

Влияние термоциклирования в диапазоне фазовых превращений B2-B19' на микроструктуру и механические свойства УМЗ сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$

Чуракова А.А.^{1,2†}, Гундеров Д.В.^{1,2}, Лукьянов А.В.², Лебедев Ю.А.¹

¹Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, г. Уфа

²Уфимский Государственный Авиационный Технический Университет, г. Уфа

† hurakova_a@mail.ru

Effect of thermal cycling in the range of B2-B19' phase transformation on the microstructure and mechanical properties of UFG $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ alloy

A.A. Churakova^{1,2†}, D.V. Gunderov^{1,2}, A.V. Lukyanov², Yu.A. Lebedev¹

¹Institute of Molecular and Crystal Physics USC RAS, Ufa

²Ufa State Aviation Technical University, Ufa

Проведено термоциклирование образцов из никелида титана в исходном крупнозернистом (КЗ) состоянии и в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии, полученном методом равноканального углового прессования, через интервалы мартенситных превращений. Обнаружен эффект более интенсивного относительного повышения микротвердости и прочности УМЗ TiNi после термоциклической обработки, а также обнаружено увеличение плотности дислокаций в УМЗ TiNi после ТЦО.

Ключевые слова: никелид титана, термоциклирование, равноканальное угловое прессование, дифференциальная сканирующая калориметрия.

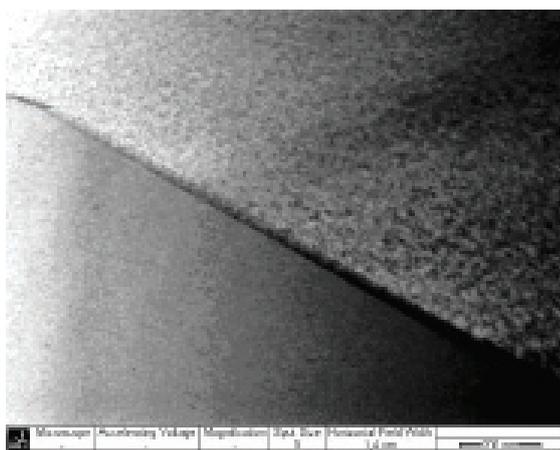
The thermocycling of nickel-titanium samples through the interval of martensitic transformations in the initial coarse-grained (CG) state and in the ultrafine grained (UFG) state, obtained by equal channel angular pressing, was conducted. The effect of a more intense relative increase of microhardness and strength of UFG TiNi after thermocycling treatment was found, and an increased dislocation density in UFG TiNi after thermocycling treatment was observed.

Key words: titanium nickelide, thermocycling, equal channel angular pressing, differential scanning calorimetry.

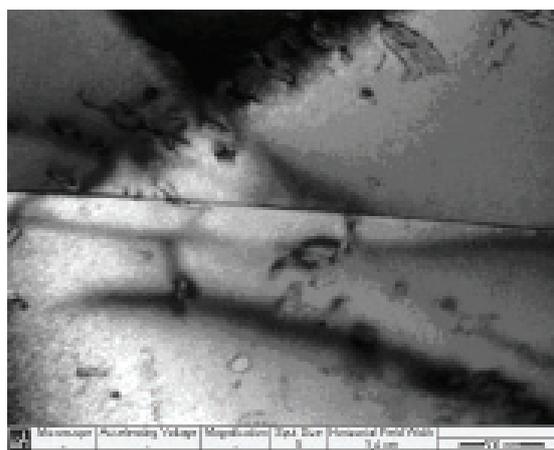
1. Введение

Сплавы TiNi выделяются среди материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ) наибольшими функциональными характеристиками, повышенной прочностью, пластичностью, коррозионной стойкостью, биосовместимостью и т.д. Вследствие этого сплавы TiNi широко используются в технике и медицине [1]. Перспективным направлением повышения служебных свойств сплавов TiNi является создание в них ультрамелкозернистого (УМЗ) и нанокристаллического (НК) состояния методами интенсивной пластической деформации ИПД, в частности, путем равноканального углового прессования (РКУП) [2]. Метод РКУП позволяет получить большеразмерные заготовки сплавов TiNi с УМЗ структурой (размер зерна около 200 нм) и повышенными свойствами – прочностью и пределом текучести до 1300 МПа, реактивным напряжением до 1000 МПа [2]. Еще более значительных характеристик прочности и ЭПФ можно ожидать от

образцов TiNi с НК структурой [3]. Известно, что термоциклирование в области температур превращений B2-B19' несколько увеличивает плотность дислокаций в крупнозернистых (КЗ) сплавах TiNi, но значительно измельчить их структуру не позволяет. Однако известно, что на границах зерен при мартенситных превращениях более интенсивно генерируются дефекты. Соответственно, в сплавах с УМЗ структурой, с высокой плотностью границ зерен, при термоциклировании можно ожидать интенсификации наклепа и в результате – дополнительного измельчения структуры и повышения прочности. Ранее проводилось ограниченное число исследований по влиянию термоциклирования на УМЗ сплавы TiNi [4-6], и влияние термоциклирования на их механические свойства не исследовано. Представленная статья посвящена исследованию влияния термоциклирования на микроструктуру и механические свойства сплава TiNi в УМЗ состоянии.



(а)



(б)

Рис. 1. Структура сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ в состоянии КЗ (а), КЗ+термоциклирование (б).

2. Материал и методика эксперимента

В качестве объекта исследований был выбран сплав $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ российского производства (ЗАО «Промышленный центр МАТЭКС», г. Москва). Сплав $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ имеет при комнатной температуре аустенитную структуру В2 фазы и температуру начала прямого мартенситного превращения несколько ниже комнатной. Предварительно сплав был подвергнут закалке от $800^{\circ}C$ в воду. Цилиндрическая заготовка сплава размерами 20×110 мм была подвергнута 6 циклам РКУП на оснастке с углом пересечения каналов 110° при температуре $450^{\circ}C$ [2]. Образцы в исходном КЗ и УМЗ состояниях подвергались термоциклированию с числом циклов «нагрев – охлаждение» равным 20. Циклы термоциклирования осуществлялись путем охлаждения до температуры жидкого азота ($-196^{\circ}C$) и нагрева до 100° - $150^{\circ}C$, что заведомо ниже и выше температур прямого M_k и обратного A_k мартенситного превращения. Время выдержки при температуре нагрева и охлаждения составило 3 мин.

Тонкую структуру материала наблюдали в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 при ускоряющем напряжении 160 и 200 кВ. Фольги для электронно-микроскопических исследований были получены на установке двусторонней электрополировки «ТепуPol-5» по стандартной методике с помощью электролита $10\%HClO_4 + 90\%CH_3(CH_2)_3OH$ (90% бутанола). Напряжение составляло 50 В.

Анализ температур мартенситных превращений материала был проведен при помощи дифференциального

сканирующего калориметра (ДСК) Diamond Pyris (Perkin Elmer) с приставкой для охлаждения образцов жидким азотом. ДСК проводилось на образцах диаметром 5,8 мм, толщиной 0,12 мм, массой около 20 мг. Анализ производился в интервале температур от -150 до $150^{\circ}C$. Скорости нагрева и охлаждения составляли $20^{\circ}C/мин$.

Механические испытания на растяжение проводились на разрывной машине конструкции ИФПМ УГАТУ, при точности регистрации усилия 5%. Испытания проводились при комнатной температуре на плоских образцах с рабочей базой $1 \times 0,25 \times 3$ мм, со скоростью растяжения $1 \times 10^{-3} c^{-1}$.

3. Результаты и их обсуждение

В исходном КЗ состоянии сплав $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ имеет при комнатной температуре аустенитную структуру с размером зерна около 50 ± 15 мкм. Согласно данным ПЭМ в КЗ состоянии наблюдаются границы зерен, свободные от дислокаций (рис. 1 а). После термоциклирования не происходит значительных изменений в структуре, однако вблизи границ зерен заметно скопление дислокаций, образовавшихся в процессе фазового наклепа (рис. 1 б).

После РКУП формируется однородная фрагментированная структура с размером зерен около 190 ± 6 нм (рис. 2 а). Картина микродифракции представлена набором колец с распределенными по ним точечными рефлексами, некоторые из которых имеют азимутальное размытие, что свидетельствует об увеличении внутренних напряжений и наличии микроискажений в кристаллической решетке, накопленных в сплаве в процессе РКУП.

В результате термоциклирования значительного изменения размера зерна не произошло, однако в структуре наблюдается сложный дифракционный контраст, что может свидетельствовать об увеличении плотности дислокаций.

Результаты исследования температур мартенситных превращений, полученных с помощью ДСК, представлены в табл. 1.

Результаты ДСК свидетельствуют о том, что термоциклирование приводит к понижению температур мартенситных превращений в КЗ и УМЗ состояниях; наиболее значительным является понижение температур M_n , M_k в УМЗ состоянии. Понижение температур мартенситных

Таблица 1.

Температуры прямых и обратных мартенситных превращений В2 \leftrightarrow В19.

Состояние	Температура, $^{\circ}C$			
	Мн	Мк	Ан	Ак
КЗ	-29	-48	-23	-7
КЗ+ТЦ	-32	-60	-41	-20
УМЗ	-23	-47	-11	3
УМЗ+ТЦ	-68	-86	-10	1,5

Таблица 2

Микротвердость сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2} в различных состояниях (в МПа).

Состояние	Исходное	ТЦ
КЗ	2270±70	2620±70
УМЗ	2910±90	3400±80

превращений, по-видимому, обусловлено накоплением дефектов в аустенитной фазе в процессе фазового наклепа, что препятствуют передвижению межфазной границы при мартенситных превращениях.

Микротвердость сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2} в УМЗ состоянии в результате термоциклирования заметно повышается. Прирост микротвердости при термоциклировании УМЗ состояния несколько выше, чем в КЗ состоянии (табл. 2). Это указывает на более интенсивное накопление дислокаций в УМЗ сплаве при термоциклировании.

Результаты механических испытаний на растяжение представлены на рис. 3 в виде условных кривых «напряжение-деформация».

Были определены значения предела прочности (σ_b), предела текучести (σ_s), предела фазовой текучести (σ_m), относительного удлинения до разрушения (δ). В крупнозернистом состоянии предел прочности σ_b сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2} составляет 990 МПа, и он незначительно увеличивается за счет фазового наклепа при термоциклировании. На всех графиках отмечается типичное для КЗ состояния деформационно-индуцированное мартенситное превращение в виде площадки фазовой псевдотекучности. Пластичность в результате термоциклирования незначительно уменьшилась.

Для УМЗ состояния характерны более высокие значения прочности и предела фазовой текучести (соответственно 1400 и 230 МПа), чем в КЗ состоянии. Термоциклирование позволило дополнительно увеличить прочность до 1600 МПа, с небольшим понижением пластичности по сравнению с исходным УМЗ состоянием.

Полученные результаты позволяют сделать вывод о том, что термоциклирование положительно влияет на механические свойства сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2}, так как происходит повышение предела прочности с сохранением высоких показателей относительного удлинения в различных состояниях.

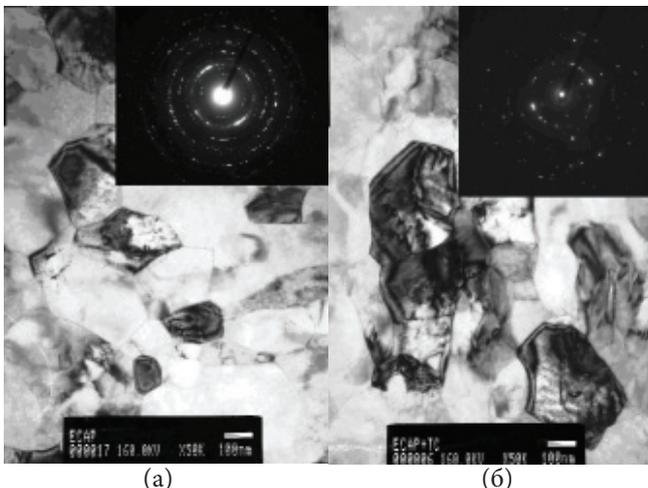


Рис. 2. Микроструктура сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2} в состоянии после РКУП (а) и РКУП+термоциклирование (б).

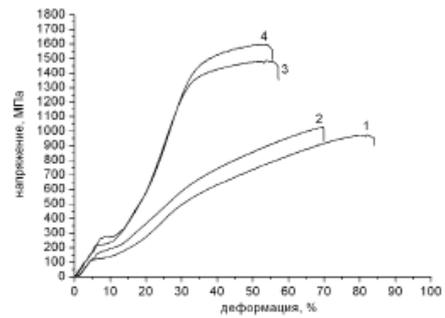


Рис. 3. Условные кривые «напряжение – деформация» сплава Ti_{49,8}Ni_{50,2} в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях: 1-КЗ, 2-КЗ+ТЦ, 3-УМЗ, 4-УМЗ+ТЦ.

4. Заключение

1. В сплаве Ti_{49,8}Ni_{50,2} РКУП и последующее термоциклирование позволяют повысить прочность материала до 1600 МПа за счет накопления дефектов в процессе многократных мартенситных превращений. Данные измерения микротвердости и результаты исследования структуры коррелируют с результатами механических испытаний.

2. Термоциклирование приводит к понижению температур мартенситных превращений, связанному с накоплением дефектов в процессе фазового наклепа.

Работа выполнена в рамках государственного контракта №11.519.11.3016 Федеральной целевой программы и государственного контракта РФФИ №12-02-31367.

Литература

1. Журавлев В.Н., Пушин В.Г. Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине. Екатеринбург: УрО РАН, 2000, 151 С.
2. Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Прокошкин С.Д., Добаткин С.В., Трубицына И.Б., Хмелевская И.Ю., Пушин В.Г., Валиев Р.З. Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в сплавах TiNi, полученных равноканальным угловым прессованием. ФММ, 2005, Т.100, № 6, С. 91-102.
3. Гундеров Д.В., Куранова Н.Н., Лукьянов А.В., Укусников А.Н., Прокофьев Е.А., Юрченко Л.И., Валиев Р.З., Пушин В.Г. Применение интенсивной пластической деформации кручением для формирования аморфного и нанокристаллического состояния в большеразмерных образцах сплава TiNi. ФММ, 2009, Т.108, С. 139-146.
4. Babicheva R.I. Sharipov I.Z., Mulyukov Kh.Ja. Influence of Thermal Cycling on Dilatation and Electrical Resistance of Ti – 49.8 at. %Ni Alloy After Hot Rolling. NanoSPD Materials Science Forum Vols., 2011, V. 667 – 669, P. 985-990
5. Kockar B., Karaman I., Kim J.I., Chumlyakov Y.I., Sharp J., Yu C.-J. (Mike) Thermomechanical cyclic response of an ultrafine-grained NiTi shape memory alloy. Acta Materialia, 2008, A.56, P. 3630 – 3646.
6. Бабичева Р.И., Мулюков Х.Я. Влияние термоциклирования на фазовые превращения в сплаве Ti-49,8%Ni, деформированном при 200 и 600оС. Письма о материалах, 2011, Т. 1, С. 156-161