

PACS: 62.20.Fe

А.Е. Сергеева<sup>1</sup>, В.В. Столяров<sup>1,2</sup>, Е.Г. Пашинская<sup>3</sup>, В.В. Гришаев<sup>3</sup>

### ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОКАТКИ НА МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ В СПЛАВЕ TiNi С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

<sup>1</sup>Московский государственный индустриальный институт  
г. Москва, Россия  
E-mail: ser-na@inbox.ru

<sup>2</sup>Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН  
М. Харитоньевский пер., 4, г. Москва, 101990, Россия  
E-mail: vlst@yauza.ru

<sup>3</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

*Анализируется влияние электропластической прокатки и последующего отжига на мартенситное превращение в сплаве  $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$  с эффектом памяти формы (ЭПФ). Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) обнаружено, что при малых степенях деформации холодная прокатка с током способствует релаксации структуры и восстанавливает прямое мартенситное превращение при охлаждении, которое в отсутствие тока обычно подавляется.*

Сплав  $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$  обычно применяется в закаленном и затем состаренном состоянии, в котором его характеристики памяти формы максимальны. Пластическая деформация и последующий нагрев сплава приводят к тому, что кроме интерметаллидной матрицы на основе твердого раствора TiNi в его структуре могут присутствовать частицы второй фазы  $Ti_3Ni_4$  и области аморфной фазы. Такой сплав по своей природе является композиционным труднодеформируемым материалом. Недавно было показано, что электропластическая прокатка (ЭПП) может быть успешно использована для повышения деформируемости и получения наноструктуры в объемных длинномерных изделиях тонкого сечения в сплаве TiNi с ЭПФ [1,2]. Однако влияние ЭПП на проявление эффекта памяти формы не исследовано.

Известно, что в основе ЭПФ лежит термоупругое мартенситное  $B2 \leftrightarrow \leftrightarrow B19'$ -превращение высокотемпературной аустенитной фазы, которое в ряде случаев может осуществляться через промежуточную R-фазу. Одним из

методов определения стадийности, температур начала и конца превращений является ДСК. Данный метод успешно использован для исследования фазовых превращений в сплаве TiNi после холодной прокатки [3] и различных режимов термообработки [4]. С помощью ДСК был выявлен температурный эффект памяти в сплаве, который проявлялся в запоминании сплавом температур превращений при прерывании цикла нагрев–охлаждение [5].

Важным аспектом отличия процесса электропластической деформации от холодной прокатки является характер влияния тока на структуру и фазовые превращения в сплаве TiNi, что прежде методом ДСК не исследовалось. Наибольший интерес при этом представляют малые степени деформации, при которых плотность образующихся структурных дефектов еще не высокая, а влияние тока может быть сильнее, чем при больших степенях деформации.

В настоящей работе методом ДСК исследуется влияние ЭПП при малой степени деформации и температуры последующего отжига на мартенситное превращение в сплаве  $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ .

#### Материал и методики исследования

Объектом исследования выбран сплав  $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$  застехиометрического состава в форме пластин размером  $1.8 \times 6 \times 150$  mm. Образцы были закалены в воду от  $800^\circ\text{C}$  в течение 1 h, что привело к образованию микроструктуры в виде полиэдрических зерен средним размером 80  $\mu\text{m}$ , представляющих собой пересыщенный твердый раствор никеля на основе упорядоченного интерметаллида TiNi (B2-фаза).

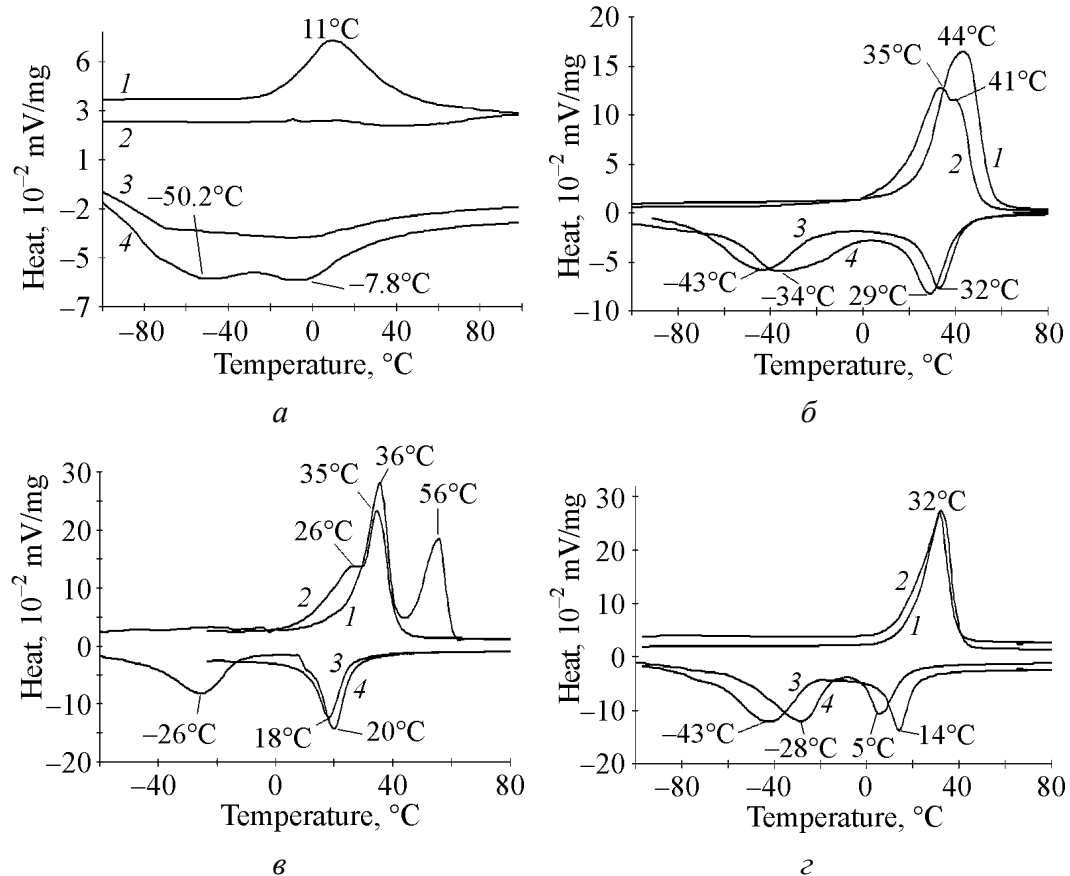
Прокатку с применением импульсного тока вели на двухвалковом прокатном стане с диаметром валков 120 mm, оборудованном генератором импульсного тока. Для подведения и съема тока использовали скользящий контакт (отрицательный полюс) до зоны деформации образца и один из валков (положительный полюс) соответственно. Прокатку вели при комнатной температуре со скоростью 4 m/min в пошаговом режиме при регулируемом разовом обжатии по толщине ( $\sim 25 \mu\text{m}$ ).

Плоскую прокатку выполняли при плотности однополярного импульсного тока  $j = 84 \text{ A/mm}^2$ , длительности импульса  $80 \cdot 10^{-6} \text{ s}$  и скважности 12.5. Истинная деформация при прокатке составляла  $e = \ln h_0/h = 0.3$ , где  $h_0$ ,  $h$  – толщина образца соответственно до и после прокатки. Постдеформационный отжиг осуществляли при температурах 400, 450 и  $500^\circ\text{C}$  и длительности выдержки 1 h.

Образцы для ДСК размером  $4 \times 4$  mm были вырезаны из средней части прокатанных образцов электроискровой резкой и взвешены. Для сравнения использовали эталонный образец никеля с близкой массой. Циклы нагрев–охлаждение в калориметре NETZSCH DSC204 проводили в интервале температур от  $-150$  до  $150^\circ\text{C}$  со скоростью  $10^\circ\text{C/min}$ . Охлаждение осуществляли с помощью жидкого азота.

Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены ДСК-термограммы для образцов, прокатанных с током и без тока со степенью деформации  $e = 0.3$ . В образце, прокатанном без тока, температурные пики не наблюдаются, что свидетельствует об отсутствии мартенситных превращений. Аналогичный результат был обнаружен ранее в [2] и связан с высокой плотностью дефектов и напряжениями, которые подавляют мартенситное превращение.



**Рис. 1.** Термограммы закаленного сплава  $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$  после прокатки с током (1, 4) и без тока (2, 3),  $e = 0.3$ : а – в отсутствие отжига, б, в, г – после отжига при температурах соответственно 400, 450 и 500°C; 1, 2 – нагрев, 3, 4 – охлаждение

В образце после ЭПД при той же степени деформации наблюдается прямое двухстадийное  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ -превращение при охлаждении и одностадийное  $B19' \rightarrow B2$  обратное превращение при нагреве. Импульсный ток в процессе пластической деформации воздействует на образующиеся скопления дислокаций и способствует уменьшению их плотности. В результате происходит частичная релаксация структуры, что и приводит к восстановлению превращений.

Рассмотрим, как влияет температура отжига на характер превращений при прокатке с током и без тока. На рис. 1, б–г представлены термограммы

закаленного и затем прокатанного с током и без тока сплава после отжига при температурах 400, 450 и 500°C.

Отжиг деформированного TiNi-сплава в интервале температур от 400 до 500°C приводит не только к частичному снятию напряжений в материале, но и старению разной степени интенсивности – началу выделения частиц  $Ti_3Ni_4$ , их интенсификации и завершению процесса.

После отжига при температуре 400°C (рис. 1,б) в обоих состояниях прямое превращение осуществляется в две стадии:  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ . Ток не влияет на стадийность и незначительно сдвигает характеристические температуры прямых превращений. Превращение  $R \rightarrow B19'$  характеризуется относительно широким пиком по сравнению с  $B2 \rightarrow R$ , что свидетельствует о заметной неоднородности структуры  $R$ -фазы, вызванной начальной стадией старения при отжиге. Ток оказывает влияние на стадийность обратного превращения в сплаве. В образце после холодной прокатки без тока при нагреве наблюдаются два близких пика при температурах 35 и 41°C, что свидетельствует о двухстадийном превращении. В сплаве, прокатанном с током, обратное превращение является одноступенчатым:  $B19' \rightarrow B2$ . По-видимому, изменение стадийности превращения связано с тепловым действием тока, которое тормозит выделение частиц  $Ti_3Ni_4$ .

После отжига при 450°C (рис. 1,в) все пики превращений характеризуются относительно узким температурным интервалом, что свидетельствует о повышении однородности структуры. В данном случае ток не оказывает влияния на стадийность превращений при нагреве и охлаждении. Они осуществляются в два этапа:  $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$  (при охлаждении образца после холодной прокатки на графике наблюдается один пик, второй лежит в области более низких температур). Это объясняется тем, что при температуре вблизи 450°C старение происходит наиболее интенсивно и активное выделение частиц  $Ti_3Ni_4$  «забывает» влияние тока. Последнее сильно проявляется в обособлении  $R$ -превращения при нагреве и повышении характеристических температур:  $B19' \rightarrow R$  на 10°C, а  $R \rightarrow B2$  на 20°C, что также свидетельствует о повышении однородности структуры сплава, прокатанного с током.

При повышении температуры отжига до 500°C (рис. 1,г) стадийность превращений такая же, как и после отжига при 400°C (прокатка с током):  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$  при охлаждении и  $B19' \rightarrow B2$  при нагреве. Ширина пиков превращений уменьшается, а их высота увеличивается, что связано в большей степени с рекристаллизационными процессами, чем со старением. На этом фоне влияние тока проявляется в снижении на 10°C температуры  $B2 \rightarrow R$  и повышении на 15°C температуры  $R \rightarrow B19'$  при прямом превращении.

Снижение температуры начала превращения  $B2 \rightarrow R$  после ЭПП может быть связано с тем, что ток способствует частичной аннигиляции внутризеренных дислокаций и их более равномерному распределению в границах зерен. А барьерное влияние границ на начало мартенситного превращения намного выше влияния внутризеренных дислокаций. В результате температура

начала мартенситного превращения снижается. Повышение температуры  $R \rightarrow B19'$ -превращения может быть связано с ослаблением влияния частиц  $Ti_3Ni_4$  после прокатки с током.

### Выводы

Наиболее сильное влияние тока на характер превращения в образцах, прокатанных с малой степенью деформации ( $e = 0.3$ ), проявляется до отжига – прокатка с током, в отличие от прокатки без тока, восстанавливает мартенситное превращение. В состаренном состоянии роль прокатки с током зависит от температуры отжига. При низкой ( $400^\circ\text{C}$ ) температуре отжига ЭПП приводит к подавлению обратного  $R$ -превращения. С повышением температуры отжига до  $450^\circ\text{C}$  ЭПП повышает температуры обратного превращения. При высокой ( $500^\circ\text{C}$ ) температуре отжига ЭПП приводит к взаимному сближению температур прямого превращения  $B2 \rightarrow R$  и  $R \rightarrow B19'$ .

Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 07-08-12132 офи, 08-08-497а, 08-08-90403-Укр\_а.

1. В.В. Столяров, У.Х. Узурчиев, И.Б. Трубицына, С.Д. Прокошкин, Е.А. Прокофьев, ФТВД **16**, № 4, 48 (2006).
2. В.В. Столяров, Г.Ж. Сахвандзе, Ю.В. Баранов, Конструкции из композиционных материалов № 3, 13 (2007).
3. К. Tsuchiya, M. Inuzuka, D. Tomus, A. Hosokawa, H. Nakayama, K. Morii, Y. Todaka, M. Umemoto, Mater. Sci. Eng. **A438–440**, 643 (2006).
4. T. Todoroki, H. Tamura, Trans JIM **28**, № 2, 83 (1987).
5. Z.G. Wang, X.T. Zu, S. Zhu, L.M. Wang, Mater. Lett. **59**, 491 (2005).

A.E. Sergeeva, V.V. Stolyarov, E.G. Pashinskaya, V.V. Grishayev

### EFFECT OF ELECTROPLASTIC ROLLING ON MARTENSITIC TRANSFORMATION IN SHAPE MEMORY $TiNi$ ALLOY

Effect of electroplastic rolling (EPR) followed by annealing on martensitic transformation in the shape memory  $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$  alloy is analysed. Using differential scanning calorimetry (DSC) method it was shown that EPR at the low strain stimulates structure relaxation and recovers martensitic transformation upon cooling, which is usually suppressed by cold rolling.

**Fig. 1.** Thermograms of hardened alloy  $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$  after rolling with (1, 4) and without (2, 3) current,  $e = 0.3$ : a – no annealing, b–c – after annealing at 400, 450 and  $500^\circ\text{C}$ , respectively; 1, 2 – heating, 3, 4 – cooling