

¹Институт физики молекул и кристаллов – обособленное структурное подразделение Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук, г. Уфа, Россия

²Уфимский университет науки и технологий, г. Уфа, Россия

³Уфимский государственный нефтяной технический университет, г. Уфа, Россия

АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ Ti_{49,0}Ni_{51,0} ПРИ МНОГОКРАТНЫХ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ И ОТЖИГАХ

Сплавы с памятью формы (СПФ) часто используются в качестве рабочих элементов приводов благодаря их уникальной способности восстанавливать деформацию и генерировать напряжения [1]. Термоциклическая стабильность свойств СПФ зависит от химического состава [2-4], предела текучести [5,6]. Результаты, полученные в работе [7-8] говорят о том, что параметры решетки мартенсита стареющего сплава Ti-50,7 ат.%Ni смещаются к параметрам эквиатомного сплава Ti-50,0 ат.%Ni при комнатной температуре вследствие изменения химического состава твердого раствора сплава TiNi при выделении фазы Ti₃Ni₄, то есть при обеднении твердого раствора никелем. Данная работа посвящена изучению данного подхода при старении как в низкотемпературной области, так и в области классического старения и сравнению старения в сплаве TiNi без термоциклирования.

В качестве материала исследования был выбран двухкомпонентный сплав Ti_{49,0}Ni_{51,0}, имеющий при комнатной температуре структуру аустенита B2. Для формирования твердого раствора на основе TiNi проводилась закалка сплава из области гомогенности (от 800 °С) в воду. Средний размер зерна закаленного сплава составил 50±3 мкм. Термоциклирование образцов в различных исходных состояниях проводили следующим образом: образцы последовательно погружали в жидкий азот (-196 °С), затем нагревали до температуры 150 °С, что фактически ниже и выше температур M_n прямого и A_k обратного мартенситного превращения. Количество термоциклов нагрева-охлаждения колебалось от 0 до 100.

Тонкую структуру материала изучали при комнатной температуре на просвечивающем микроскопе JEOL JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Образцы в виде тонких фольг, вырезанных методом электроэрозионной резки, изготавливали двухсторонней струйной электролитической полировкой на установке «Тепурол-5» в растворе 10 % хлорной кислоты и 90 % бутанола. Механические испытания на растяжение малых плоских образцов проводились при комнатной температуре со скоростью деформации 1*10⁻³ с⁻¹ на Instron 5982

(ЦКП «Нанотех» ФГБОУ ВО «УУНиТ»). Термообработку проводили в печи Nabertherm в диапазоне температур старения 250-500 °С с выдержкой 1 час при каждой температуре.

В исходном состоянии структура сплава $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ представлена практически чистыми бездислокационными зернами аустенита В2 (рис. 1, а). После РКУП формируется ультрамелкозернистая структура с равноосными зернами со средним размером 400 ± 10 нм. Характер структуры подтверждается кольцевым видом микродифракции (рис. 1, б).

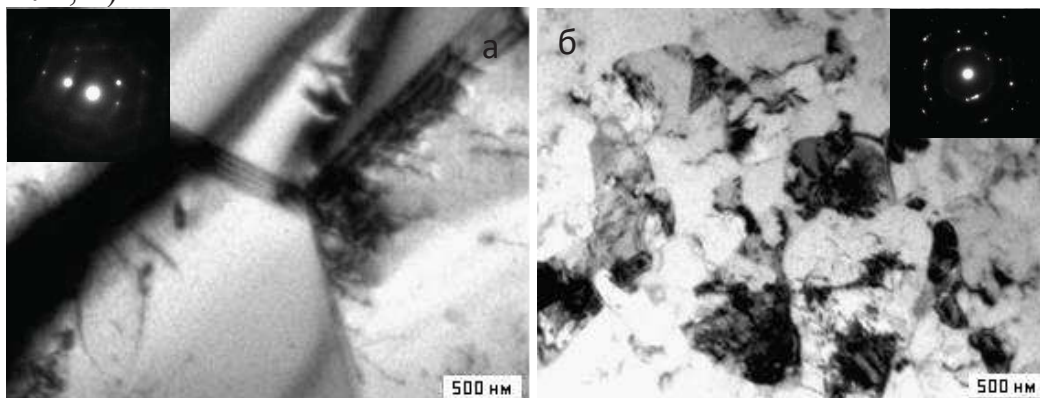


Рисунок 1 - ПЭМ-изображения микроструктуры сплава $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ в (а) в крупнозернистом состоянии, (б) в ультрамелкозернистом состоянии

Термоциклирование приводит к значительному увеличению плотности дислокаций и образованию несовершенных границ зерен (рис. 2, а). В ультрамелкозернистом состоянии также наблюдается увеличение плотности дислокаций и уменьшение размера зерна до 370 нм (рис. 2, б).

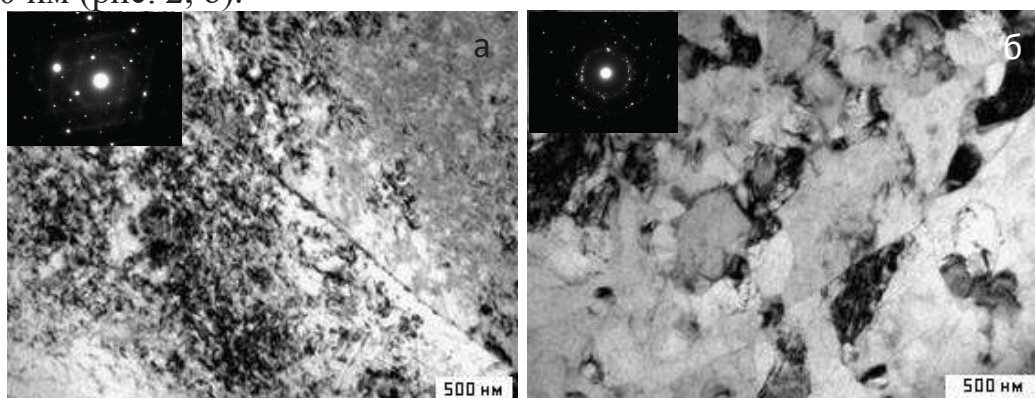


Рисунок 2 - ПЭМ-изображения микроструктуры сплава $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ в (а) в крупнозернистом состоянии, (б) в ультрамелкозернистом состоянии и многократном фазовом превращении $n=100$

Повышение температуры отжига до 500 °С приводит к изменению структуры как в крупнозернистое, так и в ультрамелкозернистое состояние (рис. 3). В ультрамелкозернистом состоянии также наблюдается незначительное увеличение среднего размера зерна до 520 нм.

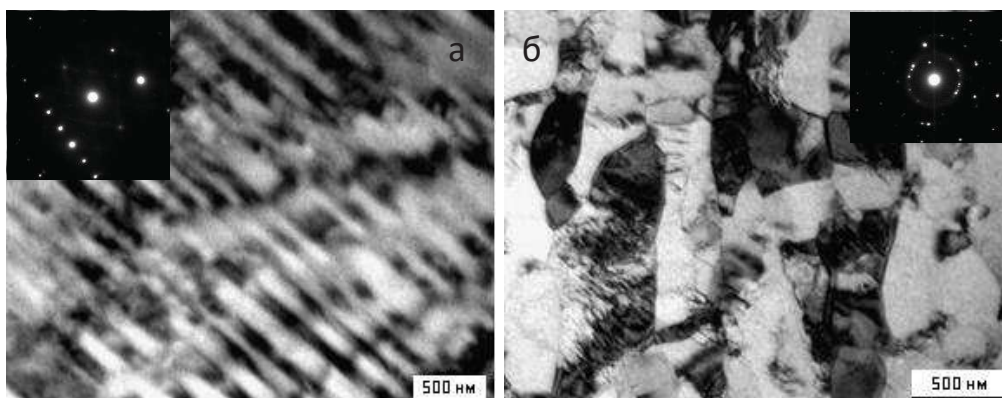


Рисунок 3 - ПЭМ-изображения микроструктуры сплава $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ в (а) в крупнозернистом состоянии, (б) в ультрамелкозернистом состоянии + последующий отжиг $T=500\text{ }^{\circ}C$

Старение при $T=500\text{ }^{\circ}C$ после термоциклирования протекает более интенсивно и выделяется значительное количество частиц старения, что также сопровождается изменением стехиометрии матрицы (рис. 4).

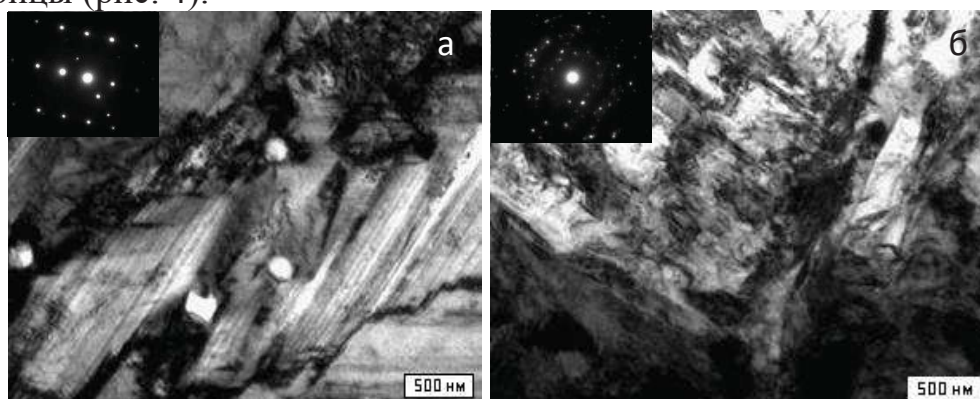


Рисунок 4 - ПЭМ-изображения микроструктуры сплава $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ в (а) в крупнозернистом состоянии, (б) в ультрамелкозернистом состоянии и многофазном превращении $n=100$ + последующий отжиг $T=500\text{ }^{\circ}C$

Сплав $Ti_{49.0}Ni_{51.0}$ в исходном крупнозернистом состоянии имеет аустенитную структуру с размером зерна $35 \pm 2\text{ }\mu m$; после термоциклирования структура также аустенитная с незначительным уменьшением размера зерна до $30 \pm 5\text{ }\mu m$. Отжиги при температуре $250\text{ }^{\circ}C$ крупнозернистого и ультрамелкозернистого состояний показал, что существенных изменений в структуре не наблюдается. Частиц старения не наблюдается, но появление на некоторых участках мартенситных двойников может свидетельствовать об изменении стехиометрии матрицы.

Исследования выполнены за счет средств гранта в области науки из бюджета Республики Башкортостан для государственной поддержки молодых ученых (НОЦ- ГМУ-2022, Соглашение № 1 от 12.12.2022).

ЛИТЕРАТУРА

1. K. Otsuka. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys / K. Otsuka, X. Ren // *Prog. Mater. Sci.* – 2005. – V. 50. Is. 5. – pp. 511-678.
2. R. Delville. Transmission electron microscopy investigation of dislocation slip during superelastic cycling of Ni–Ti wires / R. Delville, B. Malard, J. Pilch, P. Sittner, D. Schryvers // *International Journal of Plasticity*. – 2011. – V. 27. Is. 2. – pp. 282-297.
3. Y. Gao. An origin of functional fatigue of shape memory alloys / Y. Gao, L. Casalena, M.L. Bowers, R.D. Noebe, M.J. Mills, Y. Wang // *Acta Mater.* – 2017. – V. 126. – pp. 389-400.
4. H.M. Paranjape. Mechanisms for phase transformation induced slip in shape memory alloy micro-crystals / H.M. Paranjape, M.L. Bowers, M.J. Mills, P.M. Anderson // *Acta Materialia*. – 2017. – V. 132. – pp. 444-454.
5. H. Sehitoglu. Plastic deformation of B2-NiTi – is it slip or twinning / H. Sehitoglu, Y. Wu, S. Alkan, E. Ertekin // *Philosophical Magazine Letters*. – 2017. – V. 97. – pp. 217-228.
6. Richards, A. W. Interplay of martensitic phase transformation and plastic slip in polycrystals / Richards, A. W., Lebensohn, R. A., Bhattacharya, K. // *Acta Materialia*. – 2013. – V. 61. Is.12. – pp. 4384-4397.
7. E. Ryklina. Control of phase transformations and microstructure for optimum realization of one-way and two-way shape memory effects in removable surgical clips / E. Ryklina, A. Korotitskiy, I. Khmelevskaya, S. Prokoshkin, K. Polyakova, A. Kolobova, M. Soutorine, A. Chernov // *Materials and Design*. – 2017. – V. 136. – pp. 174–184.
8. E.P. Ryklina. Effect of B2 austenite grain size and aging time on microstructure and transformation behavior of thermomechanically treated titanium nickelide / E.P. Ryklina, K.A. Polyakova, N.Yu. Tabachkova, N.N. Resnina, S.D. Prokoshkin // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. – V. 764. – pp. 626-638.