

Размерные эффекты трения в чистом титане

В.В. Столяров

ФГБУН «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН»

101990, Россия, Москва, Малый Харитоньевский пер., 4

vlstol@mail.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2024.16.729

Аннотация: Статья посвящена экспериментальному исследованию трибологического поведения без смазки технически чистого титана в специфических условиях, приближенным к фреттингу, отличающихся от традиционных испытаний малой величиной амплитуды и частоты перемещения индентора. Трибологические характеристики износ и коэффициент трения при комнатной и повышенной температуре титана *Grade 4* сравниваются в ультрамелкозернистом (размер зерен $d_g = 0,45$ мкм) и крупнозернистом состояниях ($d_g = 45$ мкм). Показано, что при комнатной температуре уменьшение размера зерен на два порядка кратно увеличивает износ и коэффициент трения. Уменьшение амплитуды смещения от 300 до 50 мкм приближает условия трения к фреттингу и снижает как износ, так и коэффициент трения. Повышение температуры от комнатной до 350°C трансформирует традиционный вид износа в образование окисной пленки и снижает коэффициент трения. Обсуждаются граничные условия возникновения фреттинга и их применимость к наноструктурам.

Ключевые слова: титан, ультрамелкозернистая структура, износ, трение, фреттинг.

1. Введение

Фреттинг-износ считается особым случаем трения двух контактных поверхностей при очень низких амплитуде $< 0,5$ мкм и частоте 0,001 Гц циклических перемещений [1]. При фреттинге контактные поверхности никогда не выводятся из контакта, а, следовательно, продукты разрушения почти не имеют возможности для выхода из зоны образования [2]. Следствием фреттинг-износа является фреттинг усталость, которая приводит к уменьшению усталостной прочности и количества циклов до разрушения на десятки процентов [3, 4]. Научная значимость исследований фреттинг-износа связана с пониманием природы и механизмов трения в условиях низких амплитуд и частот микроперемещений, а также возможностью моделирования процесса износа. В практическом плане, изучение фреттинг-износа важно для соединений, подвергаемых вибрационному износу. К ним относятся места крепления лопаток авиадвигателей, тепловыделяющих элементов в ядерном реакторе, заклепочных и болтовых соединений, подшипников, электрических контактов, зубных имплантатов и других подобных конструкций. Тем не менее, большая часть трибологических исследований все еще выполняется в режиме трения скольжения. Титановые сплавы, вследствие высоких эксплуатационных свойств – низкий удельный вес, высокая коррозионная стойкость, часто используются для подобных конструкций, упомянутых

выше. Однако недостаточно высокая прочность, слабая теплопроводность и высокий коэффициент трения приводят к их высокой чувствительности к фреттинг усталости. Поэтому исследования фреттинг износа титановых сплавов были весьма актуальными, однако выполнены для материалов в традиционном крупнозернистом (КЗ) состоянии [5-8]. Среди многих факторов, влияющих на фреттинг износ, температура испытаний, размер зерен и амплитуда перемещения, видятся наиболее важными при исследовании трения и износа конструкционных материалов. Что касается роли температуры при фреттинге, то исследование двухфазных крупнозернистых титановых сплавов системы $Ti-Sn-Al-Mo-Zr$ в области температур 20-600°C показало, что формирование окисных пленок на поверхности образцов способствует уменьшению коэффициента трения и скорости износа при повышении температуры [1]. Эффект влияния степени дисперсности структуры на трение и износ, особенно в титане и его сплавах, рассмотрен в литературе недостаточно и не касается интервала наноразмеров [9-12]. Было установлено, что во многих случаях поверхностное измельчение структуры или нанопокрyтия повышают износостойкость. Предполагалось, что этот эффект связан в основном с более высокой твердостью поверхности [9]. Работа [10] была одной из первых, в которой авторы для массивного образца титана *Grade 2* показали лучшую износостойкость в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии ($d_g=130$ нм), полученном деформацией кручением, по сравнению с КЗ состоянием. Уменьшение размера зерен до 30 нм в сплаве $TiNi$ методом холодной прокатки в сопровождении импульсного тока также привело к снижению адгезионной составляющей коэффициента трения при всех температурах в интервале 20-800°C [11]. Роль структурного измельчения в область наноразмеров для разных металлов и сплавов была обобщена в обзоре [12]. Отметим, что все приведенные выше исследования титановых сплавов были выполнены при традиционных условиях трения скольжения, далеких от фреттинга. Недавние результаты неожиданно показали, что измельчение структуры методом равноканального углового прессования (РКУП) в случае фреттинг-трения при комнатной температуре повышает износ в УМЗ титане по сравнению с КЗ титаном [13]. Целью настоящей работы было дополнить полученные ранее результаты исследованием влияния температуры при тех же параметрах амплитуды перемещения и размера зерна на фреттинг поведение технически чистого титана.

2. Материал и методика исследования

Материалом исследования служил прутики ($\varnothing 20$ мм) титана *Grade 4* с относительно большим содержанием примеси кислорода (0,34%) и железа (0,3%) в КЗ ($d_g = 45$ мкм, отжиг для снятия напряжений) и УМЗ

($d_g = 0,45$ мкм, после РКУП) состояниях. Из прутков вдоль оси были вырезаны образцы размером $2 \times 6 \times 43$ мм³ для трибологических испытаний. Поверхность образцов была отполирована до шероховатости $R_a \leq 0,15$ мкм.

Измерение микротвердости выполнено на приборе ПМТ-3 при нагрузке 200 г в десяти точках для каждого режима с точностью $\pm 5\%$. Испытания на фреттинг-износ проводили без смазки на универсальном трибометре фирмы *CETR UMT-3M* согласно *ASTM G204-10* с использованием возвратно-поступательного движения в продольном направлении с амплитудой смещения $A = 50$ и 300 мкм и частотой 13 Гц, что соответствовало линейной скорости перемещения индентора 650 мкм/с и 3900 мкм/с. Эксперимент выполняли в течении 128 мин на воздухе, сначала при температуре 20°C, а затем на этих же образцах при 350°C. Общее количество циклов составляло 100000. В качестве контртела использовали шарик $\varnothing 6$ мм из *WC* при нагрузке 3Н. Для воспроизводимости получаемых данных испытание на износ для каждого режима было выполнено в трех разных точках. После каждого испытания морфология мест износа была исследована оптическим методом на микроскопе *Olympus SZ*. Фреттинг поведение оценивалось по зависимостям износа и коэффициента трения от времени, а также по морфологии износа мест контакта.

3. Экспериментальные результаты

Ниже представлены временные зависимости износа и коэффициента трения (см. рис. 1 и рис. 2), а также микротвердость (H_v) и количественные параметры трения титана в КЗ и УМЗ состояниях (см. Таблицу 1).

Особенностью кривых износа и K_{fr} является их быстрый переход в стационарную стадию. Предполагается, что отклонение от подобного поведения для КЗ и УМЗ титана при 20°C и максимальной амплитуде перемещения (см. кривую 2 на рис. 1 а и рис. 2 а) связано с известным для титана явлением налипания на индентор. Это подтверждается максимально высоким значением K_{fr} и периодическим появлением «крупных зубчиков» на кривых при комнатной температуре (см. кривую 2 на рис. 1 б и рис. 2 б). Отметим, что более мелкие зубчики связаны с микрошероховатостью. Влияние амплитуды смещения на износостойкость во всех случаях связано с изменением фактической длины трения и, соответственно, количеством продуктов износа. Наиболее интересные изменения обнаружены в УМЗ титане при повышении температуры - временные зависимости K_{fr} , ведут себя противоположно для разных амплитуд смещения (см. рис. 2 г, кривые 1 и 2).

При нагреве до 350°C и продолжительности испытания более 2 часов несколько факторов действуют разнонаправленно и с разной скоростью: рекристаллизация, сопровождающаяся ростом зерен и уменьшением микротвердости; старение с выделением наночастиц интерметаллидов Ti_2Fe [14] и появлением абразивного трения; окисление поверхности. Первые два фактора должны повышать, а последний фактор снижать K_{fr} . Кроме того, с повышением амплитуды перемещения при постоянной частоте кратно повышается скорость трения. Повышение K_{fr} и пересечение кривых 1 и 2 в середине испытания (см. рис. 2 г) может свидетельствовать о более сильном влиянии твердых наночастиц, фракция которых во времени увеличивается. Определенное влияние имеет и частота процесса удаления окисной пленки и последующего ее восстановления.

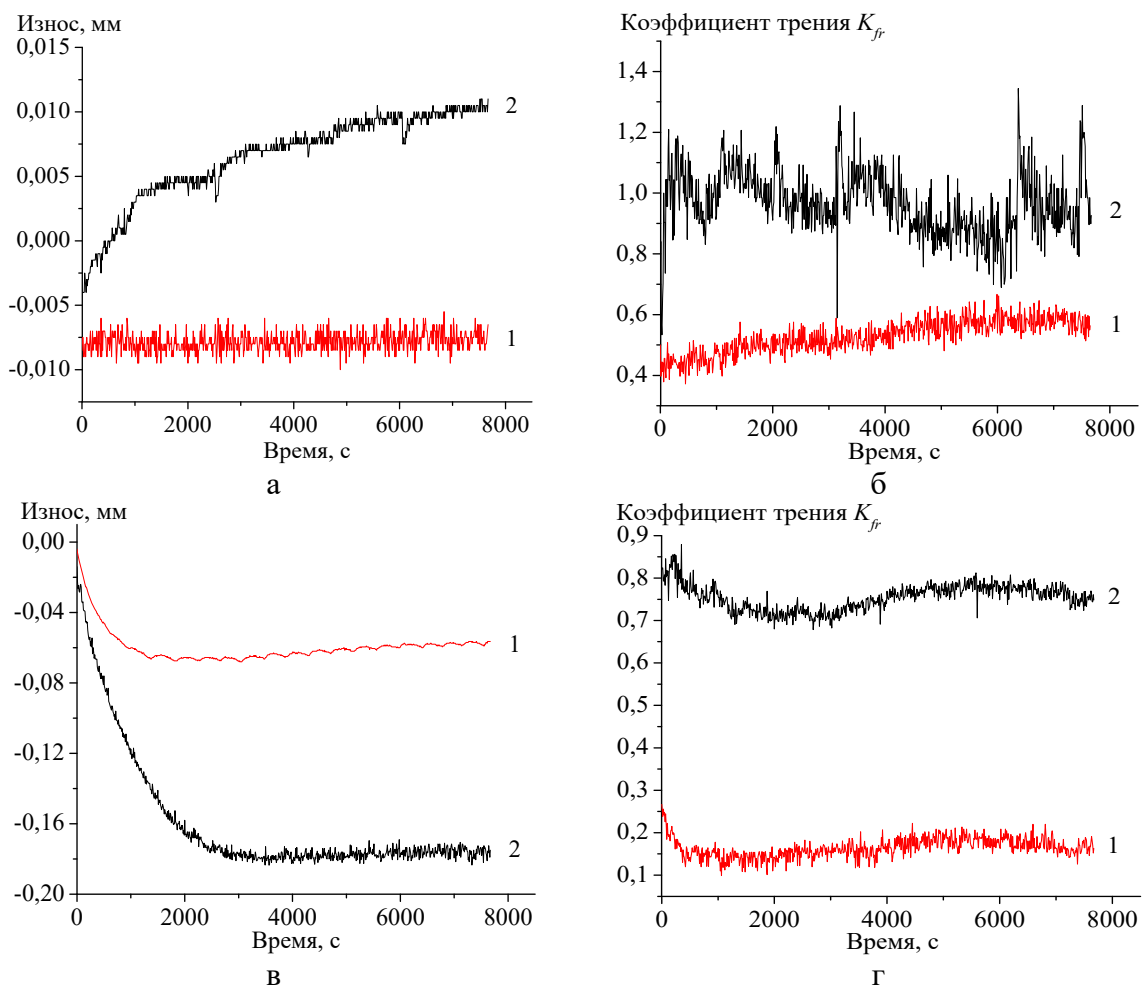


Рис. 1. Зависимость износа (а, в) и коэффициента трения (б, г) от времени для КЗ титана при 20°C (а, б) и 350°C (в, г): 1 – $A = 50$ мкм; 2 – $A = 300$ мкм.

Анализ данных в Таблице 1 показал, что более высокая

микротвердость в УМЗ состоянии по сравнению с КЗ с согласуется с известным правилом Холла-Петча. Для КЗ и УМЗ титана повышение температуры (при постоянной амплитуде перемещения) или увеличение амплитуды перемещения (при постоянной температуре) приводит к многократному повышению износа, смене его знака из положительного в отрицательный и снижению K_{fr} в результате окисления поверхности. Результаты, отмеченные знаком * в Таблице 1, являются исключением, обсуждены выше и требуют специального исследования.

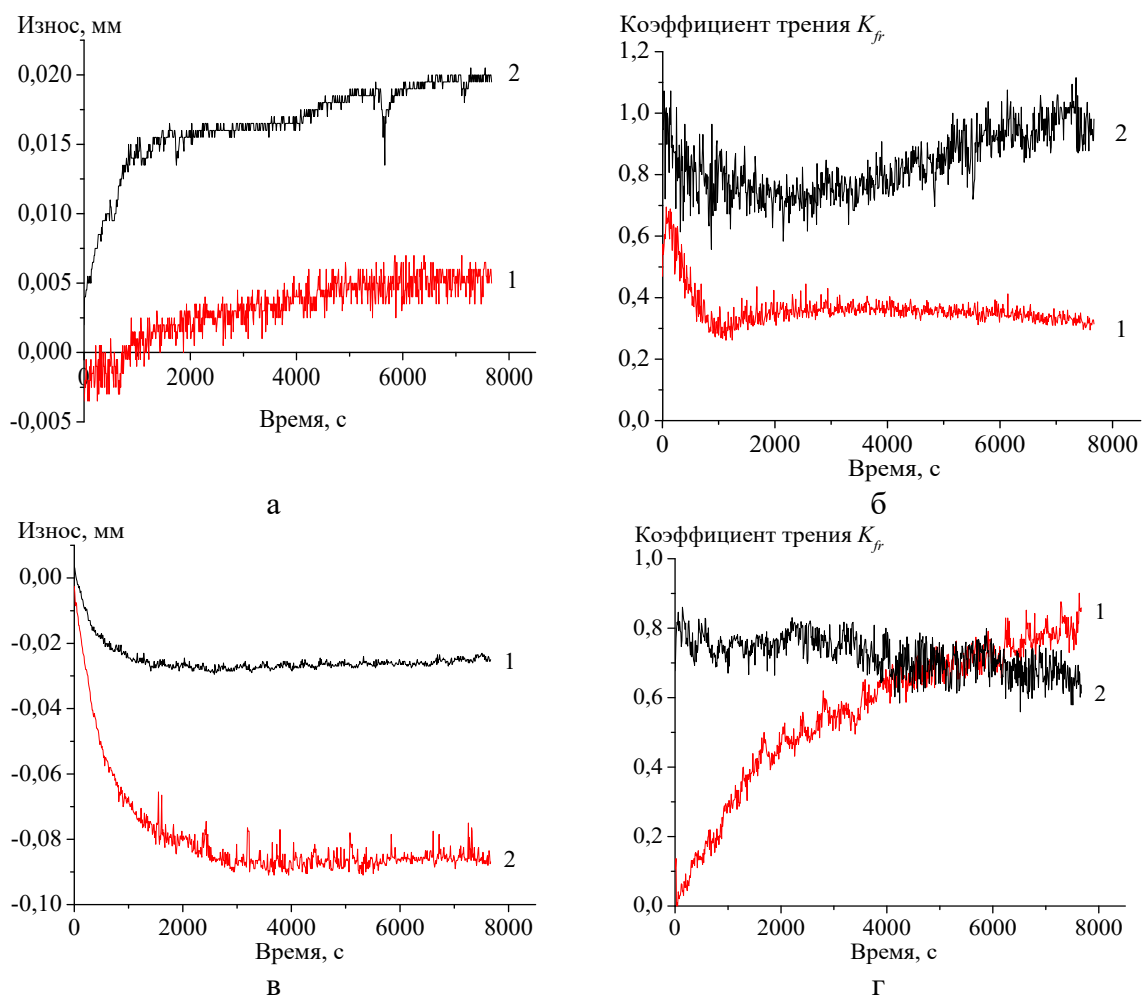


Рис. 2. Зависимость износа (а, в) и коэффициента трения (б, г) от времени для УМЗ титана при 20°C (а,б) и 350°C (в, г): 1 – $A = 50$ мкм; 2 – $A = 300$ мкм.

Таблица 1 Суммарный линейный износ и коэффициент трения титана.

Состояние	H_v , МПа	Амплитуда смещения, мкм	Износ, мкм		K_{fr}	
			20°C	350°C	20°C	350°C
КЗ	2500	50	-7	-56	0,55	0,16
		300	10	-180	1,0	0,75
УМЗ	3300	50	5	-25	0,3*	0,8*
		300	20	-88	1,0	0,6

Для понимания механизма трения и его особенностей в УМЗ и КЗ титане морфология мест контакта образца с индентором была исследована при комнатной и повышенной температурах и некоторые из них показаны на рис. 3.

Вид пятен контакта показывает типичную для фреттинга светлую и темную зоны прилипания в центре картины для КЗ и УМЗ титана, соответственно (см. рис. 3 а, б). В других зонах можно наблюдать следы микроскольжения (см. рис. 3 в) и/или зону выноса частиц (обломков). На рис. 3 в видна картина смешанного режима, при котором фреттинг и трение скольжения сосуществуют. Логически ожидаемым результатом стало повышение среднего радиуса зоны контакта с повышением амплитуды смещения (см. рис. 3 а, в).

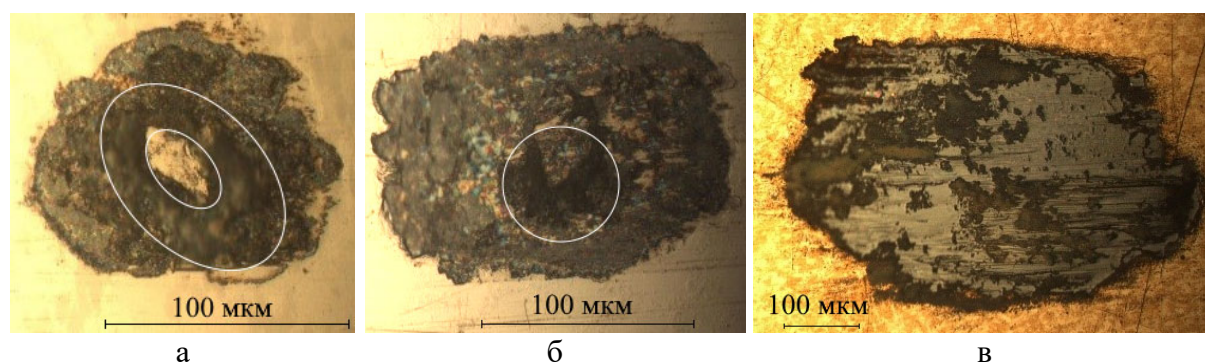


Рис. 3. Морфология мест контакта для КЗ (а) и УМЗ (б, в) титана при 20°C (а, б) и 350°C (в) для различных амплитуд смещения после 10^5 циклов: а, в – $A = 50$ мкм; б – $A = 300$ мкм. Зоны контакта выделены белой линией.

Таблица 2 Соотношение размеров зоны контакта, амплитуды смещения и размера зерен.

Состояние	Размер зерен d , мкм	T , °C	A , мкм	Радиус зоны контакта R , мкм	A/R	A/d	Фреттинг
КЗ	45	20	50	65 ± 10	0,77	1,1	есть
			300	350 ± 5	0,86	7	нет
		350	300	165 ± 30	1,81	7	смешанный
УМЗ	0,45	20	50	62 ± 15	0,77	111	смешанный
			300	400 ± 5	0,75	666	нет
		350	300	250 ± 50	1,2	666	смешанный

Оказалось также, что повышение температуры и, соответственно, степени окисления, резко уменьшает радиус зоны контакта при максимальной амплитуде смещения (см. Таблицу 2). Структурное измельчение слабо повышает радиус зоны контакта при одинаковых условиях испытания.

В Таблице 2 приведены средние значения радиуса R зон контакта, а также приблизительные отношения A/R для всех исследованных состояний титана и режимов испытаний.

В чистом виде фреттинг наблюдался только в КЗ титане при комнатной температуре при $A=50$ мкм (см. Таблицу 2) в области прилипания в центре зоны контакта (см. рис. 3 а). Этот случай соответствует граничному условию $A/R < 1$, являющемуся критерием фреттинга [15]. Во всех остальных случаях он либо отсутствовал, либо сопровождался следами скольжения разной степени интенсивности (смешанный вариант). Отметим, что это единственный вариант, когда размер зерен d и амплитуда смещения A были соизмеримы ($A/d = 1,1$), а механизм трения соответствовал внутризёрённому скольжению.

4. Заключение

- Структурное измельчение в область субмикронных размеровкратно снижает износостойкость и повышает коэффициент трения при комнатной температуре.
- Увеличение амплитуды смещения для всех режимов трения повышает износ и коэффициент трения, что обусловлено повышением пути трения и количеством продуктов износа, а также скоростью трения.
- Повышение температуры трения и связанное с ним поверхностное окисление снижает коэффициент трения, изменяет знак износа с положительного на отрицательный, а вид дорожки трения с углубления на выступ. На характеристики трения при повышенной температуре негативное влияние оказывают структурные изменения, связанные с рекристаллизацией и выделением абразивных наночастиц, особенно в УМЗ состоянии.
- При рассмотрении граничных условий возникновения фреттинг-износа кроме влияния внешних факторов, связанных с температурой, амплитудой смещения, частотой или нагрузкой, необходимо принимать во внимание роль дисперсности микроструктуры и ее соизмеримость с амплитудой смещения.

Автор выражает искреннюю благодарность Горлову Д.С. за помощь в выполнении трибологических испытаний.

Библиографический список:

1. **Waterhouse, R.** Fretting wear / R. Waterhouse // Wear. – 1984. – V. 100. – I. 1-3. – P. 107-118. DOI: 10.1016/0043-1648(84)90008-5.
2. **Waterhouse, R.B.** Fretting corrosion / R.B. Waterhouse // In: International Series of Monographs on Materials Science and Technology. – V. 10. – Oxford: Pergamon Press, 1972. – 253 p.

3. **Mall, S.** Effects of microstructure on fretting fatigue behavior of IN100 / S. Mall, H.-K. Kim, E.C. Saladin, W.J. Porter // *Material Science and Engineering A*. – 2010. – V. 527. – I. 6. – P. 1453-1460. DOI: 10.1016/j.msea.2009.10.068.
4. **Nowell, D.** Recent developments in the understanding of fretting fatigue / D. Nowell, D. Dini, D.A. Hills // *Engineering Fracture Mechanics*. – 2006. – V. 73. – I. 2. – P. 207-222. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2005.01.013.
5. **Zhang, X.** Improvement of the fretting damage resistance of Ti-811 alloy by CuNi multilayer films / X. Zhang, D. Liu, G. Liu et al. // *Tribology International*. – 2011. – V. 44. – I. 11. – P. 1488-1494. DOI: 10.1016/j.triboint.2010.11.005.
6. **Vadiraj, A.** Effect of surface treatments on fretting fatigue damage of biomedical titanium alloys / A. Vadiraj, M. Kamaraj // *Tribology International*. – 2007. – V. 40. – I. 1. – P. 82-88. DOI: 10.1016/j.triboint.2006.02.064.
7. **Fridrici, V.** Fretting wear behaviour of a titanium alloy / V. Fridrici, S. Fouvry, P. Kapsa // In: *Fundamentals of tribology and bridging the gap between the macro- and micro/nanoscales*. NATO science series; ed. by B. Bhushan. – V. 10. – Dordrecht: Springer, 2001. – P. 413-421. DOI: 10.1007/978-94-010-0736-8_29.
8. **Blanchard, P.** Material effects in fretting wear: application to iron, titanium, and aluminum alloys / P. Blanchard, C. Colombie, V. Pellerin et al. // *Metallurgical Transaction A*. – 1991. – V. 22. – I. 7. – P. 1535-1544. DOI: 10.1007/BF02667367.
9. **Zhang, Y.S.** Fretting wear behavior of nanocrystalline surface layer of pure copper under oil lubrication / Y.S. Zhang, Z. Han // *Tribology Letters*. – 2007. – V. 27. – I. 7. – P. 53-59. DOI: 10.1007/S11249-007-9204-2.
10. **Wang, C.T.** Tribology testing of ultrafine-grained Ti processed by high-pressure torsion with subsequent coating / C.T. Wang, N. Gao, M.G. Gee, R.J.K. Wood, T.G. Langdon // *Journal of Materials Science*. – 2013. – V. 48. – I. 13. – P. 4742-4748. DOI: 10.1007/s10853-012-7110-y.
11. **Misochenko, A.A.** Influence of grain size and contact temperature on the tribological behaviour of shape memory Ti_{49.3}Ni_{50.7} alloy / A.A. Misochenko, S.V. Chertovskikh, L. Sh. Shuster, V.V. Stolyarov // *Tribology Letters*. – 2017. – V. 65. – I. 4. – Art. № 131. – 7 p. DOI: 10.1007/s11249-017-0917-6.
12. **Столяров, В.В.** Трибологические аспекты наноструктурных материалов / В.В. Столяров // *Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов*. – 2023. – Вып. 15. – С. 840-850. DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.840.
13. **Pakhomov, M.** Features of wear and friction in titanium / M. Pakhomov, D. Gorlov, V. Stolyarov // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2020. – V. 996. – Art. № 012017. – 5 p. DOI: 10.1088/1757-899X/996/1/012017.
14. **Семенова, И.П.** Формирование ультрамелкозернистых структур и повышенных механических свойств в малолегированных титановых сплавах комбинированными методами интенсивной пластической деформации: дис. ... д-ра техн. наук : 05.16.01 / Семенова Ирина Петровна. – Уфа: Юж.-Ур. гос. ун-т, 2011. – 273 с.
15. **Varenberg, M.** Slip index: a new unified approach to fretting / M. Varenberg, I. Etsion, G. Halperin // *Tribology Letters*. – 2004. – V. 17. – № 3. – P. 569-573. DOI :1023-8883/04/1000-0569/0.

References:

1. Waterhouse R. Fretting wear, *Wear*, 1984, vol. 100, issue 1-3, pp. 107-118. DOI: 10.1016/0043-1648(84)90008-5.
2. Waterhouse R.B. *Fretting corrosion*, International Series of Monographs on Materials Science and Technology, vol. 10. Oxford, Pergamon Press, 1972, 253 p.
3. Mall S., Kim H.-K., Saladin E.C., Porter W.J., Effects of microstructure on fretting fatigue behavior of IN100, *Material Science and Engineering A*, 2010, vol. 527, issue 6, pp. 1453-1460. DOI: 10.1016/j.msea.2009.10.068.
4. Nowell D., Dini D., Hills D.A. Recent developments in the understanding of fretting fatigue // *Engineering Fracture Mechanics*. 2006, vol. 73, issue 2, pp. 207-222. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2005.01.013.
5. Zhang X., Liu D., Liu G. et al. Improvement of the fretting damage resistance of Ti-811 alloy by CuNi multilayer films, *Tribology International*, 2011, vol. 44, issue 11, pp. 1488-1494. DOI: 10.1016/j.triboint.2010.11.005.
6. Vadiraj A., Kamaraj M. Effect of surface treatments on fretting fatigue damage of biomedical titanium alloys, *Tribology International*, 2007, vol. 40, issue 1, pp. 82-88. DOI: 10.1016/j.triboint.2006.02.064.
7. Fridrici V., Fouvry S., Kapsa P., Fretting wear behaviour of a titanium alloy, *Fundamentals of tribology and bridging the gap between the macro- and micro/nanoscales*. NATO science series, ed. by B. Bhushan, vol. 10. Dordrecht, Springer, 2001, pp. 413-421. DOI: 10.1007/978-94-010-0736-8_29.

8. Blanchard P., Colombie C., Pellerin V. et al. Material effects in fretting wear: Application to iron, titanium and aluminum alloys, *Metallurgical Transaction A.*, 1991, vol. 22, issue 7, pp. 1535-1544. DOI: 10.1007/BF02667367.
9. Zhang Y.S., Han Z., Fretting wear behavior of nanocrystalline surface layer of pure copper under oil lubrication, *Tribology Letters*, 2007, vol. 27, issue 7, pp. 53-59. DOI: 10.1007/S11249-007-9204-2.
10. Wang C.T., Gao N., Gee M.G., Wood R.J.K., Langdon T.G. Tribology testing of ultrafine-grained Ti processed by high-pressure torsion with subsequent coating, *Journal of Materials Science*, 2013, vol. 48, issue 13, pp. 4742–4748. DOI: 10.1007/s10853-012-7110-y.
11. Misochenko A.A., Chertovskikh S.V., Shuster L.Sh., Stolyarov V.V. Influence of grain size and contact temperature on the tribological behaviour of shape memory Ti_{49,3}Ni_{50,7} alloy, *Tribology Letters*, 2017, vol. 65, issue 4, art. no. 131, 7 p. DOI:10.1007/s11249-017-0917-6.
12. Stolyarov V.V. Tribologicheskie aspekty nanostrukturnykh materialov [Tribological aspects of nanostructured materials], *Fiziko-khimicheskie aspekty izucheniya klasterov, nanostruktur i nanomaterialov [Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials]*, 2023, issue 15, pp. 840-850. DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.840. (In Russian).
13. Pakhomov M., Gorlov D., Stolyarov V. Features of wear and friction in titanium, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, vol. 996, art. no. 012017, 5 p. DOI: 10.1088/1757-899X/996/1/012017.
14. Semenova I.P. *Formirovanie ul'tramelkozernistykh struktur i povyshennykh mekhanicheskikh svoystv v malolegirovannykh titanovykh splavakh kombinirovannymi metodami intensivnoy plasticheskoy deformatsii* [Formation of ultrafine-grained structures and enhanced mechanical properties in low-alloy titanium alloys by combined methods of intense plastic deformation], Dr. tech. sci. diss.: 05.16.01. Ufa, Ufa State Aviation Technical University Publ., 2011, 273 p. (In Russian).
15. Varenberg M., Etsion I., Halperin G., Slip index: a new unified approach to fretting, *Tribology Letters*, 2004, vol. 17, no. 3, pp. 569-573. DOI: 1023-8883/04/1000–0569/0.

Original paper

Size effects of friction in pure titanium

V.V. Stolyarov

Mechanical Engineering Research Institute of RAS, Moscow, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2024.16.729

Abstract: The article is devoted to an experimental study of the tribological behavior without lubrication of commercial pure titanium under specific conditions close to fretting, which differs from traditional tests by the small amplitude and frequency of indenter movement. Tribological characteristics: wear and the friction coefficient at room and elevated temperatures of Grade 4 titanium are compared in the ultrafine-grained (grain size $d_g = 0,45 \mu\text{m}$) and coarse-grained state ($d_g = 45 \mu\text{m}$). It has been shown that at room temperature, reducing the grain size by two orders of magnitude increases wear and the friction coefficient. Reducing the displacement amplitude from 300 to 50 μm brings the friction conditions closer to fretting and reduces both wear and friction coefficient. An increase in temperature from room temperature to 350°C transforms the traditional type of wear into the formation of an oxide film and reduces the friction coefficient. The boundary conditions for the occurrence of fretting and their applicability to nanostructures are discussed.

Keywords: titanium, ultrafine-grained structure, wear, friction, fretting.

Столяров Владимир Владимирович – д.т.н., профессор, главный научный сотрудник ФГБУН «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН»

Vladimir V. Stolyarov – Dr. Sc., Chief Researcher, Mechanical Engineering Research Institute of the RAS

Поступила в редакцию/received: 10.07.2024; после рецензирования/reviced: 12.08.2024; принята/accepted: 15.08.2024.