

05;10;12

Пластическая деформация и разрушение ионно-модифицированного сплава $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$ с эффектом памяти формы на мезо- и макроуровнях

© Л.Л. Мейснер, В.П. Сивоха, Ю.П. Шаркеев, С.Н. Кульков, Б.Н. Гриценко

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
634021 Томск, Россия

(Поступило в Редакцию 1 октября 1998 г.)

Исследовано влияние ионно-модифицированного поверхностного слоя на пластичность, эффект памяти формы и мезоструктуру поверхности разрушения сплава $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$. Установлено, что ионная имплантация приводит к повышению микротвердости поверхностного слоя глубиной до $\sim 1 \mu m$ и к общей пластификации сплава. Мезоструктуры поверхностей излома исходных и имплантированных образцов имеют принципиальные различия. В имплантированных образцах непосредственно под облученной поверхностью формируется слой толщиной, кратной размеру зерна $B2$ -фазы, с характерным мезорельефом, отличным от рельефа неимплантированных образцов, и иными пластическими свойствами. В результате данной поверхностной обработки параметры эффекта памяти формы в образцах не ухудшаются, циклическая термостойкость возрастает.

Введение

Известно, что особенности протекания деформационных процессов в сплавах с эффектом памяти формы (ЭПФ) во многом определяются пластичностью исходной фазы. В малопластичном материале образование под напряжением или при изменении температуры мартенситного кристалла переориентация существующих кристаллов мартенсита или передвойникование могут вызвать гранично-зеренное растрескивание, понижение циклоустойкости при термоциклировании, преждевременное разрушение [1]. Изменить исходные пластические характеристики материала можно путем создания на его поверхностях слоев с модифицированными мезоструктурой и химическим составом.

Высокодозовая ионная имплантация поверхности является одним из эффективных методов повышения прочностных свойств металлических материалов. Как следствие изменения фазово-структурного состояния приповерхностных слоев имеет место изменение механических свойств (микротвердость, износостойкость, коэффициент трения и т.п.) имплантированных материалов. При этом состоянии приповерхностных слоев, препятствующих образованию и распространению микротрещин, оказывает существенное влияние на развитие пластической деформации и разрушение материала на всех масштабных уровнях (микро-, мезо- и макро-) [2].

Деформационное поведение сплавов с ЭПФ на микроуровне при нагружении неоднократно исследовалось [3–5]. Следует ожидать, что в этих сплавах формирование тонкого приповерхностного ионно-модифицированного слоя окажет существенное влияние на пластическое поведение материала как в целом на макроуровне, так и на более глубоких масштабных уровнях деформации (мезо- и микро-). Данные о том, как влияют

модифицированные тонкие приповерхностные слои на развитие пластической деформации и разрушение материалов с ЭПФ на различных масштабных уровнях деформации, в современной литературе отсутствуют. Поэтому цель настоящей работы — изучить влияние ионной модификации поверхностных слоев на пластические свойства, ЭПФ, эволюцию деформационной структуры сплава $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$ после его разрушения с выявлением ее особенностей на различных масштабных уровнях деформации.

Материал и методика эксперимента

Выбор сплава $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$ для исследований основывался на следующем: 1) мартенситное превращение (МП), обуславливающее ЭПФ, в данном сплаве протекает по простой схеме $B2 \leftrightarrow B19'$; 2) характеристические температуры МП и ЭПФ располагаются в удобных для исследования температурных интервалах; 3) сплав перспективен для практического использования. Ранее [4,5] нами были детально исследованы "высокотемпературные" сплавы с ЭПФ системы $Ni_{50}Ti_{50-x}Zr_x$. Было обнаружено, что важнейшие неупругие свойства этой системы проявляются максимально при составе $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$, а сам сплав весьма технологичен.

В качестве элемента, имплантируемого в поверхность, был выбран молибден, создающий с β -Ti непрерывный ряд твердых растворов [6] и один из лучших пластификаторов β -сплавов на основе титана [7].

Методы приготовления слитков и образцов описаны в [4]. Для настоящих исследований образцы были приготовлены в виде игл (средний размер $1 \times 1 \times 20 \text{ mm}$) и плоских пластинок ($1 \times 10 \times 20 \text{ mm}$). Поверхности образцов были предварительно электролитически отполированы в горячем растворе $89 \text{ ml H}_2\text{O} + 2 \text{ ml HF} + 2 \text{ ml HNO}_3$.

Ионная обработка поверхности выполнена с помощью вакуумно-дугового частотно-импульсного ионного источника "Диана-2". Ионы молибдена имплантировались при ускоряющем напряжении 50 kV с частотой следования импульсов 50 pps. Расчетные дозы ионного облучения были равны $1 \cdot 10^{17}$ (1-я), $5 \cdot 10^{17}$ ион·см⁻² (2-я). Температура образцов в процессе ионной имплантации не превышала 100–150°C. Ионной обработке подвергались одновременно одна сторона плоского образца и по две боковых грани игл, зажатых в единый пакет так, чтобы боковые грани игл были обработаны полностью.

Механические свойства изучали в режиме кручения на установке "Обратный крутильный маятник". Данная методика позволяет исследовать механические свойства поверхностных слоев материала, которые при кручении в первую очередь вовлекаются в деформационные процессы. Испытаниям подвергались три группы образцов в виде игл (по три образца в каждой группе): с исходным состоянием без ионно-модифицированной поверхности, с имплантированными 1-й и 2-й дозами боковыми поверхностями. Температура испытаний поддерживалась выше температуры начала прямого деформационного МП (M_d) и составляла +170°C. Это позволяло сохранять в образцах однофазное B2-состояние и исключать влияние на деформационные процессы неупругих составляющих, связанных с МП.

Эксперимент проводили по схеме: образец в виде иглы заряжали в установку, нагружали, закручивая его на определенный угол, значение которого фиксировали. Затем снимали нагрузку и после этого измеряли величину угла, установившегося после частичного снятия деформации. Общую γ_G и остаточную γ_R величины деформации вычисляли по формуле

$$\gamma = \frac{d\Delta n}{2lR},$$

где d , l — средний диаметр и длина образца; $R \equiv \text{const}$ — постоянный параметр, учитывающий геометрию установки; Δn — разность значений углов максимального закручивания и установившегося после снятия нагрузки (в единицах шкалы установки).

Процесс нагружения и разгрузки повторяли, увеличивая угол закручивания до разрушения образца.

Микротвердость исходного и имплантированных сплавов измеряли на плоских образцах на приборе ПМТ-3М1. Величина нагрузки на индентор варьировалась в интервале 0.02–0.3 N.

Для определения размера зерен в исходном материале поверхности плоских образцов предварительно шлифовали, электролитически полировали, а затем подвергали ионному травлению в вакуумном универсальном посту ВУП-5. Изучение морфологии поверхности и определение размера зерен проводили с помощью оптико-телевизионного комплекса "Неофит-32". Поверхности изломов исследовали на растровом микроскопе РЭМ-200.

Результат эксперимента

Исходное состояние закаленного от 800°C сплава характеризовалось следующим фазовым составом: (~ 90) vol.% B2 + (~ 10) vol.% (B19' + вторичные фазы). Микротвердость сплава по Виккерсу составила ~ 40 kg/mm², а размер зерен основной B2-фазы ~ 30–40 μm.

Имплантация ионов молибдена привела к существенному увеличению микротвердости на поверхности сплава $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$ по сравнению с исходным состоянием (рис. 1). При малых нагрузках на индентор прирост микротвердости обусловлен вкладами приповерхностных, имплантированных слоев. При более высоких нагрузках (≥ 0.1 N) определяющим является вклад нижележащих слоев. Согласно [2], микроструктура этих слоев должна отличаться от микроструктуры исходного состояния, так как после ионной имплантации вследствие "эффекта дальнего действия" в них формируется специфическое микрокристаллическое состояние с модифицированной дислокационной структурой, приводящее к изменению в этой зоне пластических свойств, прочности, микротвердости и др. Согласно представленным на рис. 1 зависимостям $H_\mu(h)$, глубина модифицированного микрокристаллического слоя в сплаве $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$ составляет ~ 1 μm и не зависит от дозы имплантирующего воздействия. При нагрузках выше 0.2 N микротвердость определяется не столько легированным слоем и слоем с модифицированной микроструктурой, сколько нижележащими слоями с неизменными микро- и мезоструктурами, чему соответствует участок на рис. 1, на котором значения $H_\mu(h)$ для имплантированных и неимплантированных образцов совпадают.

Результаты механических испытаний на кручение иллюстрируются рис. 2, на котором приведены кривые накопления остаточной деформации (γ_R) при увеличе-

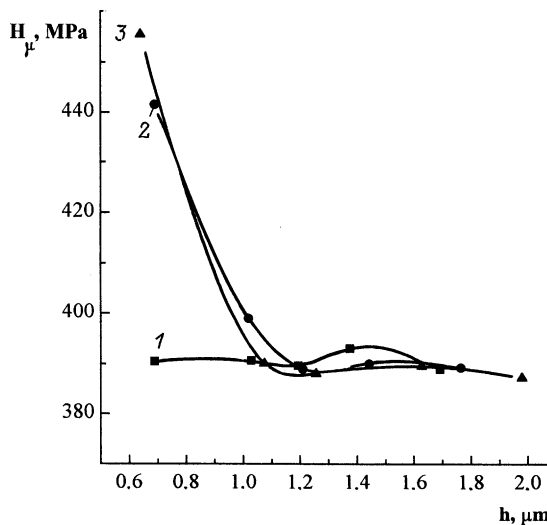


Рис. 1. Зависимость микротвердости сплава от глубины индентирования: 1 — исходное, 2 — 1-я доза, 3 — 2-я доза.

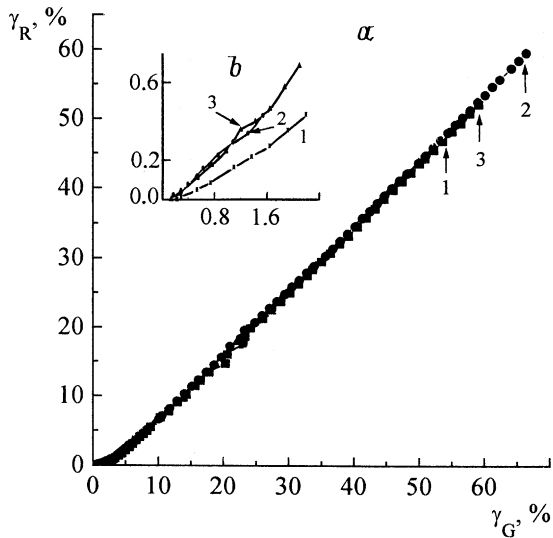


Рис. 2. Зависимость остаточной пластической деформации от величины внешней нагрузки, задаваемой образцу в циклах нагружение–разгружение при кручении: *a* — общий вид, *b* — начальная область малых нагрузений; 1–3 — то же, что и на рис. 1.

нии приложенных к образцу внешних напряжений (γ_G). Отметим, что экспериментальные значения величин γ_R и γ_G для всех повторных испытаний в исходных и имплантированных образцах совпадают в пределах допустимых погрешностей эксперимента. Оказалось, что качественный вид кривых $\gamma_R(\gamma_G)$ как для исходных, так и для имплантированных образцов подобен, за исключением граничных областей (начало и конец испытаний каждой группы образцов) (рис. 2, *a*). Обнаружено, что в образцах с имплантированными поверхностями появление остаточной деформации начинается при меньших значениях внешних нагрузок, а скорость ее накопления в области малых нагрузок (в интервале значений γ_G от ~ 0 до $\sim 5\%$) выше, чем в образцах без имплантированного слоя (рис. 2, *b*). При этом для всех типов образцов в данном интервале нагружения накопление остаточной деформации осуществляется нелинейно. При увеличении γ_G более чем на 5% все кривые $\gamma_R(\gamma_G)$ для имплантированных и неимплантированных сплавов совпадают, а характер накопления остаточной деформации становится линейным. Важной особенностью, выявленной при изучении кривых $\gamma_R(\gamma_G)$, является наличие существенно различающихся по величине значений максимальной накопленной до разрушения остаточной деформации (γ_R^{\max}) (эти значения для трех степеней поверхностной обработки отмечены стрелками на рис. 2, *a*). Оказалось, что в имплантированных образцах величины γ_R^{\max} в среднем на 10% выше, чем в неимплантированных. При этом большие значения приходятся на образцы, имплантированные 1-й дозой (рис. 3). Таким образом, из анализа поведения кривых $\gamma_R(\gamma_G)$ следует, что характер накопления остаточной деформации в материале после ионной

имплантации сохраняется прежним, а деформационные интервалы, в которых $\gamma_R \geq 0$, увеличиваются: в области малых нагрузок — в сторону меньших значений γ_G , а в области максимальных нагрузок — в сторону увеличения значений γ_G . Полученный результат означает, что пластичность имплантированных образцов существенно повышается по сравнению с исходными.

Исследование структуры поверхности разрушения исходного образца показало, что он претерпел вязкое межзеренное разрушение. Как видно из рис. 4, в середине образца сформировался типичный для вязкого разрушения ямочный рельеф со следами сильной локальной деформации материала вдоль межфазных или межзеренных границ. В областях, близких к боковой по-

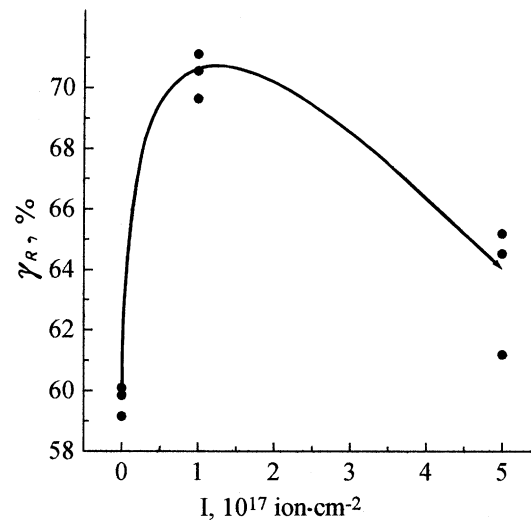


Рис. 3. Зависимость величины максимальной накопленной до разрушения пластической деформации γ_R^{\max} от интенсивности ионного пучка в сплаве $\text{Ni}_{50}\text{Ti}_{40}\text{Zr}_{10}$.

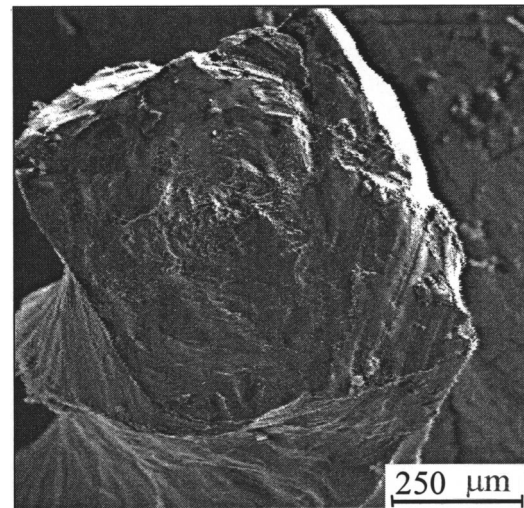


Рис. 4. Поверхность излома сплава без имплантированного слоя.

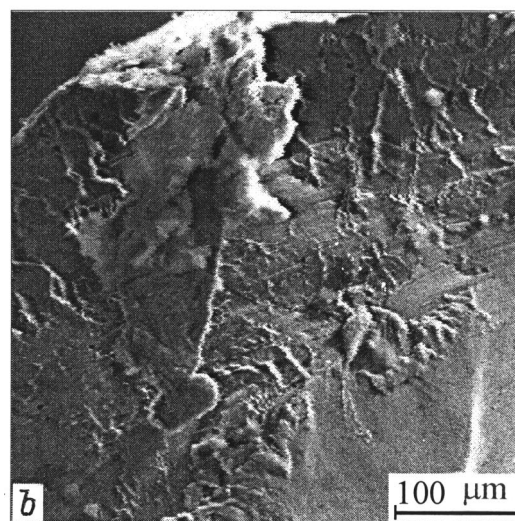
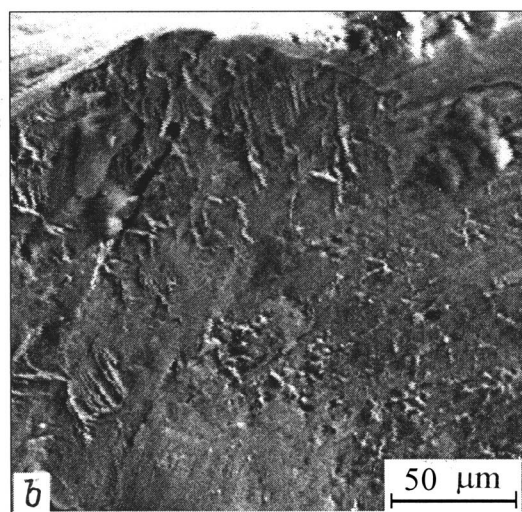
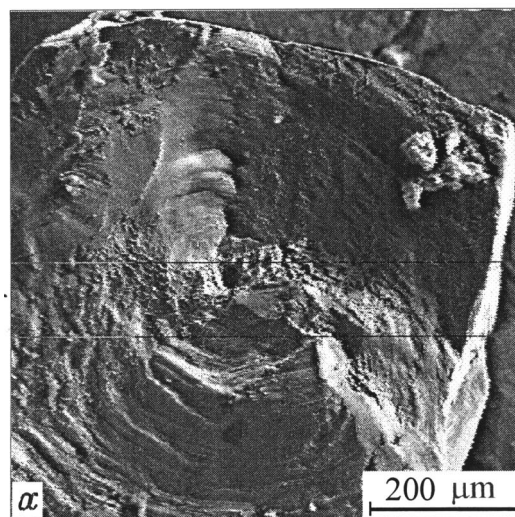
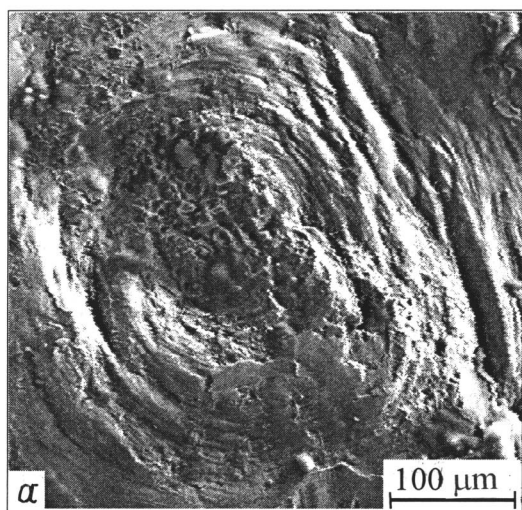


Рис. 5. Поверхность излома имплантированного сплава: *a* — центр сечения, *b* — область под ионно-модифицированной 1-й дозой боковой поверхностью образца.

Рис. 6. Поверхность излома имплантированного сплава: *a* — центр сечения, *b* — область под ионно-модифицированной 2-й дозой боковой поверхностью образца.

верхности образца, картина более размыта из-за высокой пластичности материала.

При сравнении центральных частей фрактограмм имплантированных (рис. 5, *a*, 6, *a*) и исходного (рис. 4) образцов обнаруживается почти полное подобие их поверхностных рельефов. Как и в первом случае, имплантированные образцы, проявив высокую пластичность и накопив более 50% необратимой деформации, претерпели вязкое транскристаллитное разрушение с образованием типичного для него рельефа. Важной отличительной чертой для всех имплантированных образцов является появление расположенного вдоль периметра образца, непосредственно под ионно-модифицированной поверхностью сетчатого рельефа, обусловленного хрупким разрушением зерен *B2*-фазы путем сколов по кристаллографическим плоскостям (рис. 5, *b*, 6, *b*). В образцах, имплантированных 1-й дозой, ширина зоны хрупкого

разрушения примерно равна размеру зерна *B2*-фазы, т. е. $\sim 40 \mu\text{m}$. В образцах, имплантированных 2-й дозой, эта область шире и охватывает 3–4 слоя зерен. Таким образом, под ионно-модифицированным микроструктурным слоем сформировалась область, протяженность и свойства которой уже выходят за рамки микроструктурного масштабного уровня описания деформации, но еще не охватывают объем всего материала образца, т. е. область, которую, в рамках представлений, развитых в работах В.Е. Панина [8], можно назвать мезоструктурным слоем деформации в ионно-имплантированном сплаве $Ni_{50}Ti_{40}Zr_{10}$. Механические свойства мезоструктурного слоя, а именно — величина микротвердости, пластичность, морфология разрушенной поверхности, качественно отличаются от основной части материала. В зависимости от степени ионного воздействия, глубины этих слоев различны.

Измерения параметров ЭПФ в исходных и имплантированных образцах не обнаружили заметного различия их величин и поведения. Температурный интервал проявления ЭПФ в исходных и имплантированных образцах одинаков. Величина неупругой деформации также остается неизменной и достигает во всех исследованных образцах максимально возможного для данного состава значения $\sim 10\text{--}11\%$. Однако разрушение в результате термоциклов образцов с ионно-модифицированной поверхностью происходит при напряжениях, больших на $10\text{--}15\%$ приложенных внешних напряжений. Компенсация общей накапливаемой при этих нагрузках деформации осуществляется за счет пластической составляющей.

Заключение

Таким образом, пластические свойства материала в целом существенно повысились после ионной модификации его поверхности. На ранних стадиях деформирования вовлечение поверхностных слоев в процесс пластической деформации в имплантированных образцах происходит при меньших внешних нагрузках. Вследствие создания в этих слоях модифицированной деформационной структуры, предотвращающей зарождение трещин, пластичность всего объема материала до разрушения повышается. О наличии иного по своим пластическим свойствам мезоструктурного деформационного слоя, лежащего непосредственно под ионно-модифицированной поверхностью, свидетельствуют результаты исследования фрактограмм сплава. Факт изменения структуры и свойств такого слоя толщиной в одно зерно (1-я доза) и в 3–4 зерна (2-я доза) позволяет предполагать, что зерно исходного $B2$ -фазы может участвовать в элементарном акте пластической деформации как целое и являться на мезомасштабном структурном уровне основным элементом деформации в сплаве $\text{Ni}_{50}\text{Ti}_{40}\text{Zr}_{10}$. Повышение пластичности исходной $B2$ -фазы после ионной модификации поверхности образцов сплава $\text{Ni}_{50}\text{Ti}_{40}\text{Zr}_{10}$, не меняя параметров ЭПФ, повышает стойкость к разрушению при термоциклировании с большими нагрузками.

Часть исследований выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 96-15-96094).

Список литературы

- [1] Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. Металлофизика высокопрочных сплавов. М.: Металлургия, 1986. 312 с.
- [2] Шаркеев Ю.П., Гирсова Н.В. и др. // Физ. и хим. обраб. материалов. 1996. № 4. С. 14–20.
- [3] Дударев Е.Ф. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов. Томск, 1988. 256 с.
- [4] Мейснер Л.Л., Сивоха В.П. // ФММ. 1996. Т. 81. Вып. 5. С. 160–167.

- [5] Meisner L.L., Sivokha V.P. // J. de Phys. IV Colloque C8. Supplement au J. de Phys. III. 1995. Vol. 5. N 12. P. C8-765–C8-769.
- [6] Эллиот Р.П. Структуры двойных сплавов. М.: Металлургия, 1970. Т. 2. С. 207.
- [7] Коллингз Е.В. Физическое металловедение титановых сплавов. М.: Металлургия, 1988. 224 с.
- [8] Панин В.Е. Изв. вузов. Физика. 1998. Т. 41. № 1. С. 7–34.