

05.1;08

Влияние ультразвуковой пластической обработки на структурно-фазовое состояние поверхности никелида титана

© А.И. Лотков, А.А. Батулин, В.Н. Гришков,
Ж.Г. Ковалевская, П.В. Кузнецов

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск
E-mail: lotkov@ispms.tsc.ru

Поступило в Редакцию 20 июня 2005 г.

Приводятся результаты по исследованию влияния ультразвуковой обработки на рельеф, микроструктуру и фазовое состояние поверхности никелида титана. Показано, что ультразвуковое воздействие приводит к сильному упрочнению поверхностного слоя, его нанофрагментации и к изменению фазового состава.

1. Физические и механические свойства металлических материалов в значительной степени определяются структурно-фазовым состоянием поверхностных слоев (кристаллической структурой, размером зерна), концентрацией и типом дефектов. Известно, что при размере зерна 100 nm и меньше заметно возрастают пределы текучести и прочности сплавов при достаточно высокой их пластичности, в том числе и в сплавах на основе интерметаллических соединений, обладающих эффектом памяти формы и сверхупругости, в частности в никелиде титана (TiNi) [1]. В настоящее время известно несколько способов получения наноструктур в массивных образцах TiNi, например равноканальное угловое прессование (РКУП), всесторонняя ковка [1]. Наиболее эффективной для этих сплавов оказалась схема деформирования кручением под высоким давлением [2] и интенсивной деформацией прокаткой образцов после РКУП [3]. Для формирования наноструктурных слоев на поверхности сплавов необходимы специальные методы обработки [4]. Перспективный метод ультразвуковой обработки (УЗО) поверхности [5–7] для формирования субмелкокристаллических и наноструктурных слоев на поверхности материалов с эффектом памяти формы с целью исследования влияния этих слоев на физико-механические свойства указанных материалов ранее не использовался. В данной работе изложены первые результаты по исследованию влияния УЗО на

микроструктуру, микротвердость и фазовое состояние поверхностного слоя образцов из никелида титана.

2. Работа выполнена на образцах сплава TiNi с составом, близким к эквивалентному, испытывающих при охлаждении и нагреве термоупругие мартенситные превращения (МП) $B2 \leftrightarrow B19'$. Температура начала и конца МП при охлаждении (M_1 и M_2) и нагреве (A_1 и A_2) равны соответственно $M_1 = 340$ К, $M_2 = 313$ К, $A_1 = 360$ К, $A_2 = 370$ К. При 300 К образцы имели структуру мартенсита $B19'$ и крупнозернистую микроструктуру с равноосными зёрнами размером $\sim 25 \mu\text{m}$. Поверхность образцов (диски диаметром 30 mm и толщиной 1.8 mm) предварительно механически шлифовали; затем образцы отжигали при 1073 К в течение 1 h в вакууме не хуже 10^{-3} Pa, и после отжига методом химической полировки удаляли внешний слой на глубину ~ 0.2 mm.

В качестве источника ультразвуковых колебаний применяли генератор УЗГ-0.2/22 с частотой 22.8 kHz. Обработку поверхности образцов производили индентором со сферическим наконечником из твёрдого сплава BK8 диаметров 5 mm. Амплитуда колебаний индентора составляла 5–7 μm , а усилие прижима его к поверхности образца составляло 75 N [5]. Обработывали кольцевую зону образцов (12 и 5 mm — внешний и внутренний радиус кольца соответственно), вращающихся с угловой скоростью 62 rot/min, при радиальном перемещении индентора $s = 0.05$; 0.025 и 0.01 mm за один оборот. Параметры возникшего после обработки мезорельефа изучали с помощью профилометра MICROMEASURE 3D station, а микроструктуру — с помощью сканирующего туннельного мультимикроскопа СММ-2000Т. Структурно-фазовый состав образцов после УЗО исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М (FeK_α -излучение). Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3.

3. Обработка ультразвуком привела к существенному изменению морфологии поверхностного слоя. Возникает спиралевидный мезорельеф поверхности, не характерный для полированной поверхности исходного сплава (рис. 1). Изменения параметров шероховатости в результате УЗО приведены в таблице.

Из таблицы видно, что как R_a , так и R_z заметно (на 39 и 24% соответственно) уменьшаются после УЗО по сравнению с характеристиками поверхности после химической полировки. Отметим, что параметры периодичности регулярного мезорельефа поверхности обработанных образцов не прямо пропорциональны величине смещения индентора.

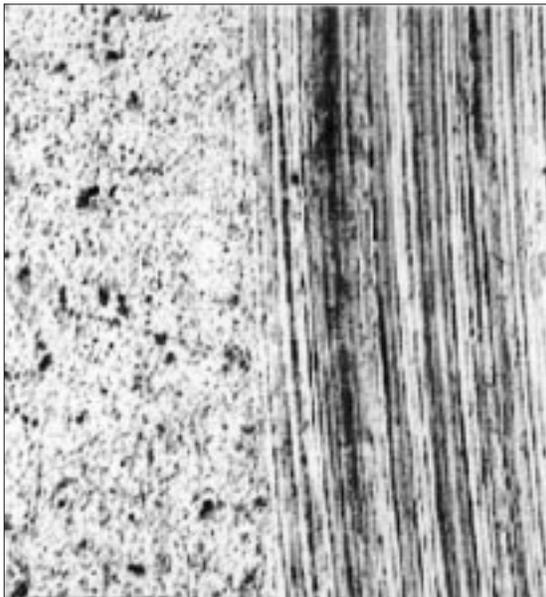


Рис. 1. Фрагмент рельефа исходной поверхности образца TiNi (слева) и после УЗО (справа) с $s = 0.05\text{mm/rot}$. $\times 200$.

При постоянной угловой скорости вращения образца и скорости подачи индентора происходит перекрытие „дорожек“ и многократное перекрытие ударов вдоль них по мере приближения к центру образца. Для понимания природы возникающего при этом мезорельефа и закономерностей перераспределения микрообъемов деформируемого сплава необходимы модельные эксперименты по исследованию характеристик ударного взаимодействия „индентор—образец“.

Параметры шероховатости R_a и R_z в зависимости от скорости радиальной подачи индентора s

Обработка поверхности	$s, \text{mm/rot}$	$R_a, \mu\text{m}$	$R_z, \mu\text{m}$
Химическая полировка	—	0.353	3.05
УЗО	0.05	0.312	1.96
УЗО	0.01	0.215	2.2

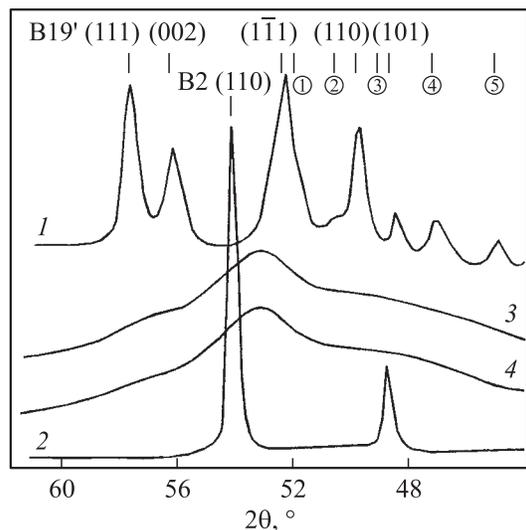


Рис. 2. Дифрактограммы TiNi в исходном состоянии (1, 2) при температурах 296 К (1), 360 К (2) и при 296 К после УЗО с $s = 0.05 \text{ mm/rot.}$, полученные от зон, расположенных на расстояниях 4 мм (3) и 6 мм (4) от внешнего края обработанного кольца. Площадь сканируемых участков $2.5 \times 4.0 \text{ mm}^2$.

4. Данные рентгеноструктурного анализа показали, что в результате УЗО не только возникает регулярный мезорельеф поверхности обработанных образцов, но и наблюдается изменение фазового состава наиболее деформированного поверхностного слоя (90% интенсивности дифракционной картины, полученной на FeK_α -излучении в интервале углов от 44 до 60°, формируется в слое толщиной $\sim 3.5 \mu\text{m}$). На дифрактограммах обработанных образцов (рис. 2) возникает широкий модулированный профиль дифрагированного излучения, включающий уширенные отражения мартенсита B19', отражение (110) B2 фазы (хорошо разрешены на дифрактограммах исходного сплава, рис. 2) и, возможно, содержащий дублет (003)–(112) ромбоэдрического R-мартенсита, появляющегося в сильно деформированных сплавах Ti–Ni приблизительно эквиатомного состава [3]. Качественно подобные дифрактограммы наблюдаются также после объемной ИПД двойных сплавов на основе TiNi [3] и характерны для ультрамелкодисперсных порошков, полученных методами механоактивации [8]. В составе этих

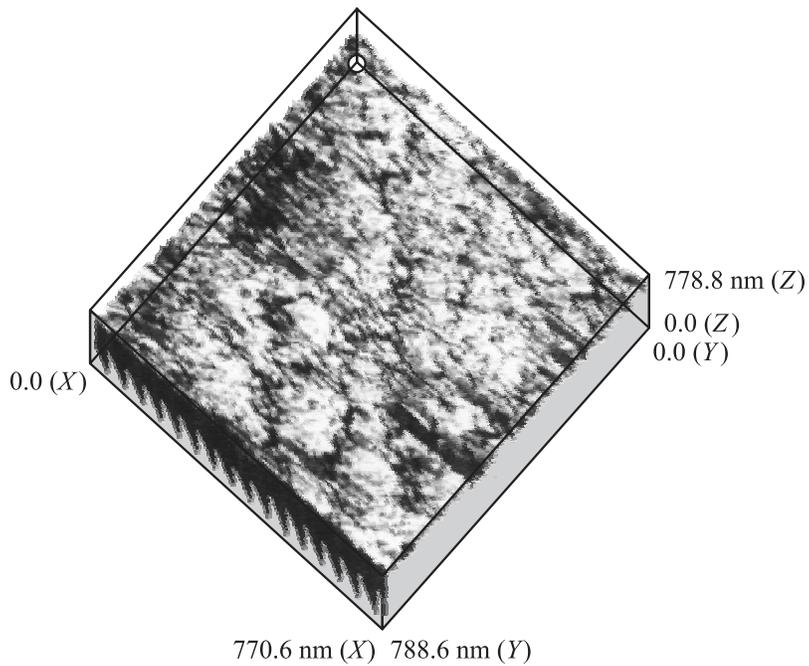


Рис. 3. Микроструктура поверхности TiNi после УЗО с $s = 0.025 \text{ mm/rot.}$, полученная в зоне, расположенной на расстоянии 6 mm от внешнего края обработанного кольца.

сплавов также появляется В2 фаза TiNi, что обусловлено понижением температур (M_1 и M_2) МП В2 \rightarrow В19' в результате деформационного упрочнения, сопровождающегося формированием субмикроскопического или наноструктурного состояния этих материалов.

В [1] установлено, что двойные сплавы на основе TiNi с субмикроструктурным или наноструктурным состоянием характеризуются более высокой микротвердостью H_μ , чем крупнозернистые аналоги (примерно в два раза). Измерения микротвердости образцов после УЗО показали, что H_μ увеличивается от 1.9 GPa (в исходном сплаве) до 3.5–4.0 GPa. При этом толщина упрочненного слоя, оцененная по изменениям величины отпечатков пирамидки Виккерса при увеличении нагрузки на него, составляет не менее $8 \mu\text{m}$ (на этой глубине H_μ уменьшилась примерно на 10%).

Результаты исследований микроструктуры поверхности упрочненного слоя методом сканирующей туннельной микроскопии показали, что в процессе УЗО формируется ультрамелкозернистая структура, включающая обширные области с наноструктурным состоянием сплава: полученные изображения состояли в основном из фрагментов размерами 100 nm и менее (рис. 3).

Полученные результаты демонстрируют эффективность применения УЗО для формирования наноструктурного состояния в приповерхностном слое и его упрочнения в сплавах на основе TiNi. Однако для практического применения этого метода не менее важной задачей, чем анализ структуры поверхностной зоны, является изучение структурно-фазового состояния и дефектов кристаллического строения примыкающей к ней внутренней подзоны с высоким уровнем дальнедействующих остаточных напряжений, толщина которой, например, в сталях и титане достигает 200 μm [4–7]. Важность подобных исследований обусловлена сильной зависимостью температур, последовательности МП и характеристик эффекта памяти формы и сверхэластичности в сплавах на основе TiNi от типа и величины внутренних напряжений.

Работа выполнена при финансовой поддержке интеграционного проекта СО РАН № 8.10 Программы фундаментальных исследований президиума РАН № 8.

Список литературы

- [1] *Pushin V.G., Valiev R.Z.* // Proc. Sump. Interfac. effect novel prop nanomat. Waitz, E-MRS Fall Meeting, 2002.
- [2] *Waitz T., Kazykhanov V., Karnthaler H.P.* // Acta Mat. 2004. V. 52. P. 137–147.
- [3] *Гришков В.Н., Лотков А.И., Дударев Е.Ф.* и др. // Физ. мезомех. 2004. Спец. вып. Ч. 2. С. 26–29.
- [4] *Lu K., Lu J.* // Mat. Sci. Eng. 2004. V. 375–377. P. 38–45.
- [5] *Панин В.Е., Клименов В.А., Ковалевская Ж.Г.* и др. / Сб. тр. Межд. конгресса „Механика и трибология транспортных систем-2003“. Сентябрь 2003 г. В 2-х т. Т. 2. Ростов н/Д: Рост. гос. ун-т путей сообщения, 2003. С. 195–198.
- [6] *Колобов Ю.Р., Кашин О.А., Дударев Е.Ф.* и др. // Изв. вузов. Физика. 2000. № 9. С. 45–50.
- [7] *Панин А.В.* // ФММ. 2004. Т. 98. № 1. С. 109–118.
- [8] *Итин В.И., Терехова О.Г., Ульянова Т.Е.* и др. // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. В. 10. С. 73–79.