

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСУБЗЕРЕННОЙ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУР В ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННЫХ СПЛАВАХ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ Ti-Ni И Ti-Nb

Прокошкин С. Д.¹, Браиловский В.², Короткицкий А. В.¹, Инаекян К. Э.², Глезер А. М.³, Дубинский С. М.^{1,2}, Шереметьев В. А.¹

¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, prokoshkin@tmo.misis.ru

²Ecole de Technologie Superieure, Montreal, Canada, vbrailovski@etsmtl.ca

³Институт металловедения и физики металлов им. Г.В.Курдюмова ЦНИИЧМ им. И.П.Бардина, Москва, Россия, a.glezer@mail.ru

Применение к сплавам с памятью формы (СПФ) на основе никелида титана схемы термомеханической обработки (ТМО), включающей интенсивную пластическую деформацию (ИПД, истинная деформация $e = 1.5-2$) прокаткой и последеформационный отжиг (ПДО), приводит к формированию нанокристаллической структуры (НКС) [1-3]. При оптимальном размере нанокристаллов – 40–80 нм реализуется комплекс основных функциональных свойств СПФ (комбинация реактивного напряжения и полностью обратимой деформации), значительно превосходящий достигаемый за счет «лучшей» традиционной ТМО, включающей умеренную пластическую деформацию ($e=0.3-0.5$) и формирующей в результате ПДО полигонизованную (в т.ч. «наносубзеренную», НСС) дислокационную субструктуру (ПСС) в аустените [1-3]. В то же время многоцикловые термомеханические испытания СПФ Ti-Ni по схемам: «многократное свободное восстановление формы», «многократное восстановление формы под постоянной нагрузкой», «многократная генерация-релаксация реактивного напряжения» и «многократное сверхупругое механоциклирование», показали, что преимущество НКС сохраняется при небольшом числе циклов (примерно до $N = 100$); при дальнейшем увеличении числа циклов степень исходной деформации, оптимальная с точки зрения усталостных функциональных характеристик, постепенно уменьшается до $e = 0.75-1.0$ [4], чему соответствует формирование при ПДО смеси НКС+НСС в аустените [1,2].

СПФ на основе систем Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr обладают не столь высокими функциональными свойствами, как традиционные СПФ на основе Ti-Ni, но при этом не содержат токсичных компонентов. Поэтому они рассматриваются как перспективные материалы для медицинских имплантов, биомеханически и биохимически совместимых с костными тканями [5,6]. Применение ТМО к этим сплавам также эффективно и при определенных режимах ПДО позволяет реализовать весьма низкий модуль Юнга и сверхупругое поведение.

В этой связи представляет интерес систематическое изучение структуры и субструктуры СПФ Ti-Ni и Ti-Nb-Ta,Zr, формирующейся в аустените (B2-фазе Ti-Ni, β -фазе Ti-Nb-Ta,Zr) в результате ПДО после холодной деформации на разные степени, т.е., в том состоянии, которое определяет конечные функциональные свойства. В настоящей работе исследовали сплавы Ti-50.26Ni и Ti-20.8Nb-5.5Zr (ат. %). Образцы сплава Ti-Ni в виде проволоки диаметром 1 и 2.5 мм закаливали в воде от 700°C (контрольная обработка, рекристаллизованное состояние аустенита) и прокатывали в холодную с истинными степенями деформации $e = 0.25-1.9$ затем проводили ПДО при 400 и 450°C, 1 ч. Образцы сплава Ti-Nb-Zr в виде пластин размером 2x6x(30-50) мм закаливали от 900°C в воде, после чего прокатывали в холодную до $e = 0.28$ и 2.0. ПДО проводили при температурах 450, 500, 550, 600 и 750°C, 1 ч. Рентгенографическое исследование проводили на дифрактометрах “PANalytical X’pert Pro” и ДРОН-3, электронно-микроскопическое исследование – на микроскопах “JEOL-2100” и “Tesla BS-540”.

Умеренная холодная пластическая деформация ($e = 0.3$) прокаткой сплава Ti–50.26%Ni приводит к формированию развитой дислокационной субструктуры мартенсита и аустенита. При этой степени деформации уже появляются отдельные наноразмерные фрагменты и зерна. При дальнейшем увеличении степени деформации до $e = 1.9$ области с развитой дислокационной субструктурой постепенно почти полностью заменяются смешанной нанокристаллической и аморфной структурой. Отжиг сплава Ti–50.26Ni при 400°C после умеренной деформации приводит к формированию наносубзеренной полигонизованной субструктуры аустенита, наследуемой при охлаждении R-фазой и B19'-мартенситом (рис. 1а). С ростом исходной степени деформации полигонизованная субструктура постепенно заменяется нанокристаллической структурой аустенита, которая при исходной деформации $e = 1.5$ и выше становится основной структурной составляющей после отжига при 400°C (рис. 1б). Доли полигонизованной субструктуры и нанокристаллической структуры после отжига при 400°C в случае исходной деформации $e = 0.75 \dots 1.0$ примерно одинаковы. При этом области с полигонизованной субструктурой субмикронного размера чередуются с областями нанокристаллической структуры. Повышение температуры ПДО с 400 до 450°C приводит к росту зерен нанокристаллической структуры примерно в два раза, но они не выходят из наноразмерного диапазона. Результаты рентгенографического исследования согласуются с данными электронномикроскопического анализа. Ширина рентгеновской линии аустенита $\{110\}B2$ при ПДО до 500°C после всех исходных деформаций остается значительно большей, чем после контрольной закалки, что свидетельствует о сохранении высокой концентрации дефектов решетки в аустените.

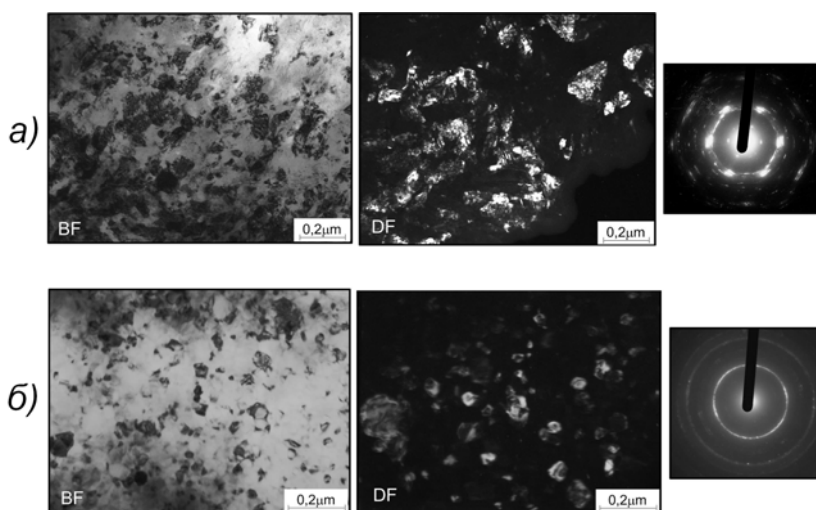


Рис. 1. Структура сплава Ti–50.26%Ni после холодной деформации и отжига при 400°C (светлое поле, темное поле, электронная дифракция). а – исходная $e = 0.3$, б – $e = 1.9$.

Холодная деформация сплава Ti–Nb–Zr приводит к формированию в β -аустените развитой дислокационной субструктуры, а в случае интенсивной деформации ($e=2$) – и нанокристаллической структуры. Аморфизация структуры при этом, в отличие от сплавов Ti–Ni, не происходит. После ПДО при 450°C существенных изменений в дислокационной субструктуре не происходит. В ходе ПДО при 500°C после умеренной деформации ($e = 0.28$) формируется полигонизованная субструктура (ПСС) («наносубзеренная»: размер субзерен 20–100 нм), подобная показанной на рис. 1а. При повышении температуры ПДО до 550°C субзерна растут, оставаясь в наноразмерном диапазоне (50–150 нм), а после ПДО при 600°C их размер увеличивается до 200–500 нм. После ПДО при 750°C структура β -фазы рекристаллизованная. ПДО при 500°C после интенсивной деформации формирует смешанную наносубзеренную + нанокристаллическую структуру (рис. 2). После ПДО при 550°C и затем 600°C характер структуры не изменя-

ется, но размер зерен НКС и субзерен ПСС увеличивается и при 600°C выходит из нано-диапазона. Ширина рентгеновской линии $\{110\}\beta$ после ПДО при 450°C изменяется мало, при дальнейшем повышении температуры ПДО она резко уменьшается, после ПДО при 600°C приближается к уровню контрольной закалки, а после ПДО при 750°C достигает его, что согласуется с изменением дефектности решетки, выявляемой электронномикроскопически.

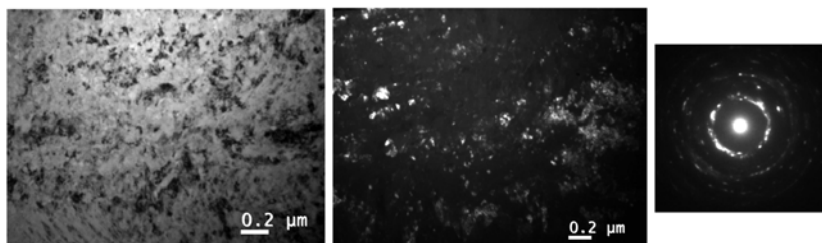


Рис. 2. Структура сплава Ti–20.8Nb–5.5Zr после деформации $e = 2.0$ и отжига 500°C.

Выводы

- В СПФ Ti–50.26%Ni при отжиге (400°C) после умеренной деформации ($e = 0.3$) формируется наносубзеренная полигонизованная субструктура, а после интенсивной деформации ($e = 1.5–1.9$) – нанокристаллическая структура. В результате ПДО после деформации с промежуточными степенями ($e = 0.75–1.0$) формируется смешанная наносубзеренная + нанокристаллическая структура в примерно одинаковом количестве. Размеры зерен и субзерен остаются в нано-диапазоне при ПДО до 450°C.

- СПФ Ti–20.8Nb–5.5Zr в ходе холодной деформации, в отличие от сплавов Ti–Ni, не аморфизуется, процессы последеформационного разупрочнения в нем развиваются медленнее, чем в сплаве Ti–Ni. Полигонизация после умеренной деформации ($e=0.28$) происходит при ПДО выше 450°C. После ПДО при 500°C формируется наносубзеренная полигонизованная субструктура, после ПДО при 550 °C размер субзерен растет, достигая границы нано- и субмикро-диапазонов, а после ПДО при 600 °C выходит из нано-диапазона. Рекристаллизация развивается при ПДО выше 600°C. Отжиг после ИПД ($e=2$) приводит к формированию смешанной наносубзеренной и нанокристаллической структуры. С повышением температуры отжига зерна и субзерна в этой структуре растут, выходя в субмикро-диапазон при 600°C.

Настоящее исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ, Natural Science and Engineering Research Council of Canada.

Список литературы

1. Прокошкин С.Д., Браиловский В., Хмелевская И.Ю. и др. //МиТОМ. – 2005. - №5. – С. 24-29.
2. Brailovski V., Prokoshkin S.D., Inaekyan K.E. et al // Mater. Trans. JIM. – 2006. – V. 47. – No. 3. – P.795-804.
3. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Inaekyan K.E. et al //Mater. Sci. Eng. A. – 2008. – V. 481-482. – P.114-118.
4. Demers V., Brailovski V., Prokoshkin S., Inaekyan K. //Mater. Sci. Eng. A. – 2009.- V. 513-514. – P.185-196.
5. Kim H.Y., Ikehara Y., Kim J.I. et al //Acta Mater. – 2006. – V. 54. – P.2419-2429.
6. Miyazaki S., Kim H.Y., Hosoda T. //Mater. Sci. Eng. A. – 2006. – V. 438-440. – P. 18-24.