

ИЗМЕНЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДИАГРАММЫ «ДЕФОРМАЦИЯ – РАЗГРУЖЕНИЕ» ПРИ СВЕРХУПРУГОМ МЕХАНОЦИКЛИРОВАНИИ СПЛАВА Ti–50,6ат.%Ni С РАЗНОЙ ИСХОДНОЙ СТРУКТУРОЙ

Инаескин К. Э., Коротичкий А. В., Прокошкин С. Д., Браиловский В.*,
Дубинский С. М.

*Московский институт стали и сплавов, Москва,
Высшая технологическая школа, Монреаль, Канада
prokoshkin@tmo.misis.ru*

Введение

Создание качественно новых устройств, действующих на основе эффекта памяти формы и сверхупругости, требует непрерывного повышения комплекса функциональных свойств сплавов Ti–Ni. Управление функциональными свойствами сплавов с памятью формы (СПФ) на основе Ti–Ni (никелид титана, нитинол) эффективно осуществляется методами термомеханической обработки (ТМО). Создавая с помощью ТМО развитую дислокационную субструктуру (как правило, полигонизованную), можно регулировать свойства СПФ Ti–Ni в широких пределах [1, 2].

Перспективным направлением с точки зрения повышения функциональных свойств СПФ является использование сплавов Ti–Ni в субмикрористаллическом и нанокристаллическом состояниях [3, 4]. В частности, в результате НТМО прокаткой с интенсивной пластической деформацией (истинная деформация $\epsilon > 1$) и последеформационными отжигами формируется рекордный комплекс функциональных свойств СПФ Ti–Ni [4–6].

В то же время, функциональные свойства, связанные со сверхупругим поведением СПФ Ti–Ni в ультрамелкозернистом состоянии, и их изменение в ходе сверхупругого механоциклирования, до сих пор не изучены.

В связи с этим, целями исследований на данном этапе работы было провести систематическое изучение сверхупругого поведения при сверхупругом механоциклировании сплава Ti–Ni и ультрамелкозернистой структурой, возникающей в результате НТМО с ЦДО в широком интервале температур.

Материал и методики исследования

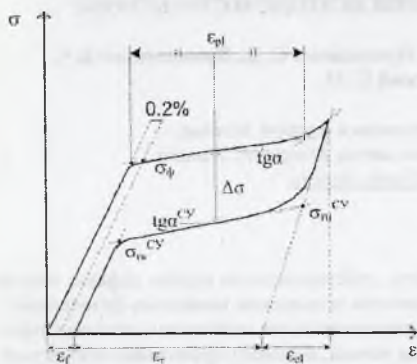
Исследовали сплав Ti–50,6ат.%Ni, характеристические температуры мартенситных превращений которого после закалки от 800 °С составляют: $M_s = 4$, $M_f = -6$, $A_s = 21$, $A_f = 37$ °С.

Исходную закаленную от 800 °С проволоку диаметром 1 мм подвергали низкотемпературной ТМО (НТМО) прокаткой при комнатной температуре. Истинная деформация составила $\epsilon = 1,55$ (по уменьшению диаметра проволоки). ЦДО проводили в интервале температур 350–500 °С, 1 ч и при 700 °С, 30 мин (последняя обработка представляет собой обычную закалку и служит в качестве контрольной обработки).

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии на установке “Perkin Elmer” изучали последовательность и характеристические температуры мартенситных превращений при скоростях нагрева и охлаждения 10 °С/мин.

Механические испытания сплава Ti–50,6%Ni, подвергнутого НТМО, $\epsilon = 1,55$ с последеформационными отжигами в интервале 350–700 °С, проводили при температурах –18 °С и 25 °С. Диаграммы «деформация–разгрузка» получали в ходе сверхупругого механоциклирования образцов при температурах 40, 55, 70 °С (в зависимости от

режима НТМО+ИЦО) на базе 600–1000 циклов образцов в климатической камере испытательной машины Endura ТЕС. Сверхупругое механоциклирование проводили в



пределах удлинения, достигнутого в первом механоцикле (6,5–7%). Из полученных диаграмм определяли фазовый предел текучести аустенита σ_{ϕ} , максимальное напряжение сверхупругого возврата σ_{gr}^{cu} , протяженность ϵ_{pl} и наклон площадки текучести $tg\alpha$, механический гистерезис $\Delta\sigma$, обратимую сверхупругую деформацию ϵ_r и остаточную деформацию ϵ_r как показано на рис. 1.

Рис. 1. Схема определения параметров диаграммы «деформация-разгрузка»

Результаты исследований

Для выбора температуры сверхупругого механоциклирования необходимо знать закономерности изменения температур мартенситных превращений (M_s , M_{50} , A_s , A_{50}) в зависимости от температуры последеформационного отжига. Понижение температуры последеформационного отжига, а следовательно, и размера зерен, приводит к подавлению $B2$ (R) \rightarrow $B19'$ превращения. Превращение $B2 \rightarrow R$ при этом стабилизируется, $R \rightarrow B19'$ превращение смещается ко все более низким температурам.

В работе [6] было показано, что интенсивная пластическая деформация сплава Ti–50,7%Ni (НТМО, $e = 1,7$) приводит к формированию смешанной аморфно-нанокристаллической структуры аустенита. При последеформационном отжиге (ИЦО) до 350 °С происходит нанокристаллизация аморфной структуры (размер зерен аустенита составляет 10–25 нм). При дальнейшем повышении температуры отжига до 400 °С средний размер зерен достигает 26 нм, до 450 °С – 34 нм, 500 °С – 110 нм. Поскольку сплавы Ti–50,6%Ni и Ti–50,7%Ni близки по составу и оба стареющие, закономерности изменения их структуры при отжиге после НТМО можно считать одинаковыми, и эти размеры можно считать ориентировочными для сплава Ti–50,6%Ni, отожженного после ИИД при соответствующих температурах. Т.е. после ИИД и ИЦО при температуре 450 °С и ниже структура сплава Ti–50,6%Ni относится к разряду нанокристаллической, а при 500 °С – уже к субмикроструктурной. В закаленном состоянии после отжига при 700 °С размер зерна составляет 3000–8000 нм.

Предварительные механические испытания при разных температурах после НТМО и отжигов показали, что сверхупругость проявляется во всех изучаемых структурных состояниях, кроме закаленного (НТМО + 700 °С). В последнем случае эффект мал, и эта обработка в дальнейшем не рассматривается.

На основании калориметрического исследования и механических испытаний были выбраны температуры для проведения сверхупругого механоциклирования сплава Ti–50,6%Ni. Они составили: для режима $e = 1,55 + 350^\circ\text{C} - 40^\circ\text{C}$; для режимов $e = 1,55 + 400^\circ\text{C}$ и $e = 1,55 + 450^\circ\text{C} - 40$ и 55°C ; для режима $e = 1,55 + 500^\circ\text{C} - 55$ и 70°C .

На рис. 2 приведены примеры диаграмм «деформация-разгрузка», полученных при разных температурах после разных термомеханических обработок.

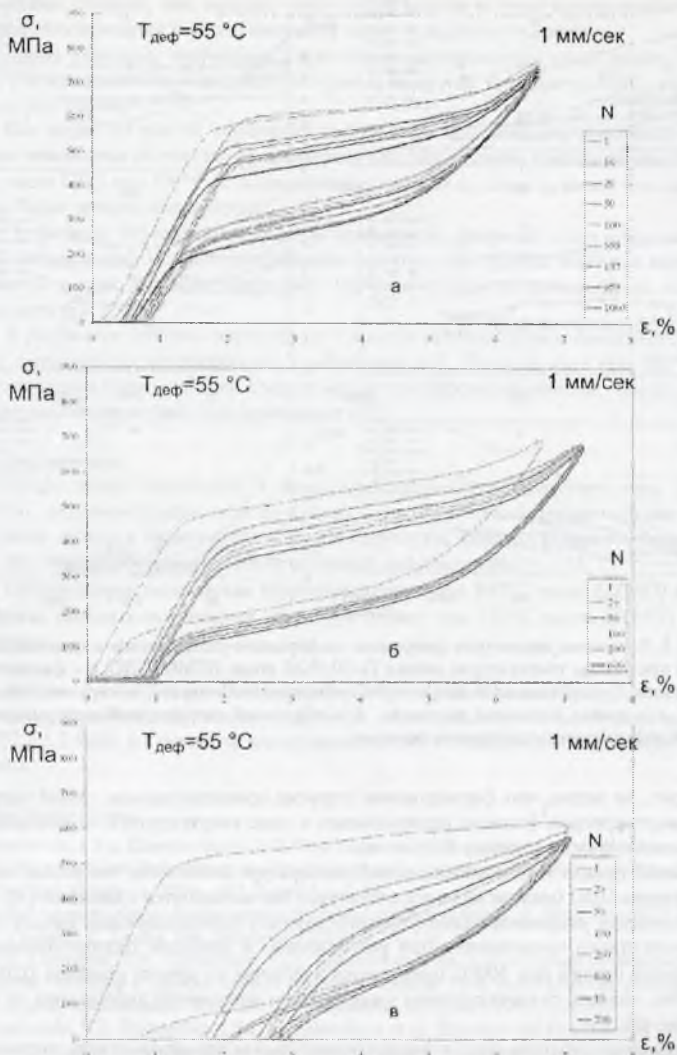


Рис. 2. Диаграммы сверхупругого механоциклирования при температуре 55°C сплава Ti-50,6%Ni после НТМО, $e = 1,55$ и отжига при температурах: 400 (а), 450 (б), 500°C (в)

На рис. 3 представлены результаты обработки первичных диаграмм деформации: закономерности изменений параметров диаграмм сверхупругого механоциклирования

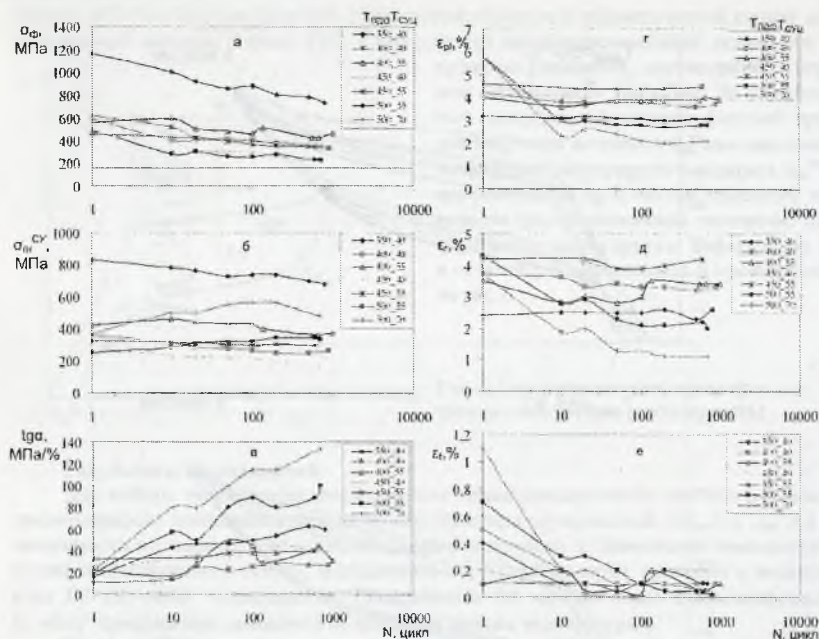


Рис. 3. Изменение параметров диаграммы «деформация–разгрузка» в ходе механоциклирования при разных температурах сплава Ti–50,6%Ni после НТМО+ЦДО: *а* – фазового предела текучести, *б* – критического напряжения сверхупругого возврата, *г* – наклона площадки текучести, *д* – длины площадки текучести, *е* – обратимой сверхупругой деформации, *е* – остаточной деформации сверхупругого возврата

Из рис. 3*а* видно, что формирование упругих ориентированных полей напряжений при мартенситных фазовых превращениях в ходе сверхупругого механоциклирования понижает фазовый предел превращения.

Фазовый предел текучести при одной температуре испытания, тем выше, чем ниже температура ЦДО (мельче зеренная структура), что согласуется с данными [4].

Критическое напряжение сверхупругого возврата (соответствующее началу обратного мартенситного превращения при разгрузке) в наиболее разупроченном состоянии после отжига при 500°C повышается в отличие от других режимов ЦДО (см. рис. 3*б*). Это, видимо, связано с резким уменьшением наведенной деформации от цикла к циклу (см. рис. 2*а*).

В ходе сверхупругого механоциклирования наклон площадки текучести увеличивается (см. рис. 3*в*). При этом, чем меньше упрочнен сплав (крупнее зерно), тем больше интенсивность увеличения наклона площадки текучести (исключение составляет отжиг при 350°C).

Наклон площадки, связанной с обратным мартенситным превращением при разгрузке, изменяется по тем же закономерностям.

Механический гистерезис сверхупругой петли $\Delta\sigma$ уменьшается в ходе механоциклирования причем наиболее быстро в наименее упрочненном состоянии после ЦДО при 500°C (см. рис. 2).

Таким образом, чем меньше упрочнение сплава за счет измельчения зерна, тем сильнее сплюсчивается и разворачивается вверх «сверхупругая петля».

Длина площадки текучести ϵ_{pl} при механоциклировании после отжига при 500°C резко уменьшается в первом цикле, в отличие от других температур ПДО, когда ϵ_{pl} стабильна (см. рис.3з).

Как видно из рис.3д, обратимая деформация при сверхупругом восстановлении формы изменяется по тем же закономерностям, что и длина площадки текучести. При этом после ПДО при 500°C установившееся значение ϵ_r , как и ϵ_{pl} ниже, чем после отжига при более низких температурах.

Остаточная деформация, имеющая наибольшие значения после отжига при 500°C, уменьшается в ходе механоциклирования (см. рис. 3е), причем наиболее интенсивно в первых 10 циклах, а дальше постепенно стабилизируется на уровне, более высоком после отжига при 500°C.

В результате степень сверхупругого восстановления формы повышается с ростом числа сверхупругих механоциклов, приближаясь к 1. После отжига при 500°C степень восстановления формы на всех стадиях механоциклирования меньше, чем после отжига при других температурах, и не превышает 0,95.

Заключение

Оптимальной структурой в отношении параметров сверхупругости сплава Ti–50,6%Ni, не демонстрирующего отчетливо сверхупругое поведение в крупнозернистом состоянии является нанокристаллическая структура, формирующаяся в результате отжига при 400–450°C после НТМО с истинной деформацией $\epsilon = 1,55$.

Субмикрокристаллическая структура (отжиг при 500°C после НТМО) и чрезмерно мелкая нанокристаллическая структура (отжиг при 350°C после НТМО) менее эффективны.

Работа проведена при финансовой поддержке Федерального агентства по образованию, программа «Развитие научного потенциала высшей школы, проект №РНИ.2.1.2.6604, и Совета по исследованиям в области естественных наук и техники Канады.

Список литературы

1. Brailovski, I.Yu. Khmelevskaya, S.D. Prokoshkin et al. Foundations of heat and thermomechanical treatments and their effects on the structure and properties of titanium nickelide-based alloys. *Phys.Met.Metallogr.*, 2004, v.97, Suppl. 1, p.3-55.
2. Shape memory alloys: fundamentals, modeling and applications. V. Brailovski, S.D. Prokoshkin, P. Terriault, F. Trochu, Eds. Montreal: ETS Publ., 851 p.
3. В.В. Столяров, Е.А. Прокофьев, С.Д. Прокошкин и др. Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в сплавах TiNi, подвергнутых равноканальному угловому прессованию. *Физ. мет. и металловед.*, 2005, т.100, №6, с.91-102.
4. Brailovski, S.D. Prokoshkin, I.Yu. Khmelevskaya et al. Structure and Properties of the Ti-50.0at% Ni Alloy After Strain Hardening and Nanocrystallizing Thermomechanical Processing. *Materials Trans. JIM*, 2006, v.47, No.3, p.795-804.
5. С.Д. Прокошкин, В. Браиловский, И.Ю. Хмелевская и др. Создание субструктуры и наноструктуры при термомеханической обработке и управление функциональными свойствами Ti – Ni -сплавов с эффектом запоминания формы. – *МиТОМ*. – 2005. – №5. – с. 24-29.
6. S.D. Prokoshkin, V. Brailovski, K.E. Inaekyan et al. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti-Ni shape memory alloys. *Mater. Sci. Eng. A*, 2007, in press.