# Влияние исходного фазового состава на деформируемость, микротвердость и структуру сплава TiNi в процессе электропластической прокатки

# А. А. Потапова, В. В. Столяров

Исследована деформационная способность сплавов  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  и  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ . Показано, что использование электропластической прокатки (ЭПП) по сравнению с холодной прокаткой в 6 — 10 раз повышает деформационную способность сплава TiNi. Деформационная способность при прокатке с током сплава  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  в 3 раза выше, чем сплава  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ . Однако сплав  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$  упрочняется значительно интенсивнее.

Ключевые слова: электропластическая прокатка, деформируемость, сплав TiNi.

In the paper deformability of  $Ti_{50.0}Ni_{50.0}$  and  $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$  alloys is investigated. It is shown that use electroplastic rolling in comparison with cold rolling in 6-10 times raises deformability of TiNi alloy. Thus, deformability of  $Ti_{50.0}Ni_{50.0}$  alloy by electroplastic rolling in 3 times above, than  $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$  alloy. However  $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$  alloy is strengthened much more intensively.

Key words: electroplastic rolling, deformability, alloy TiNi.

## Введение

Известно, что при термомеханической обработке металлов и сплавов важная роль отводится их способности изменять свою форму и размеры при пластической деформации. При этом значение имеет комплекс создаваемых механических свойств. Задача получения изделий с высокими механическими свойствами для труднодеформируемых сплавов на основе TiNi решается ограниченно, поскольку методы холодной обработки давлением не позволяют в этом случае добиться больших деформаций, а деформирование при повышенных температурах приводит к снижению уровня свойств. Недавно было показано, что для получения материалов с высоким уровнем механических и технологических свойств можно использовать метод ЭПП [1], который в сочетании с постдеформационным отжигом позволяет добиться значительного структурного измельчения [1, 2]. В [2, 3] показано, что применение ЭПП к сплаву  $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$  повышает деформируемость -

максимальную деформацию до разрушения — в 1,5-2 раза по сравнению с другими методами холодной обработки давлением. Последеформационный отжиг в интервале температур  $400-500^{\circ}$ С после ЭПП приводит к формированию зеренной нанокристаллической структуры и достижению высоких прочностных и функциональных свойств сплава  $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$  [4, 5]. Вместе с тем, сплавы с памятью формы на основе интерметаллидного соединения TiNi достаточно разнообразны по химическому и фазовому составу, влияние которого на особенности ЭПП ранее не исследовали.

Цель данной работы — сравнение деформируемости, структуры и микротвердости при ЭПП сплавов  $\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}$  и  $\mathrm{Ti}_{49,2}\mathrm{Ni}_{50,8}$ , стехиометрического и застехиометрического составов, соответственно.

# Материал и методики исследования

С целью определения влияния исходного фазового состава материалами исследования были

Таблица 1

Характеристические температуры мартенситных превращений

| Сплав                                 | Термическая                  | Прямое превращение  |                     |                       |                 | Обратное превращение |                     |                       |        |
|---------------------------------------|------------------------------|---------------------|---------------------|-----------------------|-----------------|----------------------|---------------------|-----------------------|--------|
|                                       | обработка сплава             | M <sub>H</sub> , °C | M <sub>K</sub> , °C | M <sub>max</sub> , °C | Δ <i>T</i> , °C | A <sub>H</sub> , °C  | A <sub>K</sub> , °C | A <sub>max</sub> , °C | ΔT, °C |
| Ti <sub>49,2</sub> Ni <sub>50,8</sub> | Закалка с 750°C (1 ч) в воду | -5                  | -37                 | -22                   | 32              | -5                   | 17                  | 9                     | 22     |
| $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$                  | Отжиг 850°C                  | 45                  | 25                  | 3 5                   | 20              | 58                   | 77                  | 71                    | 19     |

выбраны сплав  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ , обладающий в закаленном состоянии структурой B2-аустенита, и сплав  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  с исходной структурой B19′-мартенсита в форме горячекатанных прутков  $\varnothing$  6,1  $\times$  135 мм. Характеристические температуры для данных составов сплава (табл. 1) определяли методом диффренциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на приборе METTLER TOLEDO DSC822 и приведены в табл. 1.

Для сравнения деформационной способности при прокатке с током образцы были подвергнуты ЭПП до разрушения.

Прокатку с применением импульсного тока проводили на двухвалковом прокатном стане с валками, имеющими калибровочные отверстия. Ручьи на валках шестигранные, размер калибров на валках варьируется от 1 до 7 мм. Прокатный стан оборудован генератором импульсного тока ГИТ. Для подведения тока использовали скользящий контакт (отрицательный полюс) до зоны деформации образца и один из валков (положительный полюс), соответственно. Прокатку вели при комнатной температуре со скоростью 5 см/с в пошаговом режиме при регулируемом разовом обжатии по диаметру (~25 мкм) при плотности однополярного импульсного тока  $j = 90 \pm 5$  A/мм<sup>2</sup>, длительности импульса  $120 \cdot 10^{-6}$  с и частоте 800 - 1000 Гц. После каждого шага прокатки образцы охлаждали в воде, чтобы избежать влияния возможного разогрева. Перед каждым последующим проходом для однородного распределения деформации образцы поворачивали на 90° вокруг продольной оси и меняли направление прокатки на противоположное. Для последующих микроструктурных исследований и измерения микротвердости в процессе и после прокатки отбирали образцы, которые соответствовали величинам истинной деформации e=0,8 ( $\oslash 4$  мм), e=1,2 ( $\oslash 3,4$  мм), e=1,4 ( $\oslash 3$  мм), e=3,6 ( $\oslash 1$  мм). Истинную деформацию рассчитывали по формуле

$$e = \ln \frac{S_0}{S},$$

где  $S_0$ , S — площадь поперечного сечения прутка до и после прокатки, соответственно.

Микротвердость в поперечном сечении прокатанного образца измеряли на приборе ПМТ-3 под нагрузкой  $100\,\mathrm{r}$  при выдержке  $20\,\mathrm{c}$ .

Микроструктура была изучена методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Tesla Bs-540. Фольги для ПЭМ были получены электроискровой резкой, механическим утонением и электролитической полировкой образцов в поперечном сечении прутка.

# Результаты эксперимента и их обсуждение

Результаты исследования деформируемости сплавов  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  и  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ , прокатанных с током и без тока приведены в табл. 2. Представлены значения максимальной деформации, до которой образец деформируется без появления видимых микротрещин при ЭПП.

Данные таблицы показывают, что прокатка с током для каждого из сплавов повышает деформируемость в 6-10 раз по сравнению с прокаткой без тока. Видно, что деформационная способность сплава  ${\rm Ti}_{50,0}{\rm Ni}_{50,0}$  выше, чем у сплава  ${\rm Ti}_{49,2}{\rm Ni}_{50,8}$  как без использования тока, так и при ЭПП. Применение импульсного тока позволяет деформировать сплав стехиометрического состава до истинной деформации e=3,6, что в 3 раза выше аналогичной величины

Таблица 2

| Сплав                                 | Фазовый состав | Предельная истинная деформация при прокатке без тока, $e_{\max}$ | Предельная истинная деформация при ЭПП, $e_{ m max}$ |
|---------------------------------------|----------------|--|--|
| Ti <sub>49,2</sub> Ni <sub>50,8</sub> | аустенит       | 0,1  | 1,2  |
| Ti <sub>50,0</sub> Ni <sub>50,0</sub> | мартенсит      | 0,6  | 3,6  |

Деформируемость сплавов, прокатанных с током и без тока



Рис. 1. Зависимость микротвердости в от истинной деформации для сплавов: 1 —  $\mathrm{Ti}_{49,2}\mathrm{Ni}_{50,8}$ , 2 —  $\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}$ , 3 —  $\mathrm{Ti}_{49,2}\mathrm{Ni}_{50,8}$  + отжиг при 500 °C, 4 —  $\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}$  + отжиг при 500 °C.

для сплава застехиометрического состава. Величина e=3,6 в этом случае не является деформацией, приводящей к разрушению, а связана с ограничением размеров калибровочных отверстий в валках. По-видимому в сплаве с исходной мартенситной структурой наряду с механическим двойникованием В19-фазы может происходить дополнительное образование двойников В2-фазы в процессе обратного мартенситного превращения [6], что вносит дополнительный вклад в деформируемость.

Сравнение микротвердости двух сплавов позволяет оценить характер деформационного упрочнения (рис. 1). Уровень микротвердости как до деформации, так и после застехиометрического сплава выше, чем для сплава эквиатомного состава. Измерение микротвердости в процессе ЭПП обоих сплавов показало ее значительное повышение по сравнению с исходным недеформированным состоянием.

Однако степень деформационного упрочнения у сплавов различная. Видно, что сплав  ${\rm Ti}_{49,2}{\rm Ni}_{50,8}$  более интенсивно упрочняется в процессе ЭПП. По-видимому, различие в уровне микротвердости объясняется наличием избыточного Ni в исходной ОЦК-решетке сплава  ${\rm Ti}_{49,2}{\rm Ni}_{50,8}$ , представляющего собой твердый раствор.

Основной причиной отличия интенсивности упрочнения является различие в механизме деформации в разных исходных фазах сплавов (В2-фаза в сплаве  $\mathrm{Ti}_{49,2}\mathrm{Ni}_{50,8}$  и В19′-фаза — в  $\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}$ ). Вклад в интенсивность упрочнения вносит модуль упругости E, который пропорционален возникающим в материале напряжениям [7]. Поскольку E аустенитной фазы почти в 2 раза превышает E мартенсита [8], это вносит существенный вклад в уровень упрочнения сплава  $\mathrm{Ti}_{49,2}\mathrm{Ni}_{50,8}$ , который оказывается выше, чем в сплаве  $\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}$  при одной и той же величине истинной деформации.

Кроме того, более интенсивное упрочнение сплава застехиометрического состава в процессе ЭПП может быть связано с возможностью упрочнения матрицы частицами избыточной фазы  ${\rm Ti}_3{\rm Ni}_4$ , выделяющимися вследствие локального разогрева при пропускании тока.

Поскольку непосредственно после любой пластической деформации, включая ЭПП, структура сплавов является неоднородной, традиционно к ним применяют постдеформационный отжиг. В [5, 9] показано, что для получения зеренной структуры и

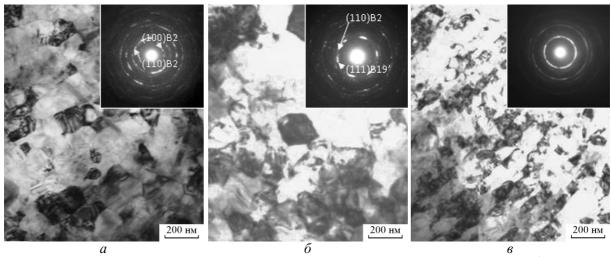


Рис. 2. Микроструктура сплавов после ЭПП и отжига:  $a-\mathrm{Ti}_{49.2}\mathrm{Ni}_{50,8}\,e=1,2$  + отжиг при 500 °C;  $b-\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}\,e=1,4$  + отжиг при 500 °C;  $b-\mathrm{Ti}_{50,0}\mathrm{Ni}_{50,0}\,e=1,4$  + отжиг при 450 °C.

достижения оптимальных механический свойств к сплаву Ti-50.7 ат% Ni после ЭПП необходимо применять рекристаллизационный отжиг при  $500\,^{\circ}$ С. Постдеформационный отжиг при  $500\,^{\circ}$ С в течение 1 ч снижает микротвердость, особенно значительно для сплава  $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$ . В отожженном состоянии различие в микротвердости деформированных сплавов заметно ниже (рис. 1).

На рис. 2 представлена микроструктура обоих исследуемых сплавов после отжига. В сплаве с исходной аустенитной структурой после ЭПП до величины истинной деформации e = 1,2 с последующим отжигом при 500°C формируется наноструктура со средним размером зерна 80 нм. Отжиг при 500 °C в сплаве с исходно мартенситной структурой приводит к формированию зеренной структуры с размером зерна 100 нм, однако зеренная структура формируется уже после отжига при 450 °C. Средний размер зерна в этом случае составляет 60 нм. Анализ дифракционных картин позволяет сделать вывод о том, что сплав  $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$  после ЭПП и отжига остается преимущественно в аустенитном состоянии, в то время как в сплаве  $Ti_{50.0}Ni_{50.0}$ формируется смешанная аустенитно-мартенситная

При комнатной температуре сплав  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  с исходной мартенситной структурой обладает существенно большей деформационной способностью при прокатке с током, чем сплав  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$  с исходной структурой B2-аустенита. Максимально достигнутая деформация первого в 3 раза выше. Кроме того, застехиометрический сплав более интенсивно упрочняется при увеличении деформации и обладает более высокой микротвердостью (в 1,5 раза больше), чем эквиатомный при одной и той же степени деформации.

### Выводы

- 1. ЭПП повышает деформационную способность сплавов  ${\rm Ti}_{49,2}{\rm Ni}_{50,8}$  и  ${\rm Ti}_{50,0}{\rm Ni}_{50,0}$  в 6 10 раз по сравнению с прокаткой без тока. Деформируемость при прокатке с током сплава  ${\rm Ti}_{50,0}{\rm Ni}_{50,0}$  ( $e_{\rm max}$  = 3,58) в 3 раза выше деформируемости сплава  ${\rm Ti}_{49,2}{\rm Ni}_{50,8}$  ( $e_{\rm max}$  = 1,2).
- 2. В исходном и деформированном в процессе ЭПП состояниях сплав  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$  имеет более высокую микротвердость и более интенсивно упрочняется, чем  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$ .

3. Постдеформационные отжиги при  $450-500\,^{\circ}\mathrm{C}$  сплавов  $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$  и  $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$  приводят к формированию наноструктурного состояния с размером зерен 60-100 нм.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 12-08-31312-мол\_а) и Министерства образования и науки РФ (государственный контракт № 14.740.11.0825)

# Литература

- 1. Столяров В.В. Электропластическая деформация как способ получения наноструктурного сплава TiNi. Научная сессия МИФИ-2009, т. 3, М.: Издательство МИФИ, с. 88 91.
- Столяров В.В., Угурчиев У.Х., Трубицына И.Б., Прокошкин С.Д., Прокофьев Е.А. Интенсивная электропластическая деформация сплава ТiNi. Физика и техника высоких давлений, 2008, т. 16, № 4, с. 48 – 51.
- Гуртовая И.Б., Инаэкян К.Э., Коротицкий А.В., Угурчиев У.Х., Макушев С.Ю., Хмелевская И.Ю., Данилова Е.С., Сергеева А.Е., Столяров В.В., Прокошкин С.Д., Влияние режимов ЭПП на деформируемость и функциональные свойства сплава TiNi с памятью формы. Журнал функциональных материалов, 2008, т. 2, № 4, с. 130 – 137.
- Stolyarov V.V. Structure refinement and electropulse current effect on mechanical properties of shape memory TiNi alloy. Materials Science Forum, 2010, v. 633 – 634, p. 595 – 603.
- Потапова А.А., Столяров В.В. Структурные изменения при электропластической прокатке и отжиге в прутке сплава ТіNі. Известия ВУЗов. Черная металлургия, 2010, № 10, с. 68 71.
- Сурикова, Н. С. Тюменцев А. Н., Евтушенко О. В. Мартенситное превращение под напряжением в 001 кристаллах никелида титана и его связь с механическим двойникованием В2-фазы. Известия высших учебных заведений. Физика, 2009, т. 52, № 5, с. 58 67.
- Трефилов В.И., Моисеев В.Ф., Печковский Э.П. и др. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов. Киев: Наукова думка, 1987, 248 с.
- Duerig T.W., Pelton A.R. Ti-Ni Shape memory alloys, Advanced Materials. Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. Editors R.Boyer, G. Wesch, E.W. Collings, ASM International, 1994, p. 1035 – 1048.
- 9. Потапова А.А., Столяров В.В. Влияние режимов отжига на структуру и микротвердость прутка TiNi. MиTOM, 2011, № 11, с. 41 45.

Статья поступила в редакцию 05.03.2012 г.

Потапова Анна Александровна — Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук (г. Москва), младиий научный сотрудник, аспирант Московского Государственного индустриального университета. Специализируется в области физического материаловедения, сплавов с памятью формы, комбинированных методов деформационного воздействия, электропластической прокатки, фазовых превращений. E-mail: ls3216@yandex.ru.

**Столяров Владимир Владимирович** — Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН (г. Москва), доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник. Специалист в области физического материаловедения, наноструктурных материалов. E-mail: vlstol@mail.ru.