

## Механизмы повышения усталостной долговечности никелида титана, обусловленные электронно-пучковой поверхностной обработкой

*Л.Л. Мейснер\*, С.Н. Мейснер, Ф.А. Дьяченко, М.Г. Остапенко*

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

*\*llm@ispms.ru*

**Аннотация.** В работе изучено влияние обработок низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) на закономерности накопления усталостной деформации и разрушения образцов TiNi сплава при циклическом растяжении в режиме малоциклового нагружения. Обработка поверхностей образцов выполнена на электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» с параметрами электронного пучка: плотность энергии  $E_S = 1.5, 3.7$  Дж/см<sup>2</sup>, продолжительность импульса  $\tau = 2.5$  мкс, число импульсов  $n = 5, 15$ . Выявлены различия в стадийности распространения магистральных усталостных трещин при циклическом растяжении необлученных и облученных образцов TiNi. Определены преимущественные механизмы квазистатического и усталостного разрушения на различных стадиях распространения трещин. Установлена корреляция между стадийностью распространения усталостных трещин и формированием пластических зон на поверхностях разрушения в необлученных и облученных образцах. Показано, что обработки НСЭП приводят к увеличению циклоустойкости образцов в  $\sim 1.5$ –2 раза. Наибольшее влияние поверхностной модификации проявляется на Стадии I распространения усталостной трещины. Более позднее (на  $\Delta N \geq 3000$  циклов) начало этой стадии и низкая скорость распространения усталостных трещин на этой стадии в облученных образцах, приводит к увеличению ее продолжительности, по сравнению с необлученными образцами.

**Ключевые слова:** никелид титана; модификация поверхности; электронно-пучковая обработка; малоцикловая усталость, усталостные трещины, фрактография.

### 1. Введение

Научный и практический интерес к сплавам на основе никелида титана (TiNi) обусловлен их особым термомеханическим поведением [1]. В настоящее время существует множество инженерных приложений данных сплавов, а ограничения применений связано с их сравнительно низкими усталостными свойствами [2]. Поэтому актуальным является поиск эффективных способов повышения усталостных характеристик сплавов TiNi, обеспечивающих их безотказную эксплуатацию в циклически нагружаемых узлах.

Перспективным методом повышения усталостной долговечности титановых сплавов считается объемная наноструктуризация [3]. Это технически сложный процесс с существенными ограничениями, связанными как с условиями термомеханических обработок, так и с требованиями к обрабатываемым материалам. Применительно к миниатюрным изделиям из TiNi (например, из проволоки диаметром 100–500 мкм, используемым в медицине или микроэлектронике), более перспективными представляются методы наноструктурирования приповерхностных слоев толщиной 1–10 мкм, учитывая, что в этом случае объемные доли модифицированного материала в прилежащих к поверхности слоях и во внутренних объемах становятся соизмеримыми [4].

Эффективными способами очистки поверхности металлических материалов от нежелательных включений являются способы, основанные на использовании низкоэнергетического (10–40 кэВ) сильноточного электронного пучка (НСЭП) [5]. Облучение металлической поверхности микросекундным НСЭП при плотностях энергии 2–5 Дж/см<sup>2</sup> обеспечивает плавление поверхностного слоя микронной толщины и приводит не только к очистке от нежелательных примесей, гомогенизации химического состава расплава, но и, из-за высокоскоростного (при скоростях охлаждения  $\sim 10^9$  К/с) затвердевания расплавленного слоя [5], к формированию специфической наноструктуры в поверхностном

слое толщиной 2–5 мкм, а также, благодаря возникновению ориентированных в объем полей остаточных напряжений, кратному увеличению толщины слоя с модифицированными свойствами [6, 7].

Учитывая сказанное, цель работы – выявить различия в закономерностях распространения усталостных трещин в TiNi образцах до и после их обработок НСЭП и исследовать влияние НСЭП обработок на закономерности накопления усталостной деформации и разрушения образцов TiNi сплава при циклическом растяжении в режиме малоциклового нагружения, включая фрактографический анализ поверхностей усталостного разрушения.

## 2. Материалы, методы обработок и исследований

Образцы для исследований приготовлены из листового проката (толщина листа ~ 1.3 мм) сплава TiNi марки ТН1 (МАТЭК-СПФ, Россия). Химический состав сплава: Ti-55.08 Ni -0.051 C – 0.03 O – 0.002 N (вес.%), фазовый состав {~90 об.% B2(TiNi) + ~10 об.% Ti<sub>2</sub>Ni), средний размер зерна в поперечном сечении листа 20×30 мкм, температура начала обратного мартенситного превращения  $A_N = 308$  К. Образцы размерами 50×8.6 мм в виде двухсторонних лопаток вырезаны на лазерном станке тонкой резки TRUMPF 2600 (Trumpf-Laser, Германия). В середине боковой грани каждого образца-лопатки был сделан надрез глубиной ~0.5 мм электроискровым способом (диаметр проволоки  $\varnothing = 0.2$  мм). После изготовления образцы помещали в закрытые титановые контейнеры, отжигали в вакуумной печи СНВЗ 1.3.1 (ООО Призма, Россия) при  $T = 1073$  К в течение 1 часа и затем охлаждали с печью. Предварительная обработка поверхностей, описанная в [8], включала химическое травление, механическую шлифовку, электролитическую полировку. Образцы, для которых эта обработка была финишной далее обозначены как исходные TiNi-образцы. Образцы после НСЭП обработок обозначены как TiNi<sup>EBi</sup> (EB – electron beam, номер НСЭП обработки  $i = 1, 2, 3$ ).

НСЭП обработки выполнены на электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» (Микросплав, Россия) [9] с параметрами электронного пучка: плотность энергии  $E_s = 1.5, 3.7$  Дж/см<sup>2</sup>, продолжительность импульса  $\tau = 2.5$  мкс (промежуток времени между импульсами составлял  $\Delta t = 10$  с), число импульсов  $n = 5, 15$  (Таблица 1). НСЭП обработку образцов для усталостных испытаний проводили с 4-х сторон.

Таблица 1. Параметры электронно-пучковых обработок образцов TiNi сплава

Обозначение	$E_s$ , Дж/см <sup>2</sup>	$\tau$ , мкс	$n$
TiNi	–	–	–
TiNi <sup>EB1</sup>	1.5	2.5	5
TiNi <sup>EB2</sup>	1.5	2.5	15
TiNi <sup>EB3</sup>	3.7	2.5	5

Механические испытания в режиме малоциклового усталости на «растяжение–растяжение» проводили на испытательной машине Instron 5582 (Instron, Великобритания) с асимметрией цикла  $R = 0.1$  при максимальной нагрузке 160 МПа и частоте 20 Гц. Исследования процессов роста усталостной трещины проводили путем определения размеров трещины *in-situ* с помощью оптического микроскопа Альтами Мет 3С (Альтами, Россия), оснащенного камерой Basler ace Classic (Basler, Germany), установленных на испытательной машине. Измерения проводили через каждые 300 циклов испытаний от начала появления микротрещины на оптическом изображении поверхности образца до полного разрушения образца.

Структуру поверхностей разрушения изучали на растровом электронном микроскопе (РЭМ) EVO 50 (Zeiss, Германия) при ускоряющем напряжении  $U = 20$  кВ.

### 3. Результаты и обсуждение.

#### 3.1. Распространение усталостных трещин в TiNi- и TiNi<sup>EB</sup>- образцах.

На Рис. 1 приведены типичные интерполяционные зависимости длины  $L$  магистральной усталостной трещины от количества циклов  $N$  для образцов до (1) и после НСЭП обработок (2) – (4). Как видно, в TiNi-образцах процесс распространения магистральной усталостной трещины носит типичный двух-стадийный характер. На начальной Стадии I стабильный рост усталостной трещины характеризуется средней скоростью распространения  $\sim 0.4$  мкм/цикл. На следующей Стадии II ускоренного роста усталостной трещины средняя скорость возрастает до  $\sim 1.1$  мкм/цикл, что в  $\sim 2.8$  раза больше, чем на предыдущей стадии.

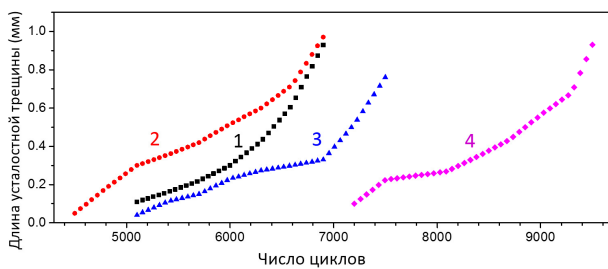


Рис.1. Типичные интерполяционные зависимости длин усталостных трещин от числа циклов при циклическом растяжении образцов TiNi (1), TiNi<sup>EB1</sup>(2), TiNi<sup>EB2</sup>(3), TiNi<sup>EB3</sup>(4).

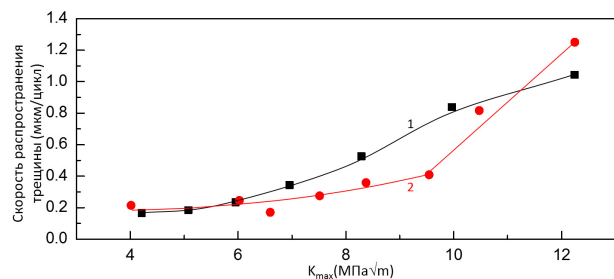


Рис.2. Типичные зависимости скоростей роста усталостных трещин от максимального коэффициента интенсивности напряжений для образцов TiNi (1), TiNi<sup>EB3</sup>(2).

НСЭП обработки привели к ряду изменений на зависимостях  $L(N)$ . Во-первых, НСЭП обработки с минимальной плотностью  $E_s = 1.5$  Дж/см<sup>2</sup>, независимо от числа импульсов ( $n=5, 15$ ), не привели к заметному изменению интервалов циклостойкости групп TiNi<sup>EB1</sup> и TiNi<sup>EB2</sup> образцов. Напротив, в TiNi<sup>EB3</sup>-образцах, после 5-кратной НСЭП обработки поверхности с самой высокой плотностью энергии  $E_s = 3.7$  Дж/см<sup>2</sup>, зарождение усталостных трещин началось на  $\Delta N = +2000-3000$  циклов позже, чем в остальных группах образцов. Во-вторых, у всех облученных образцов формы кривых  $L(N)$  приобрели многоступенчатый вид (Рис.1, кривые 2–4), что указывает на изменение механизмов, ответственных за распространение усталостных трещин в этих образцах на разных интервалах циклического растяжения.

Из Рис.1 следует, что наиболее заметное и эффективное повышение усталостных характеристик наблюдается в группе TiNi<sup>EB3</sup>-образцов. Так, после сравнительно короткого (200–250 циклов) начального этапа распространения усталостной трещины со скоростью  $\sim 0.45$  мкм/цикл, близкой к ее скорости у исходных образцов на Стадии I, имеет место продолжительный этап распространения трещины со средней скоростью  $\sim 0.2$  мкм/цикл, что в  $\sim 2$  раза меньше, чем в начале этого процесса (Рис.1, кривая 4). При дальнейшем циклировании средние скорости распространения усталостной трещины в группе TiNi<sup>EB3</sup>-образцов возрастают от  $\sim 0.8$  до  $\sim 1.3$  мкм/цикл, что позволяет обозначить данный процесс как Стадию II ускоренного нестабильного роста усталостной трещины. Следует отметить, что TiNi<sup>EB3</sup>-образцы разрушаются, в среднем, на 2000–3000 циклов позднее, чем TiNi-образцы.

Сказанному выше соответствуют кинетические диаграммы разрушения TiNi- и TiNi<sup>EB3</sup>-образцов, приведенные на Рис.2 в виде зависимостей скоростей роста усталостных трещин от коэффициента максимальной интенсивности напряжений  $K = \sigma_{max}(2\pi L)^{1/2}$ , где  $\sigma_{max} = 160$  МПа – максимальное напряжение растяжения. Из сравнения этих зависимостей

видно, что в диапазонах изменения  $K \sim 6-9$  и  $9-10$  МПа·м<sup>1/2</sup> скорости распространения усталостной трещины в TiNi<sup>EB</sup>-образцах остаются в  $\sim 2$  и  $\sim 4$  раза меньшими, чем у TiNi-образцов.

### 3.2. Поверхности усталостного разрушения TiNi- и TiNi<sup>EB</sup>- образцов

Макро- и микрорельефы поверхностей разрушения TiNi- и TiNi<sup>EB</sup>- образцов имеют общие черты. На макрорельефах поверхностей можно выделить две характерные зоны – зону распространения усталостной трещины и зону катастрофического разрушения (долома) (Рис.3). На поверхностях разрушения TiNi-образцов пластическая зона, соответствующая распространению усталостной трещины, как правило, содержит русло единственной магистральной усталостной трещины (Рис.3а), проходящей почти вдоль центрального сечения образца длиной в  $\sim 1/2$  широкой стороны образца. Вторичные усталостные трещины слабо выражены, выходят на поверхность на расстоянии 200–400 мкм от кромки надреза.

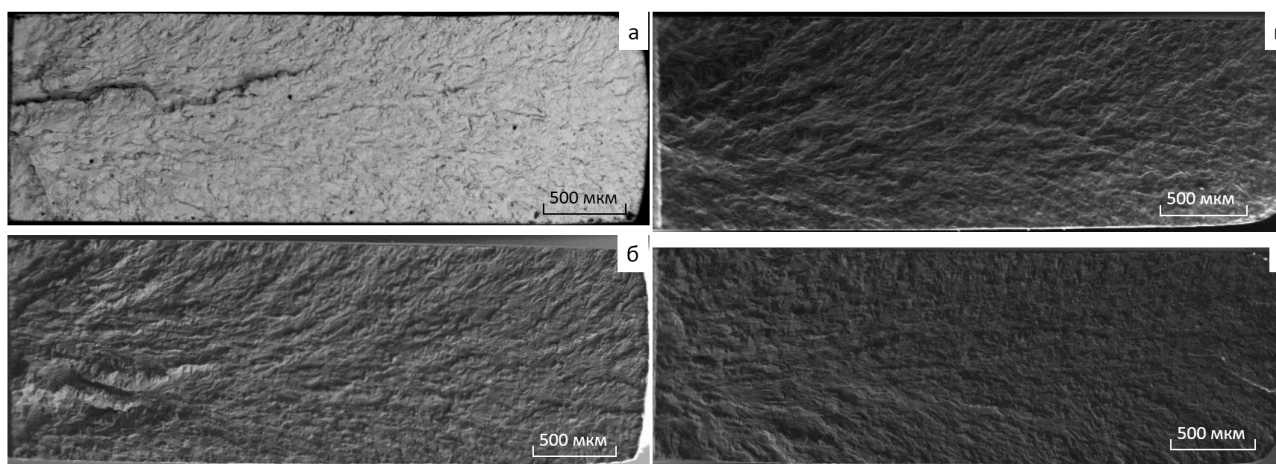


Рис.3. РЭМ изображения поверхностей усталостного разрушения (поперечные сечения) образцов TiNi (а), TiNi<sup>EB1</sup>(б), TiNi<sup>EB2</sup>(в), TiNi<sup>EB3</sup>(г). Ось растяжения перпендикулярна плоскости рисунка.

На поверхностях разрушения TiNi<sup>EB</sup>-образцов в пластических зонах распространения усталостных трещин, как правило, наблюдаются множественные русла радиально распространяющихся усталостных трещин равноценных по размерам. Одним из важных различий TiNi- и TiNi<sup>EB</sup>-образцов является то, что область с высокой плотностью усталостных бороздок у необлученных образцов занимает почти в 2 раза большую площадь, чем у TiNi<sup>EB3</sup>-образцов (Рис.3а, Рис.3г). Во всех группах образцов в зонах долома наблюдаются слабые признаки или полное отсутствие усталостных бороздок.

Наконец, поверхности разрушения TiNi-образцов вблизи кромки и в сердцевине образца не имеют различий (Рис.4а). Напротив, после НСЭП обработок у всех TiNi<sup>EB</sup>-образцов, независимо от параметров облучения, поверхности разрушения вблизи кромки, на глубину не менее 10 мкм, и в сердцевине образца отличаются.

Вблизи кромки она сформирована преимущественно механизмами квазистатического разрушения – хрупким сколом, тогда как во внутренней части, как и в исходных TiNi-образцах, смешанными механизмами деформационного мартенситного превращения, хрупко-вязкого внутризеренного (по плоскостям спайности мартенситных ламелей и с образованием ямок отрыва) и хрупкого межзеренного (по границам исходных В2-зерен) разрушения (Рис. 4б–4г).

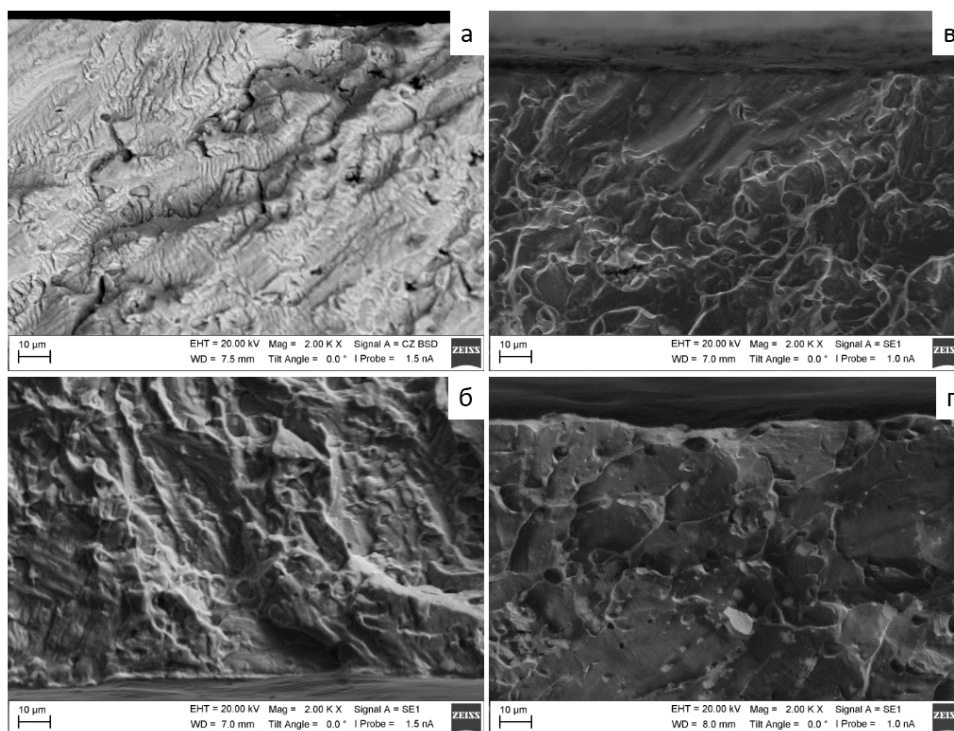


Рис.4. РЭМ изображения пластических зон на поверхностях усталостного разрушения под боковыми поверхностями образцов  $TiNi$  (а),  $TiNi^{EB1}$  (б),  $TiNi^{EB2}$  (в),  $TiNi^{EB3}$  (г).

#### 4. Заключение

Результаты исследований влияния НСЭП обработки поверхностей  $TiNi$ -образцов на процессы усталостной деформации доказывают перспективность применения данного метода для повышения усталостной долговечности, в первую очередь, миниатюрных циклически деформируемых деталей из  $TiNi$  сплавов. Основные выводы работы:

1. К наиболее эффективному повышению усталостных характеристик  $TiNi$ -образцов приводит поверхностная НСЭП обработка с параметрами электронного пучка  $E_s = 3.7$  Дж/см<sup>2</sup>,  $\tau = 2.5$  мкс,  $n = 5$ . После этой обработки в образцах  $TiNi^{EB3}$ -образцах процесс усталостного разрушения материала, сопровождаемый ростом поперечных усталостных трещин, начинается на  $\Delta N \geq +3000$  циклов позже, увеличивая за счет этого усталостную циклоустойкость  $TiNi^{EB3}$ -образцов в  $\sim 1.5$  раза.

2. Более низкая скорость распространения усталостных трещин в начале процесса усталостной деформации в  $TiNi^{EB3}$ -образцах, по сравнению с  $TiNi$ -образцами, приводит к увеличению продолжительности стадии стабильного распространения усталостных трещин.

3. После НСЭП обработок у всех  $TiNi^{EB}$ -образцов в областях, локализованных вблизи поверхностей облучения, пластическая зона сформирована преимущественно механизмами квазистатического разрушения – хрупким сколом, в отличие от пластической зоны в сердцевине образца, сформированной, в необлученных и облученных  $TiNi$ -образцах, смешанными механизмами деформационного мартенситного превращения, хрупко-вязкого внутризеренного и хрупкого межзеренного разрушения.

#### Благодарности

Исследования выполнены с использованием приборной базы ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН. Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РНФ № 22-29-00047.

## 5. Литература

- [1] Mohd Jani J., Leary M., Subic A., Gibson M.A., *Materials & Design*, **56**, 1078, 2014; doi: 10.1016/j.matdes.2013.11.084
- [2] Tobushi H., Matsui R., Takeda K., Pieczyska E.A., *Mechanical properties of shape memory materials, Part 2. Fatigue properties of shape memory alloy*. (New York: Nova Science Publishers, 2013).
- [3] Kumar K.S., Van Swygenhoven H., Suresh S., *Acta Mater.*, **51**, 5743, 2003; doi: 10.1016/j.actamat.2003.08.032
- [4] Ashbli S., Menzemer C., *J. Nanomed. Nanotechnol.*, **10(2)**, 529, 2019; doi:10.4172/2157-7439.1000529
- [5] Ротштейн В.П., Проскуровский Д.И., Озур Г.Е., Иванов Ю.Ф., *Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками*. (Новосибирск: Наука, 2019).
- [6] Zhang, K. M., Zou J.X., Grosdidier T., Gey N., Weber S., Yang D.Z., Dong C., *J. Vac. Sci. Technol. A: Vac. Surf. Films*, **25(1)**, 28, 2007; doi:10.1116/1.2388951
- [7] Meisner, S.N., Vlasov I.V., Yakovlev E.V., Panin S.V., Meisner L.L., D'yachenko F.A., *Mat. Sci. Eng. A*, **740-741**, 381, 2019; doi:10.1016/j.msea.2018.10.113
- [8] Meisner L.L., et al., *J. Alloys Compd.*, **730**, 376, 2018; doi:10.1016/j.jallcom.2017.09.238
- [9] Ozur G.E., Proskurovsky D.I., *Plasma Phys. Rep.*, **44**, 18, 2018; doi: 10.1134/S1063780X18010130