

PACS: 62.20.Fe, 62.20.-x

Д.В. Гундеров, А.В. Лукьянов, Е.А. Прокофьев

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА TiNi  
ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ТЕПЛОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ  
ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ**

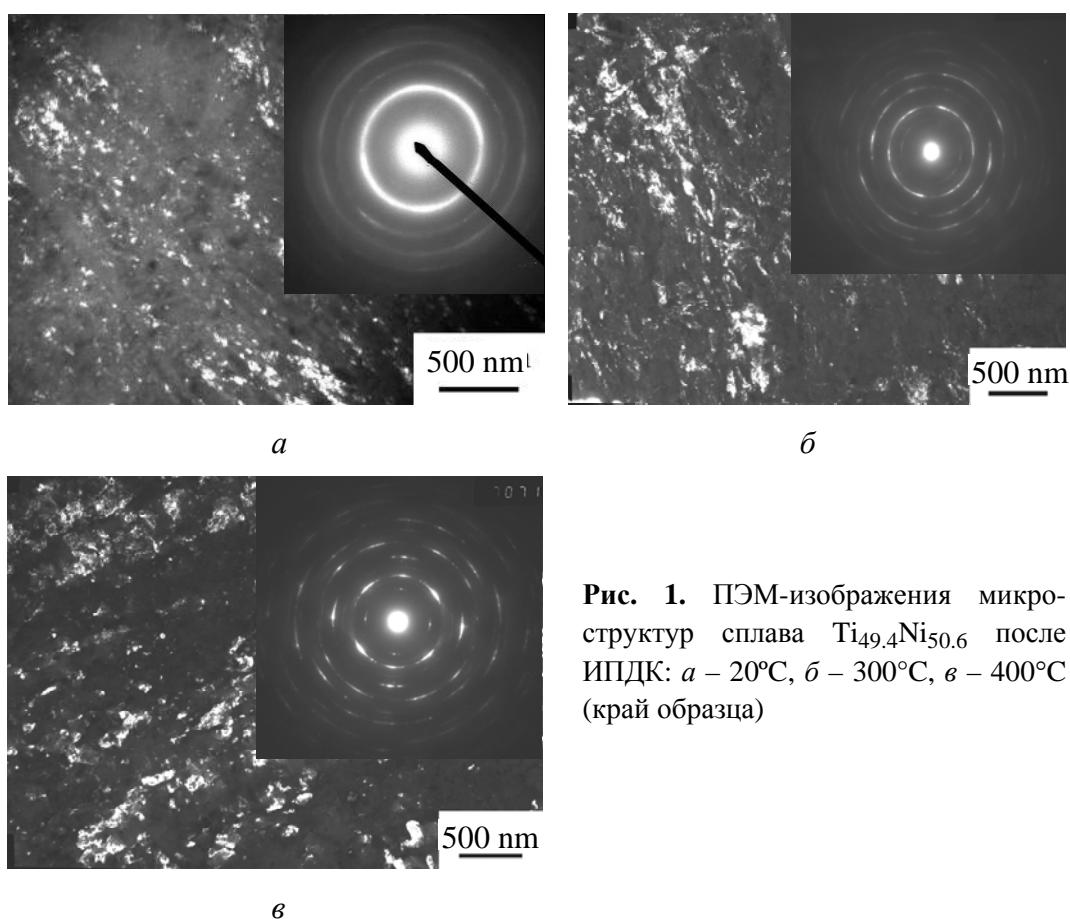
Уфимский государственный авиационный технический университет  
ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия  
E-mail: dimagun@mail.ru

*Исследованы микроструктура и свойства образцов  $Ti_{49.4}Ni_{50.6}$  диаметром 20 мм, подвергнутых интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) при температурах 20, 300 и 400 °C. В результате ИПДК с числом оборотов  $n = 5$  при 20 °C в образцах формируется аморфно-нанокристаллическая структура, ИПДК при 300 и 400 °C приводит к формированию нанокристаллической (НК) структуры с размером зерен  $d_g$  около 80 и 100 нм соответственно. Прочность образцов после ИПДК при 20 и 300 °C достигает 2000 и 1800 MPa соответственно.*

Сплавы Ti–Ni широко используются в технике и медицине как материалы с эффектом памяти формы (ЭПФ) [1]. Новые возможности в регулировании физико-механических свойств металлов и сплавов открывает создание в них НК-состояния методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [2]. Известным методом последней является ИПДК, которая позволяет достигать наиболее высоких степеней деформации и наиболее сильно измельчать структуру материалов [2]. При воздействии ИПДК сплавы TiNi аморфизируются, а их последующими отжигами можно сформировать НК-структуры [3–5]. Однако использованные в работах [3–5] традиционные режимы ИПДК позволяли получать лишь малые дисковые образцы диаметром 5–10 mm и толщиной около 0.1–0.15 mm, что затрудняло исследование их механических свойств и ЭПФ. В работе [6] сплав TiNi подвергнут ИПДК при комнатной температуре с использованием более мощной установки «СКРУДЖ-200» и специальной методики, что позволило получить образцы относительно большого размера – Ø 20 mm и толщиной до 1 mm [18]. В данной работе к сплавам Ti–Ni впервые применена новая установка и методика ИПДК «в канавке» при температурах 300 и 400 °C.

Исходным материалом служил сплав Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub> (поставка Intrinsic Devices Inc., США) с температурой мартенситного превращения  $M_s$  15°C. После гомогенизации и закалки от 800°C сплав был подвергнут ИПДК на установке «СКРУДЖ-200» в бойках с канавкой диаметром 20 mm под давлением  $P = 6$  GPa при температуре бойков 20, 300 и 400°C.

В результате ИПДК с числом оборотов  $n = 5$  при 20°C (ИПДК 20°C) в образцах формируется аморфно-нанокристаллическая структура (рис. 1,*a*). Средний размер сохранившихся зерен по темнопольному изображению  $d_g$  в краевой части образца-диска составил около 30 nm.

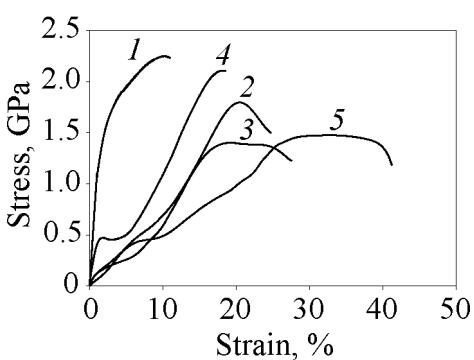


**Рис. 1.** ПЭМ-изображения микроструктур сплава Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub> после ИПДК: *a* – 20°C, *б* – 300°C, *в* – 400°C (край образца)

Вследствие ИПДК при температуре 300°C (ИПДК 300°C) в краевой части образца формируется НК-структура с  $d_g \approx 80$  nm (рис. 1,*б*). Границы зерен искривлены. Зерна имеют вытянутый характер, содержат высокую плотность дислокаций. Аморфная фаза в структуре отсутствует, поскольку интенсификация релаксационных процессов при повышении температуры деформации подавляет аморфизацию. В результате ИПДК при температуре 400°C (ИПДК 400°C) в краевой части образца формируется структура с  $d_g \approx \approx 100$  nm (рис. 1,*в*). Распределение зерен по размеру близко к распределению Гаусса. Хотя некоторые зерна имеют размер более 200 nm, их доля незначительна. Отметим, что достигнутый при ИПДК 400°C средний размер зерна

100 nm заметно меньше, чем достигаемый при РКУП при аналогичной температуре деформации ( $\approx 300$  nm) [3]. В целом зеренная структура после ИПДК 400°C является более выраженной, границы зерен – более четкими, а вытянутость зерен – заметно меньше, чем в случае ИПДК 300°C. Микроструктуру образцов ИПДК 300°C и ИПДК 400°C интересно сравнить с микроструктурой, сформированной статическим отжигом при тех же температурах аморфизированных образцов ИПДК 20°C. По данным ПЭМ, часовой отжиг при температуре 300°C образца ИПДК 20°C не приводит к полной кристаллизации аморфной фазы, размер зерна остается около 30 nm. Отжиг при 400°C в течение 20 min приводит к кристаллизации аморфной фазы и к формированию НК-структурой со средним размером зерен *B2*-фазы около 20 nm. Оценка по темному и светлому полю свидетельствует о том, что такой отжиг приводит даже к небольшому уменьшению среднего размера зерен по сравнению с состоянием непосредственно после ИПДК 20°C. Вероятно, это связано с появлением новых мелких зерен размером менее 10 nm в результате кристаллизации аморфного. Отметим, что размер зерна аморфизированных образцов ИПДК 20°C после статического отжига 400°C 20 min в пять раз меньше, чем  $d_g$  после ИПДК 400°C.

Механические испытания на растяжение показали (рис. 2), что формирование аморфизированной микроструктуры в результате ИПДК 20°C приводит к увеличению предела прочности  $\sigma_b$  и предела текучести  $\sigma_t$  более 2000 MPa (с исходных 1050 и 560 MPa соответственно) при пластичности 10% (при исходной  $\delta = 80\%$ ). На кривой течения образца ИПДК 20°C отсутствует площадка фазовой псевдотекучести. После отжига данного состояния при 400°C в течение 20 min и формирования НК-структурой с  $d_g = 30$  nm общая пластичность повысилась до 16% при прочности около 2000 MPa (рис. 2, кривая 4), а на кривой течения появилась площадка фазовой псевдотекучести (рис. 2, кривая 4). Предел прочности образцов ИПДК 300°C достигает 1800 MPa,  $\sigma_t = 1660$  MPa при пластичности 15% (рис. 2, кривая 2). У образца ИПДК 400°C  $\sigma_b$  и  $\sigma_t$  составляют 1400 и 1200 MPa (рис. 2, кривая 3), а на кривой растяжения наблюдается выраженная площадка фазовой псевдотекучести при напряжении  $\sigma_m \approx 200$  MPa. Общая пластичность составила 20%. Таким образом, прочность образцов ИПДК 300°C заметно выше, чем  $\sigma_b$  образцов ИПДК 400°C (1400 MPa), хотя по первым оценкам  $d_g$  данных состояний близки (80 и 100 nm соответст-



**Рис. 2.** Кривые напряжение–деформация при растяжении сплава Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub>, подвергнутого ИПДК с числом оборотов  $n = 5, 6$  GPa в канавке: 1 – при комнатной температуре, 2 – при температуре 300°C, 3 – при 400°C, 4 – ИПДК 20°C и отжиг 400°C, 20 min, 5 – ИПДК 400°C и отжиг 400°C, 20 min

пластичность повысилась до 16% при прочности около 2000 MPa (рис. 2, кривая 4), а на кривой течения появилась площадка фазовой псевдотекучести (рис. 2, кривая 4). Предел прочности образцов ИПДК 300°C достигает 1800 MPa,  $\sigma_t = 1660$  MPa при пластичности 15% (рис. 2, кривая 2). У образца ИПДК 400°C  $\sigma_b$  и  $\sigma_t$  составляют 1400 и 1200 MPa (рис. 2, кривая 3), а на кривой растяжения наблюдается выраженная площадка фазовой псевдотекучести при напряжении  $\sigma_m \approx 200$  MPa. Общая пластичность составила 20%. Таким образом, прочность образцов ИПДК 300°C заметно выше, чем  $\sigma_b$  образцов ИПДК 400°C (1400 MPa), хотя по первым оценкам  $d_g$  данных состояний близки (80 и 100 nm соответст-

венно). По-видимому, заметная разница в прочности и пределе текучести этих состояний может объясняться большей плотностью дислокаций в зернах и их границах в состоянии ИПДК 300°C.

1. *B.N. Журавлев, В.Г. Пущин*, Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине, УрО РАН, Екатеринбург (2000).
2. *P.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
3. *E.B. Татьянин, Н.Ф. Боровиков, В.Г. Курдюмов, В.Л. Инденбом*, ФТТ **39**, № 7 (1997).
4. *V.G. Pushin, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, N.I. Kourov, N.N. Kuranova, E.A. Prokofiev, L.I. Yurchenko*, Phys. Met. Metallography **94**, S54 (2002).
5. *S.D. Prokoshkin, I.Yu. Khmelevskaya, S.V. Dobatkin, I.B. Trubitsyna, E.V. Tatyanin, V.V. Stolyarov, E.A. Prokofiev*, Acta Materialia **53**, 2703 (2005).
6. *A.B. Лукьянов, Д.В. Гундеров, Е.А. Прокофьев, В.Г. Пущин, А.Н. Уксусников*, Сборник материалов III Международной школы «Физическое материаловедение», «Наноматериалы технического и медицинского назначения», Тольятти (2007).

*D.V. Gunderov, A.V. Lukyanov, E.A. Prokofiev*

## FORMATION OF TiNi STRUCTURE AND PROPERTIES BY WARM HIGH-PRESSURE TORSION

Microstructure and properties of Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub> samples Ø 20 mm subjected to high pressure torsion (HPT) at temperature 20, 300 and 400°C have been investigated. Amorphous nanocrystalline structure is formed in the samples as a result of HPT with rotation number  $n = 5$  at 20°C. HPT at 300 and 400°C leads to nanocrystalline (NC) structure formation with a grain size  $d_g$  of about 80 and 100 nm, correspondingly. Strength of the samples after HPT at 20 and 300°C achieves 2000 and 1800 MPa, correspondingly.

**Fig. 1.** TEM patterns of the microstructure of Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub> alloy after HPT:  $\alpha$  – 20°C,  $\beta$  – 300°C,  $\epsilon$  – 400°C (the edge of the sample)

**Fig. 2.** Stress-strain curves of the Ti<sub>49.4</sub>Ni<sub>50.6</sub> alloy subjected to HPT ( $n = 5$  rotations, 6 GPa in the groove) during tensile tests: 1 – at room temperature, 2 – at 300°C, 3 – at 400°C, 4 – HPT at 20°C and annealing at 400°C, 20 min, 5 – HPT at 400°C and annealing at 400°C, 20 min