

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОКАТКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПРУТКОВ ИЗ СПЛАВА TiNi*

А.А. Потапова, В.В. Столяров, А.Б. Бондарев, В.А. Андреев

С помощью методов оптической и просвечивающей электронной микроскопии проведено сравнение микроструктуры и свойств сплава TiNi, полученного с помощью традиционной технологии ротационнойковки и нового метода электропластической прокатки. Показано, что новый подход к обработке металлов давлением может рассматриваться как один из способов интенсивного измельчения структур до размеров кристаллитов нанометрового диапазона и формирования повышенных прочностных свойств.

Ключевые слова: электропластическая прокатка, наноструктура, прочность, никелид титана.

Введение

Известно, что интенсивное измельчение структуры металлов приводит к повышению их прочностных и технологических характеристик. Однако низкая технологическая пластичность сплава с памятью формы TiNi ограничивает возможности применения методов холодной обработки давлением, не позволяя достигать высоких деформаций. Традиционная технология ротационнойковки обеспечивает достаточно высокие прочностные характеристики в никелиде титана, в частности микротвердость [1].

Однако механические и функциональные свойства сплава TiNi (эффект памяти формы и его характеристики) могут быть заметно улучшены при измельчении структуры до нанометрического или субмикронного диапазона методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [2, 3]. Интенсивная пластическая деформация никелида титана в сочетании с электроимпульсным воздействием [4] также обеспечивает резкое измельчение его структуры и повышает его деформируемость по сравнению с другими методами холодной обработки давлением [5]. Такая обработка в условиях постоянной плотности тока позволяет увеличить деформацию без макроразрушения массивных образцов сплава $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$, по крайней мере в 1,5 раза по сравне-

нию с аналогичным методом деформирования, но без использования электростимуляции [6].

Высокие температуры, при которых проводится ротационнаяковка [7], хотя и обеспечивают достаточную деформируемость, могут вызвать рост зерна аустенита и снижение механических характеристик сплава TiNi. В связи с этим электропластическая прокатка (ЭПП) может рассматриваться как более эффективный метод получения прутков из сплава TiNi, сочетающих в себе высокую деформационную способность и повышенные механические характеристики. Кроме того, достоинством ЭПП является отсутствие операций нагрева и промежуточных отжигов в процессе деформирования, что позволяет сокращать потребляемую электроэнергию и длительность производственного цикла. Поскольку сравнение ЭПП с прокаткой без воздействия электрического тока выявило повышение деформируемости и механических характеристик в случае применения электростимуляции, важной задачей остается сравнение ЭПП с другими методами, позволяющими добиться высоких деформаций.

Цель данной работы – сравнение структуры и механических характеристик сплава TiNi, полученного двумя способами: ротационнойковкой и ЭПП.

* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 11-08-00327_a).

Методика исследования

Для исследования использовали сплав $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ в виде прутка с исходным диаметром 6 мм. Микроструктура исходного сплава характеризуется наличием полиэдрических зерен аустенита размером 50 – 70 мкм. Многопроходную деформацию проводили двумя способами с отбором образцов на промежуточных этапах: ротационной ковкой и ЭПП. Отобранные образцы соответствовали истинным деформациям $e = 0,36$ (диаметр 5 мм), $e = 0,8$ (диаметр 4 мм), $e = 1,39$ (диаметр 3 мм), $e = 3,58$ (диаметр 1 мм). Истинную деформацию рассчитывали по формуле $e = \ln(d_0^2/d^2)$ (d_0 , d – диаметры прутка до прокатки и после нее).

Технология изготовления проволоки, реализованная на предприятии ЗАО «Промышленный центр «МАТЭКС», включает в себя несколько операций [7]. Первая операция – обтачивание исходного слитка на токарном станке. После этого слиток нагревают в электрической камерной печи до температуры 900 °С и прокатывают на стане поперечно-винтовой прокатки (ПВП) с диаметра 100 мм до диаметра 20 мм. После обточки прутки подвергают ковке при температуре 850 °С на ротационно-ковочных машинах до нужного диаметра.

Прокатку с применением импульсного тока вели на двухвалковом прокатном стане с валками, имеющими калибровочные отверстия. Прокатный стан оборудован генератором импульсного тока (ГИТ). Ручьи на валках – шестигранные. Размер калибров на валках варьируется от 1 до 7 мм. Для подведения электрического тока использовали скользящий контакт до зоны деформации образца (отрицательный полюс) и одного из валков (положительный полюс) [4]. Прокатку вели при комнатной температуре со скоростью 5 см/с в пошаговом режиме при регулируемом разовом обжатии по толщине 25 мкм.

После каждого шага прокатки образцы выдерживали на воздухе или охлаждали в воде, чтобы избежать влияния возможного разогрева. Перед каждым последующим проходом для однородного распределения деформаций образцы поворачивали на угол 90° вокруг продольной оси и изменяли направление прокатки на противоположное. Прокатку выполняли при плотности однополярного импульсного тока $j = (90 \pm 5)$ А/мм², длительности импульса тока $120 \cdot 10^{-6}$ с.

Микроструктуру сплава исследовали в опти-

ческом и электронном просвечивающем микроскопе JEM-100В. Фольги для ПЭМ были получены электроискровой резкой, механическим утонением и электролитической полировкой образцов в поперечном сечении прутка. Картины микродифракции получены с площади сечения образца 2 мкм². Рентгеновские дифрактограммы были получены в $Cu_{K\alpha}$ -излучении в интервале углов дифракции $2\theta = 30^\circ \dots 56^\circ$. Исследования проводили на рентгеновском дифрактометре фирмы Rigaku (Япония). Поверхность образцов предварительно шлифовали и полировали. Рентгеновскую съемку проводили при комнатной температуре.

Микротвердость образцов измеряли на приборе ПМТ-3 при вдавливающей нагрузке 0,98 Н и выдержке 10 с. Механические характеристики при растяжении исследовали на образцах в виде проволоки диаметром 1 мм. Рабочая длина образцов составляла 35 мм. Растяжение образцов проводили при комнатной температуре на вертикальной разрывной машине Instron со скоростью 1 мм/мин. Прочность исходного прутка оценивали на образцах в виде плоских гантель, вырезанных из центральной части прутка диаметром 7 мм. Размер рабочей части прутка составлял $18 \times 1 \times 2$ мм.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Структурные исследования методом оптической металлографии образцов, деформированных по технологии ПЦ МАТЭКС, не выявили четкой тенденции к росту или измельчению зерна в процессе деформирования. Наблюдаемые процессы носят стадийный характер, что объясняется закономерностями роста зерен при динамической рекристаллизации в условиях деформирования при повышенных температурах. При уменьшении диаметра исходного прутка до 5 мм размер зерна уменьшается с 60 до 35 мкм. При уменьшении диаметра прутка до 4 мм размер зерна уменьшается до 8 мкм, однако в прутке диаметром 3 мм размер зерна составлял 25 мкм (рис. 1).

На начальных этапах происходит деформационное упрочнение, обусловленное повышением плотности дислокаций, что в свою очередь приводит к измельчению структуры [8]. В дальнейшем преобладающим процессом становится рост зерен аустенита под действием повышенных температур в процессе динамической рекристаллизации [9].

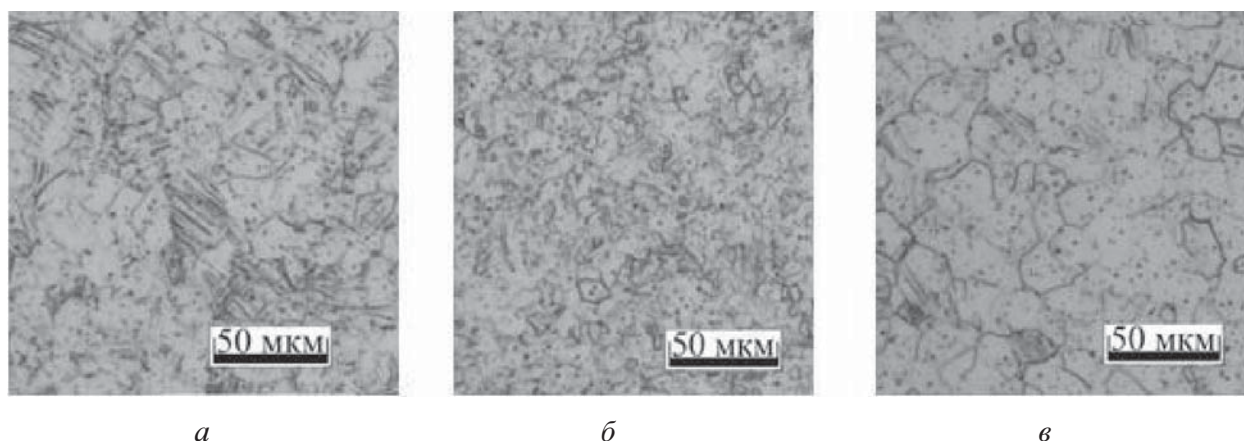


Рис. 1. Микроструктура сплава TiNi в процессе ротационнойковки:

a – при $e=0,36$; *б* – при $e=0,8$; *в* – при $e=1,39$

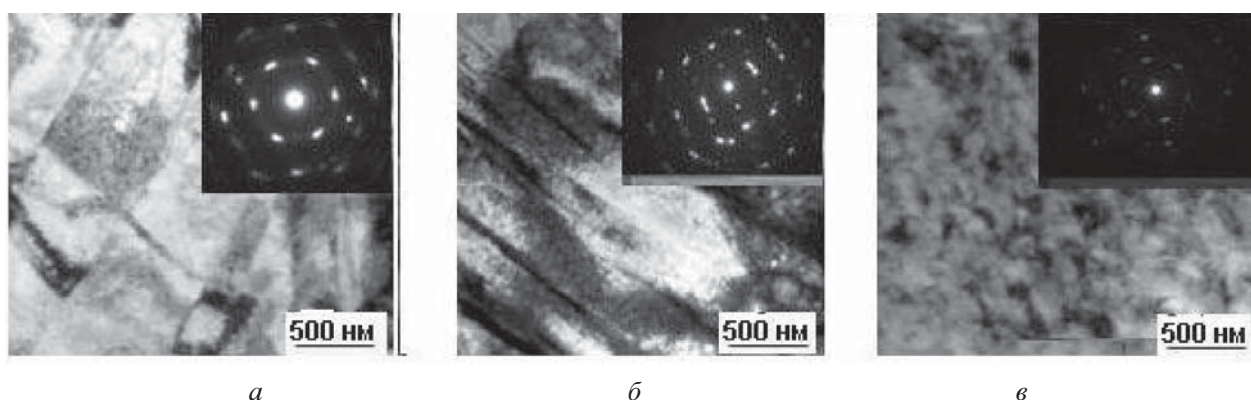


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение структуры сплава TiNi после ЭПП и соответствующие картины микродифракции:

a – при $e=0,36$; *б* – при $e=1,39$; *в* – при $e=1,39$ с отжигом при температуре 500 °С

Результаты структурных исследований образцов из сплава TiNi методом просвечивающей микроскопии после ЭПП представлены на рис. 2. При относительно небольшой истинной деформации ($e=0,36$) (рис. 2, *a*) наблюдаются деформационные полосы шириной около 500 нм. Расположение рефлексов на электронограмме указывает на их принадлежность к аустенитной фазе и на наличие осевой текстуры прокатки. Повышение истинной деформации до $e=1,39$ приводит к уменьшению толщины полос до нескольких десятков нанометров (рис. 2, *б*). В деформированных образцах с высокой истинной деформацией $e=1,39$ после отжига при температуре 500 °С наблюдается зеренная структура с размером кристаллитов в несколько десятков нанометров (рис. 2, *в*). На электронограмме парные рефлексы свидетельствуют о наличии R-фазы в структуре.

Таким образом, ЭПП в отличие от ротационнойковки приводит к резкому измельчению структурных элементов, вплоть до нанометри-

ческого диапазона. Этот вывод подтверждается также данными рентгеноструктурного анализа.

На представленных дифрактограммах (рис. 3) видны два эффекта: уширение пика после ЭПП образца и снижение относительной интенсивности пика. Первый эффект может быть связан как с внесением внутренних напряжений при прокатке, так и с измельчением зерна в структуре. Стоит отметить, что наблюдаемое уширение пика выражено не так явно, как снижение относительной интенсивности пика, которая более чем в 2 раза ниже относительной интенсивности аналогичного пика для образца после ротационнойковки. Второй эффект по видимому связан с различиями в кристаллографической текстуре рассматриваемых образцов, поскольку при ротационнойковке и прокатке напряженное и деформированное состояния достаточно сильно отличаются друг от друга. Представленная на рис. 3 дифрактограмма свидетельствует об идентичности фазового состава материала для разных схем деформирования до

$e = 1,39$. Основная фаза – аустенит.

Характеристики микроструктуры, а также микротвердость, измеренная на образцах с истинной деформацией $e = 0; 0,36; 0,8; 1,39$, сведены в таблицу. Сравнение прочностных характеристик проводили на образце с наименьшим диаметром (1 мм при $e = 3,58$), полученным с помощью ЭПП и ротационнойковки (рис. 4).

Как видно из таблицы, в процессе ротационнойковки чередуются подъем (при измельчении структуры) и спад (при увеличении размера зерна) микротвердости. В процессе ЭПП заметна тенденция к увеличению микротвердости вплоть до 4000 МПа при $e = 1,39$, что значительно выше, чем в процессековки при такой же истинной деформации образца (2950 МПа).

Анализ приведенных на рис. 4 кривых по-

казывает, что оба способа обработки образцов позволяют добиться существенного повышения напряжений разрушения по сравнению с исходным состоянием (850 МПа), а ЭПП позволяет сохранить достаточную пластичность (относительное удлинение 7 %). Напряжение разрушения после ЭПП составляет 1350 МПа, что на 400 МПа выше напряжения разрушения после ротационнойковки.

Таким образом, сравнение двух способов обработки образцов из сплава TiNi показывает, что ЭПП с последующим отжигом позволяет добиться более интенсивного измельчения зерен аустенита, вплоть до размера нанометрового диапазона и приводит к повышению механических характеристик образцов из сплава TiNi. Традиционная технология ротационной

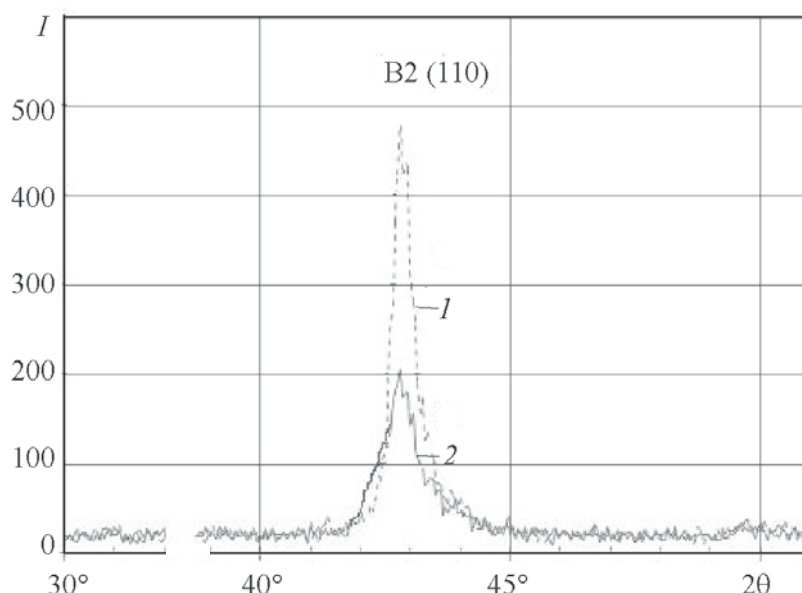


Рис. 3. Фрагмент рентгеновской дифрактограммы образца из сплава TiNi ($e = 1,39$):

1 – при ротационнойковки; 2 – при ЭПП

Структурные особенности и микротвердость сплава TiNi в процессе ротационнойковки и ЭПП

Вид обработки	Истинная деформация e	Характеристика структуры / размер фрагментов, мкм	Микротвердость, МПа
Исходное состояние	0	Зеренная / 50–70	2800
Ротационнаяковка ЭПП	0,36	Зеренная / 35 Деформационные полосы / ширина 500 нм	3180 3620
Ротационнаяковка ЭПП	0,8	Зеренная / 8 –	3790 3980
Ротационнаяковка ЭПП	1,39	Зеренная / 25 Деформационные полосы / ширина 20 – 30 нм	2950 4000
ЭПП и отжиг при температуре 500 °С		Зеренная / 0,05	3920

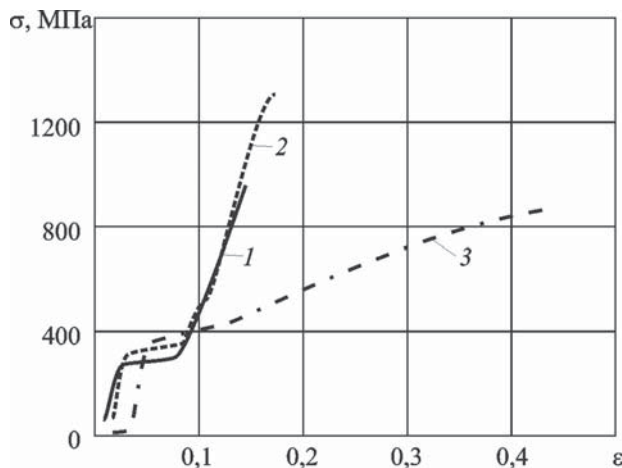


Рис. 4. Зависимость напряжения σ от деформации ε для образца из сплава TiNi при растяжении:

1 – при ковке ($\varepsilon = 3,58$) с отжигом при температуре 500 °С в течение 0,5 ч; 2 – при ЭПП ($\varepsilon = 3,58$) с отжигом при температуре 500 °С в течение 0,5 ч; 3 – исходное состояние образца

ковки в меньшей степени упрочняет материал, поскольку в процессе обработки может происходить динамическая рекристаллизация, приводящая к росту зерен.

Закключение

Данное исследование показало, что ЭПП может рассматриваться как способ получения наноструктурного состояния сплава TiNi. При сравнении структуры и механических характеристик образца из сплава TiNi, полученного с помощью традиционной технологии (ротационная ковка) и ЭПП, было установлено следующее. В процессе ротационнойковки не выявлено определенной тенденции к росту или измельчению аустенитного зерна. Способ ЭПП ($\varepsilon = 1,39$) с последующим отжигом при температуре 500 °С в течение 30 мин в отличие от ротационнойковки позволяет измельчить структуру сплава вплоть до размера кристаллитов, равного 50 нм. Микротвердость образца в процессе ЭПП повышается с увеличением истинной деформации ($\varepsilon = 1,39$) вплоть до 4000 МПа, что значительно выше микротвердости при той же истинной деформации после ротационнойковки (2950 МПа). Обе технологии позволяют добиться повышения прочности сплава TiNi по сравнению с исходной. Однако прочность образца из сплава после ЭПП ($\varepsilon = 3,58$) на 400 МПа выше, чем после ротационнойковки.

Список литературы

1. Хусаинов М.А., Пластинина Г.В., Бондарев А.Б., Андреев В.А. Особенности формирования механических свойств сплавов TiNi при обработке давлением // Ученые записки: электрон. науч. журнал Курского государственного университета, 2007. <http://www.admin.novsu.ac.ru/uni/scpapers.nsf/319f85f85d57590bc3256744002dc9dd/97fa4ac89bd9574cc325731c002fa13f!OpenDocument>
2. Прокошкин С.Д., Хмелевская И.Ю., Добаткин С.В. и др. Эволюция структуры при интенсивной пластической деформации сплавов с памятью формы на основе никелида титана // ФММ. 2004. Т. 97. № 6. – С. 84 – 90.
3. Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Прокошкин С.Д. и др. Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в сплавах TiNi, подвергнутых равноканальному угловому прессованию // ФММ. 2005. Т. 100. № 6. С. 91 – 102.
4. Троицкий О.А., Баранов Ю.В., Авраамов Ю.С., Шляпин А.Д. Физические основы и технологии обработки современных материалов (теория, технология, структура и свойства): в 2 т. Т.1. – М. – Ижевск: Институт компьютерных технологий, 2004. – 590 с.
5. Столяров В.В., Угурчиев У.Х., Трубицына И.Б. и др. Интенсивная электропластическая деформация сплава TiNi // ФТВД. 2006. Т. 4. № 16. С. 48 – 51.
6. Трубицына И.Б., Прокошкин С.Д., Коротцкий А.В. и др. Структурообразование в сплавах TiNi, подвергнутых интенсивной пластической и электропластической деформации // Журнал функциональных материалов. 2007. Т. 1. № 2. С. 66 – 71.
7. Андреев В.А., Хусаинов М.А., Бондарев А.Б. Технологические особенности получения проволоки из сплавов TiNi с эффектом памяти формы // Производство проката. 2008. № 9. С. 37 – 42.
8. Кайбышев О.А. и др. Сверхпластичность, измельчение структуры и обработка труднодеформируемых сплавов. – М.: Наука, 2002. – 438 с.
9. Лозинский М.Г. Строение и свойства металлов и сплавов при высоких температурах. – М.: Металлургиздат, 1963. – 536 с.

Материал поступил в редакцию 31.10.2011

**ПОТАПОВА
Анна Александровна**

Е-mail: ls3216@yandex.ru
Тел.: +7(495) 623-42-37,
+7(499) 135-34-45

Младший научный сотрудник Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, аспирант ФГБОУ ВПО «МГИУ». Сфера научных интересов – физическое материаловедение, сплавы с памятью формы, объемное наноструктурирование металлов и сплавов. Автор шести научных работ.

**СТОЛЯРОВ
Владимир
Владимирович**

Е-mail: vlstol@mail.ru
Тел.: +7(495) 623-42-37

Доктор технических наук, профессор кафедры материаловедения и ТКМ ФГБОУ ВПО «МГИУ», главный научный сотрудник Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН. Сфера научных интересов – физическое материаловедение, наноструктурные материалы. Автор более 250 научных работ.

**БОНДАРЕВ
Андрей Борисович**

Тел.: +7(495) 748-70-01

Кандидат технических наук, директор ЗАО «ПЦ МАТЭКС». Сфера научных интересов – методы обработки металлов давлением, титановые сплавы, сплавы с памятью формы, производство проката. Автор более 50 научных работ.

**АНДРЕЕВ
Владимир
Александрович**

Е-mail:
Andreev.icmateks@gmail.com
Тел.: +7(495) 748-70-01

Кандидат технических наук, заместитель директора по научной работе и производству ЗАО «ПЦ МАТЭКС». Сфера научных интересов – методы обработки металлов давлением, титановые сплавы, сплавы с памятью формы, производство проката. Автор более 50 научных работ.