

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.

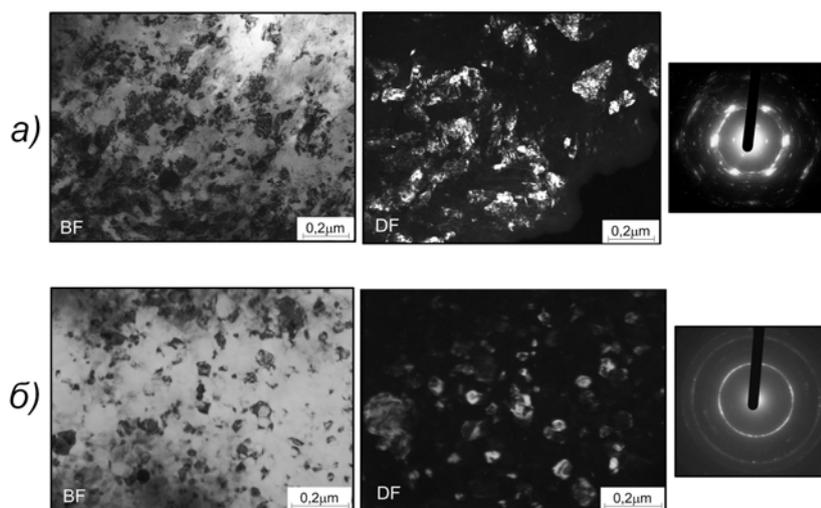


Рис. 1. Структура сплава Ti–50.26%Ni после холодной деформации и отжига при 400°C (светлое поле, темное поле, электронная дифракция). а – исходная $e = 0.3$, б – $e = 1.9$.

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.

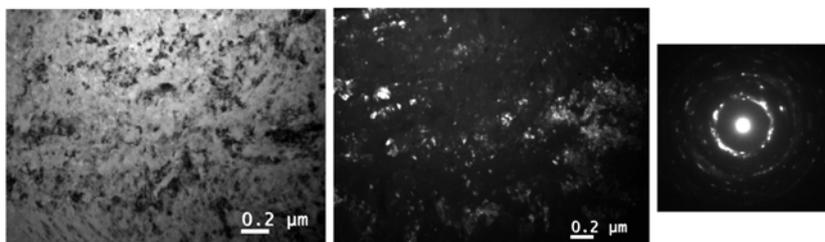


Рис. 2. Структура сплава Ti–20.8Nb–5.5Zr после деформации $e = 2.0$ и отжига 500°C.

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.