиції у вакуумі від 4 до 6 h ці закономірності стають виразнішими. Рівномірніший розподіл твердості по перетину зміцненого шару (рис. 7*b*), збільшення його глибини (до 90 µm) досягається за 6 h експозиції у вакуумі.

ВИСНОВКИ

Після азотування в діапазоні температур 650...750°С за експозицій до 20 h на поверхні технічно чистого титану ВТ1-0 формується нітридна зона складу TiN_x + Ti₂N. При цьому поверхнева мікротвердість зростає у 2–8 разів (4,5... 17,0 GPa). Глибина азотованого шару, оціненого методом мікротвердості, сягає 10...80 µm, а оціненого металографічно – у 1,5–3,3 рази менша. Шорсткість азотованої поверхні виходить за межі вихідного класу чистоти лише після 20 h експозиції при температурах 700 і 750°С (знижується на клас і на два, відповідно). Насичення в розрідженому до 1 Ра азоті, застосування додаткового вакуумного відпалу після термодифузійного насичення в азоті при 750°С впродовж 20 h забезпечують ефект пом'якшення приповерхневого зміцнення титану ВТ1-0, що призводить до покращення якості поверхні внаслідок впливу на нітридоутворення, зниження поверхневої мікротвердості, рівномірнішого розподілу твердості по перетину зміцненого шару, збільшення його глибини. Зі збільшенням витримки у вакуумі від 4 до 6 h ефект посилюється. *РЕЗЮМЕ*. Исследованы физико-химические характеристики поверхностных упрочненных слоев технически чистого титана BT1-0 после термодиффузионного насыщения азотом в диапазоне температур 650...750°С. Установлено, что азотирование при этих температурах обеспечивает поверхностное упрочнения до 17,0 GPa, а глубину упрочненного слоя – до 80 µm. Показано, что снижение парциального давления азота, применение дополнительного вакуумного отжига обеспечивают эффект смягчения приповерхностного упрочнения титана BT1-0.

SUMMARY. The physicochemical characteristics of surface strengthened layers of commercially pure titanium BT1-0 after thermodiffusion saturation with nitrogen in the temperature range of 650...750°C were investigated. It was determined that nitriding in investigated temperature range provides a level of surface strengthening from 4.5 to 17.0 GPa, and depth of the strengthened layer – from 10 to 80 μ m. It was shown that decrease of the partial nitrogen pressure, use of the additional vacuum annealing provide the effect of softening of the surface strengthening of BT1-0 titanium.

- 1. Biomaterials / Eds.: J. Y. Wong and J. D. Bronzino. Taylor@Francis Grup, 2007. 278 s.
- Эндопротезы суставов человека: Материалы и технологии: Монография / Под ред. Н. В. Новикова, О. А. Розенберга, Й. Галика. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2011. – 528 с.
- 3. *Материаловедческие* и технологические аспекты проектирования высоконагруженных имплантатов из титановых сплавов / В. Н. Карпов, А. М. Мамонов, В. С. Спектор и др. // Титан. 2010. № 3. С. 43–51.
- 4. Иголкин А. И. Титан в медицине (Электр. ресурс) // Титан. 1993. < http://www.titanmet.ru>.
- 5. Биосовместимость титановых сплавов / И. Вегера, А. Гордиенко, Д. Рабуха и др. // Наука и инновации. 2009. № 2 (79). С. 35–41.
- Raimondi M. T. and Pietrabissa R. The in-vito wear performance of prosthetic femoral heads with titanium nitride coating // Biomaterials. – 2000. – № 21. – P. 907–913.
- 7. *Kohlscheen J., Stock H.-R., and Mayr P.* Chemical bonding in magnetron sputtered TiNx coatings and its relation to diamond turnability // Surf. Coat. Technol. 2001. № 142–144. P. 992–998.
- 8. Гольдшмидт Х. Дж. Сплавы внедрения. М.: Мир, 1971. 1. 424 с.
- 9. Погрелюк І. М., Федірко В. М. Фізико-механічний інститут (до 60-річчя з часу заснування) / Під ред. В. В. Панасюка. – Львів: Сполом, 2011. – С. 121–138.
- 10. *Mechanical* properties of surface nitrided titanium for abrasion resistant implant materials / Y. Tamura, A. Yokoyama, F. Watari et al. // Mat. Trans. 2002. № 12 (43). P. 3043–3051.
- Takash O. and Toshiyuki S. Surface Modification of Titanium by Gas Nitriding at Relatively Low Temperatures // J. Mat. Testing Research Association of Japan. – 2000. – № 3(45). – P. 435–440.
- Effect of different Ti–6Al–4V surface treatments on osteqblasts behaviour / C.-H. Ku, D. P. Piolette, M. Browne, P. J. Gregson // Biomaterials. – 2002. – 23. – P. 1447–1454.
- Improvement of titanium alloy for biomedical applications by nitriding and carbonitriding processes under glow discharge condition / E. Czarnowska, T. Wierzchon, A. Maranda et al. // J. Materials Science: materials in medicine. 2000. 11. P. 73–81.
- 14. *Низкотемпературное* ионное азотирование имплантатов из титанового сплава ВТ20 в различных структурных состояниях / А. А. Ильин, С. В. Скворцова, Е. А. Лукина и др. // Металлы. 2005. № 2. С. 38–44.
- 15. Глазунов С. Г., Моисеев В. И. Конструкционные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1974. – 368 с.
- Fedirko V. M. and Pohreliuk I. M. Some approaches to intensification of thermal diffusion saturation of titanium alloys in molecular nitrogen / Nitriding Technology: Theory@Practice // Proc. 9th Int. Seminar Int. Federation for Heat Treatment and Surface Engng. (Ed.: A. Nakonieczny). – Poland, Warsaw: Institute of precision Mechanics, 2003. – P. 197–204.
- High-flux low-energy (~20 eV) N+2 ion irradiation during TiN deposition by reactive magnetron sputtering: Effects on microstructure and preferred orientation / L. Hultman, J.-E. Sundgren, J.E. Greene et al. // J. Appl. Phys. 1995. № 12(78). P. 5395–5404.
- Titanium Alloys Towards Achieving Enhanced Properties for Diversified Applications / Ed.: Akm Nurul Amin. – Croatia: InTech, 2012. – P. 141–174.

Одержано 07.10.2013