

УДК 669.174:620.187.3:539.27:539.261

DOI: 10.17223/00213411/64/5/79

С.Н. МЕЙСНЕР, Л.Л. МЕЙСНЕР, А.А. НЕЙМАН, С.В. ПАНИН, И.В. ВЛАСОВ

УСТАЛОСТНЫЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИДА ТИТАНА И ИХ ПОВЫШЕНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО СИЛЬНОТОЧНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА *

Показано, что обработка поверхностей никелида титана с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка микросекундной длительности со следующими параметрами: плотностью энергии $E_s = 1.5$ и 3.7 Дж/см², числом импульсов $n = 5$ – позволяет повысить усталостные характеристики материала почти в 1.5 раза благодаря очистке поверхности от частиц/включений Ti₂Ni, TiC(O) и наличию в быстрозакаленном поверхностном слое TiNi остаточных напряжений сжимающего типа, ориентированных перпендикулярно поверхности облучения.

Ключевые слова: никелид титана, импульсный низкоэнергетический сильноточный электронный пучок, структура поверхностного слоя, остаточные напряжения, малоцикловая усталость при растяжении – сжатии.

Введение

Сплавы с памятью формы (СПФ) представляют научный и практический интерес благодаря их особым свойствам. Эффект памяти формы (ЭПФ) [1] используют во многих современных твердотельных актуаторах [2], эффект сверхэластичности (СЭ) [1] используют в медицинских имплантатах, таких, как саморасширяющиеся стенты [3] или проволочные ортодонтические дуги [4], а также в промышленности, например, в комбинации с эластокалорическим эффектом [5], для новых типов твердотельных холодильников. В основе механизмов ЭПФ–СЭ лежит обратимое термоупругое мартенситное превращение (ТМП), которое обусловлено изменением температуры в случае ЭПФ и механическим напряжением в случае СЭ. Обратимость структурного фазового превращения означает, что фазы, испытывающие превращения, являются упруго совместимыми, а следовательно, структурные искажения, возникающие в результате превращения, не превышают предела обратимости [6]. Тем не менее ограничивающим фактором применения свойств ЭПФ–СЭ в условиях приложения циклических нагрузок является развитие процессов усталости по отношению к целостности материала (структурная усталость) и изменению функциональных свойств этого материала, включая их обратимость (функциональная усталость). Представление о том, насколько полно и при каком количестве циклов такое превращение может быть реализовано в СПФ, т.е. понимание их усталостного поведения, до сих пор отсутствует, хотя в настоящее время оно является основным препятствием для использования данных материалов в новых приложениях [7].

Наиболее широко используемые СПФ – это сплавы на основе TiNi эквиатомного состава. Комбинация таких свойств, как большая величина обратимой деформации, возможность управлять температурами превращений путем частичного замещения Ni или Ti другими элементами (такими, как Cu, Pd, Pt, Au, Cu, Fe, Co, Mo и др.), а также хорошие механические и коррозионные свойства бинарных TiNi СПФ [8] определяют их преимущества при выборе материалов для прикладных целей.

Несмотря на широкое использование бинарных TiNi СПФ [9], эти сплавы демонстрируют низкую усталостную долговечность в случае реализации полного цикла мартенситного превращения (МП) под нагрузкой. Уже после нескольких первых циклов наблюдаются изменение температур превращения [10], уменьшение уровня обратимой деформации, накопление остаточного мартенсита [11]. Различные исследования усталостных свойств в этих сплавах показали, что предел усталостной выносливости (т.е. максимальная амплитуда деформации, позволяющая обеспечить 10 млн циклов нагружения при эксплуатации) в объемном сверхэластичном TiNi в среднем не превышает 0.4–0.6% [3, 10]. Например, усталостная долговечность сверхэластичной проволоки из

* Работа выполнена по государственной Программе фундаментальных научных исследований (проект госзадания Ш.23.2.1).

TiNi и TiNiCu, полученная в испытаниях на циклический изгиб (менее жестких по сравнению с испытаниями на растяжение, кручение), достигла только 1 млн циклов при максимальной деформации на внешней поверхности менее 0.8% [12]. Это означает, что для различных многоцикловых приложений можно использовать только такие СПФ, у которых для обеспечения при эксплуатации уровня деформации менее 1% мартенситные превращения будут протекать не полностью. Такой факт, кроме наблюдаемой функциональной усталости [13], сам по себе считается большим недостатком. Незавершенность МП при циклировании [14], в свою очередь, приводит к формированию специфической шероховатости поверхности, связанной с появлением динамически изменяющегося мартенситного рельефа. Такой рельеф, как полагают, является причиной образования трещин и последующего механического разрушения материала.

Из сказанного следует, что обеспечение высоких характеристик усталостной долговечности TiNi СПФ сводится к решению одновременно двух задач: (i) достижения низкого уровня структурной усталости, то есть снижения объемной доли остаточного мартенсита после полного цикла МП, (ii) создания условий для сохранения исходного уровня обратимой деформации и температурных интервалов реализации ЭПФ–СЭ, что обеспечит низкую функциональную усталость этих сплавов.

Новая волна интереса к СПФ связана с развитием тонкопленочных технологий [15]. Помимо миниатюризации, которая приводит к экономии материалов, отличие тонкопленочных умных материалов (SMAs) и связанных с ними устройств [16] от объемных SMAs заключается в том, что соотношение приповерхностного объема к внутреннему объему становится соизмеримым. Следовательно, можно обеспечить существенное изменение интегральных характеристик материала путем изменения свойств только его поверхностных слоев. Действительно, авторами [17] продемонстрировано, что применение поверхностной обработки [18] с целью удаления включений из поверхностного слоя материала привело к улучшению механических и усталостных свойств обработанных изделий.

Эффективными, широко используемыми способами очистки поверхности металлических материалов от включений являются способы, основанные на использовании низкоэнергетического (10–40 кэВ) сильноточного электронного пучка (НСЭП). Облучение металлической поверхности микросекундным НСЭП в умеренных режимах (2–5 Дж/см²) приводит к плавлению тонкого (~ 1 мкм) поверхностного слоя. В результате теплоотвода в нижележащие слои материала затвердевание расплавленного слоя происходит при скоростях охлаждения ~ 10⁹ К/с [19], что примерно на 3 порядка превышает скорость обычной закалки.

Одним из основных недостатков использования НСЭП для поверхностных обработок металлических материалов считается возникновение после этих обработок в приповерхностной области ориентированных остаточных напряжений растягивающего типа (параллельно поверхности облучения). Согласно [20, 21], глубина распространения полей остаточных напряжений под облученной поверхностью может достигать нескольких микрометров, а их уровень – приближаться к 1 ГПа. Их природа связана с различием структуры закаленного слоя и с различиями коэффициентов термического расширения матричных и закалочных фаз. Ввиду перспективы применения НСЭП для обработки поверхности TiNi СПФ, сверхэластичность которого обусловлена обратимым МП под действием упругих механических напряжений, при анализе влияния данного типа остаточных напряжений на свойства TiNi СПФ возникает вопрос: возможно ли подобрать такие режимы НСЭП-обработок, которые обеспечат повышение усталостных характеристик этих сплавов?

Цель данной работы – исследование влияния параметров НСЭП-обработки в режиме плавления поверхностного слоя TiNi СПФ на структуру поверхностного слоя, закаленного из расплава, и усталостные характеристики образцов TiNi-сплава, обработанного НСЭП.

1. Материалы, методы обработок и исследований

Структурные исследования и механические испытания проводили на образцах промышленного TiNi сплава («МАТЕК-СПФ», Россия) с химическим составом Ti–55.08 Ni –0.051 C – 0.03 O – 0.002 N (вес. %) и температурой начала обратного мартенситного превращения $A_n = 308$ К. Перед облучением поверхности образцов подвергали химическому травлению, шлифовке, полировке так, как описано в [22]. Образцы в виде пластинок размером 10×10×1 мм для структурных исследований и наноиндентирования, а также в виде двухсторонних лопаток размером рабочей области

50×8.6 мм для усталостных испытаний были вырезаны лазерным способом из листового проката толщиной 1.3 мм. В середине одной из боковых граней каждого образца был сделан надрез (краевая трещина) глубиной ~ 0.5 мм, выполнявший функцию концентратора напряжений.

НСЭП-обработку образцов для исследований структуры и поверхностных механических свойств проводили с одной стороны, а для усталостных испытаний – с четырех сторон на электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» («Микросплав», Россия) [23]. Исследованы 4 серии образцов (по 6 штук в каждой), до и после обработки НСЭП с различными параметрами электронного пучка, приведенными в табл. 1 вместе с обозначениями образцов. Выбор величин плотности энергии E_s обусловлен следующими причинами: (i) число импульсов $n = 5$ длительностью $\tau \sim 2-2.5$ мкс с частотой следования 1 имп./5 с обеспечивает однородное плавление/перемешивание расплавленного поверхностного слоя с однофазной структурой TiNi при заданной плотности энергии; (ii) выбор плотности энергии $E_s = 1.5$ Дж/см², как было показано в [24], соответствует порогу плавления TiNi и активному растворению неметаллических включений Ti(C, O). Этот процесс начинается по границам раздела частица/матрица и обусловлен наличием глубокой эвтектики на тройной диаграмме состояний Ti–Ni–C [25]. Для завершения этого процесса при данной E_s было решено увеличить число импульсов до $n = 15$; (iii) выбор плотности энергии $E_s = 3.7$ Дж/см², как было показано в [26], позволяет очистить поверхностный слой толщиной ~ 1 мкм от неметаллических включений, получить химически однородный по этой глубине состав и более низкий, чем для меньших плотностей энергии, уровень шероховатости поверхности за счет отсутствия кратерообразования, инициируемого частицами Ti(C, O).

Таблица 1

Параметры НСЭП-обработки образцов

№ п/п	Серия	Максимальная энергия электронов, кэВ	Плотность энергии E_s , (± 0.7) Дж/см ²	Число импульсов n	Длительность импульса τ , мкс
1	TiNi	Без обработки НСЭП			
2	TiNi ^{EB(1.5;5)}	17	1.5	5	2–2.5
3	TiNi ^{EB(1.5;15)}	17	1.5	15	
4	TiNi ^{EB(3.7;5)}	25	3.7	5	

Испытания на циклическое растяжение проводили в режиме малоциклового усталости на сервогидравлической испытательной машине Biss UTM 150 («Biss», Индия) с асимметрией цикла $R = 0.1$ при максимальной нагрузке 160 МПа и частоте 20 Гц.

Изучение структуры поверхностей изломов осуществляли на растровом электронном микроскопе (РЭМ) EVO 50 («Zeiss», Германия) при ускоряющем напряжении $U = 20$ кВ по РЭМ-изображениям, полученным при рассеянии вторичных и обратно-рассеянных электронов. Электронно-микроскопические исследования структуры поверхностного слоя до и после НСЭП-обработок проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 («JEOL», Япония) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Тонкие фольги были приготовлены в геометрии поперечного сечения с помощью ионного слайсера EM 09100IS («JEOL», Япония).

Рентгеновский дифракционный (РД) анализ структуры был выполнен на дифрактометре ДРОН-7 («Буревестник», Россия) в CoK_α -излучении в симметричной и асимметричной геометриях по схеме брэгговского отражения (углы скользящего падения составляли $\alpha = 4, 8, 15^\circ$). Параметр решетки B2-фазы определяли прецизионным методом [27]. Микродеформации ε^I , обусловленные напряжениями 1-го рода, рассчитывали по формуле [28]

$$\varepsilon^I = \Delta d_{hkl} / d_{hkl}.$$

Микродеформации ε^{II} , обусловленные напряжениями 2-го рода, определяли методом « $\sin^2\psi$ » [29, 30] по дифрактограммам, полученным в асимметричной геометрии рентгеновских съемок. Под толщиной эффективно рассеивающего слоя при съемках в асимметричной геометрии понималась толщина слоя половинного поглощения, рассчитанная по стандартной методике [28]. Величину остаточных напряжений 1-го рода σ^I оценивали в предположении, что индуцированные НСЭП микродеформации ε^I являются упругими, а связь $\sigma^I - \varepsilon^I$ подчиняется закону Гука. Значения модуля Юнга E^{OP} были рассчитаны по формуле Оливера – Фарра [31] на основе значений нанотвердости H^{OP} , измеренных на этих же образцах с использованием нанотвердомера NanoTest 600 («Micro Materials Ltd.», UK) с трехгранной алмазной пирамидой Берковича.

2. Результаты и их обсуждение

2.1. Характеристика микроструктуры поверхностных слоев до и после НСЭП-обработок

РД- и ПЭМ-анализ. На рис. 1, *а* приведены рентгеновские дифрактограммы от образцов TiNi-подложки до (1) и после (2–4) НСЭП-обработок, полученные в симметричной геометрии съемок. На дифрактограмме 1 от исходной TiNi-подложки наблюдаются интенсивные рефлексы B2-фазы (110)B2, (211)B2 и отсутствуют рефлексы (100)B2, (111)B2 и (200)B2, что обусловлено текстурой прокатки исходного материала. Кроме интенсивных B2-рефлексов от матричной B2-фазы присутствуют слабоинтенсивные рефлексы от частиц/включений Ti₂Ni и TiC(O). Наличие этих частиц/включений в поверхностном слое исходного материала подтверждается данными ПЭМ, показанными на рис. 1, *б*. Здесь же приведены данные ПЭМ/ЭДС-анализа элементного состава в матрице (①), частицах – Ti₂Ni (②) и TiC(O) (③). Частицы Ti₂Ni существуют во всем объеме исходного материала в виде крупных (200–500 нм) выделений. Частицы TiC(O) сформировались в результате передела исходного слитка в прокат и расположены преимущественно в поверхностном слое толщиной до 2 мкм. Как показано в [24], оба типа частиц/включений инициируют кратерообразование, что приводит к существенному повышению шероховатости поверхности TiNi подложки после НСЭП-обработок и ухудшению ее поверхностных свойств.

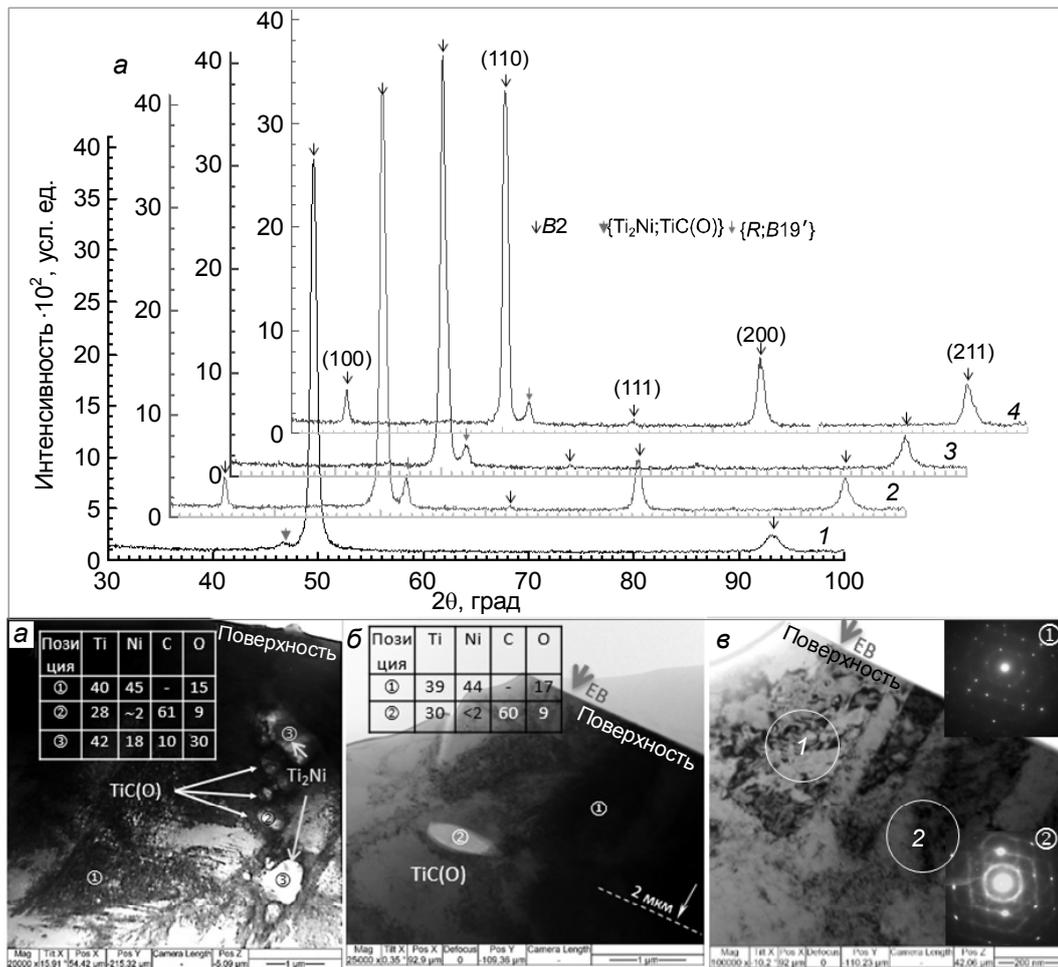


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы от образцов TiNi (1), TiNi^{EB(1.5;5)} (2), TiNi^{EB(1.5;15)} (3) и TiNi^{EB(3.7;5)} (4), симметричная схема съемок, CoK_α-излучение (а); электронно-микроскопические светопольные (СП) изображения структуры поверхностного слоя в поперечном сечении: б – TiNi-подложка до облучения; в, г – TiNi^{EB(3.7;5)}, на вставках – картины электронных микродифракций ①, ②, получены из областей (1) и (2); таблицы на вставках б и в – данные ПЭМ/ЭДС-анализа в локальных областях, отмеченных на соответствующих СП

После обработок НСЭП на всех дифрактограммах (рис. 1, а, 2–4) отсутствуют рефлексы от частиц/включений. Этим результатам соответствуют данные растровой и просвечивающей электронной микроскопии. На рис. 2 представлены РЭМ-изображения поверхностей исследованных образцов. Видно, что увеличение числа импульсов при одной плотности энергии (рис. 2, б, в) либо увеличение плотности энергии (рис. 2, з) привело не к полному, но заметному снижению количества частиц/включений на поверхностях образцов. На рис. 1, в представлено светлопольное изображение приповерхностной структуры образца $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ в поперечном сечении. Как видно, на глубине примерно до 2 мкм частиц нет. Отметим, что режим обработки НСЭП с плотностью энергии $E_s = 3.7 \text{ Дж/см}^2$ и увеличенным числом импульсов ($n = 32$) был выбран авторами ранее (см. [22]) именно для глубокой очистки, полного удаления частиц с поверхности TiNi -подложки и ее выглаживания.

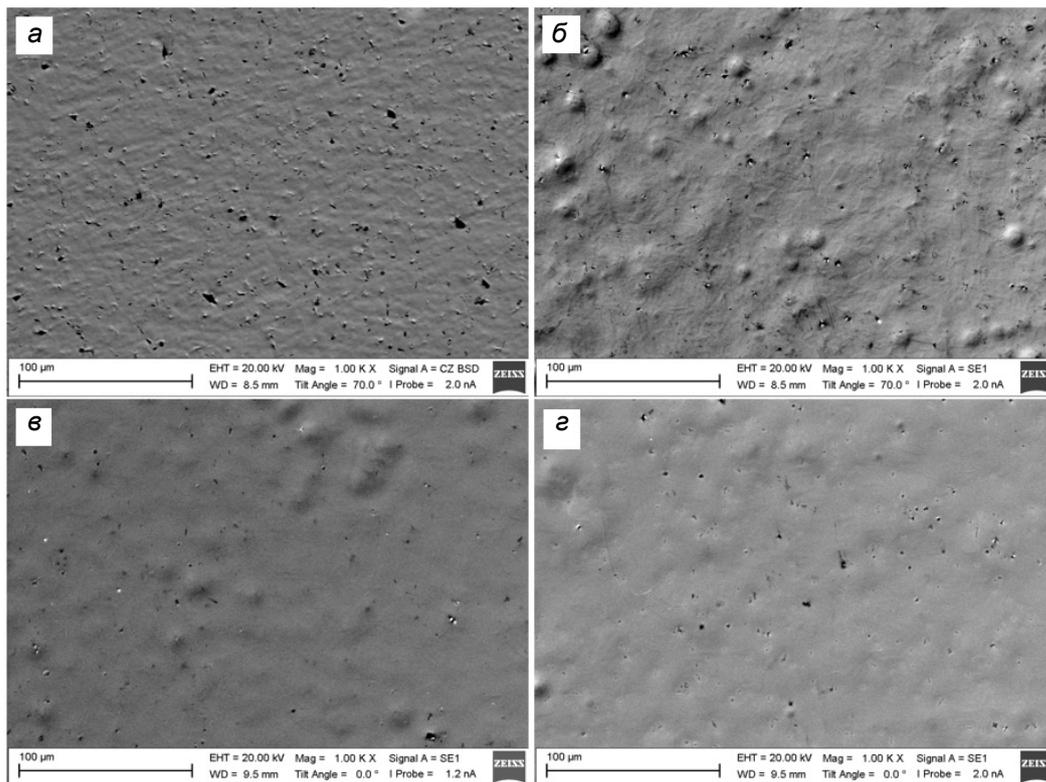


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхностей образцов TiNi (а), $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ (б), $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;15)}$ (в) и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ (з)

На дифрактограммах от образцов $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ (рис. 1, а, 2) и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ (рис. 1, а, 4) наблюдаются интенсивные (100) $B2$ - и (200) $B2$ -рефлексы, что, как показано в [21], обусловлено наличием текстуры кристаллизации типа $\langle 100 \rangle$ в поверхностном слое, расплавленном с помощью НСЭП и быстро закаленном после окончания воздействия на него. Данные ПЭМ, полученные на фольгах поперечного сечения от этих образцов, подтверждают изложенное выше. В качестве примера на рис. 1, з приведено СП-изображение структуры поверхностного слоя образца $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ в поперечном сечении. Как видно, в поверхностном слое толщиной $\sim 1 \text{ мкм}$ $B2$ -фаза (о чем свидетельствуют идентичные картины электронных микродифракций ① и ② на вставках рис. 1, з) имеет столбчатую субмикроструктуру. Поперечные размеры столбчатых $B2$ -зерен составляют от 50 до 100 нм. На дифрактограммах от образцов $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;15)}$ (рис. 1 а, 3), напротив, текстурные эффекты в поверхностном слое не выявляются. Это может быть связано с увеличением числа импульсов НСЭП, примененном при данной обработке, что привело к более однородному и более глубокому прогреву поверхностного слоя и соответственно к обеспечению условий для подавления роста столбчатой структуры и возникновения текстуры кристаллизации.

Наконец, на дифрактограммах образцов $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$, $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;15)}$ и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ вблизи рефлекса (110) $B2$ со стороны больших углов наблюдается довольно интенсивный рефлекс, типичный для мартенситных $B19'/R$ -фаз TiNi , что указывает на появление мартенсита напряжения под облученными поверхностями этих образцов.

Оценка остаточных напряжений. Результаты количественного рентгенодифракционного анализа упруго-напряженных состояний $B2$ -фазы вблизи поверхности $TiNi$ -подложки до и после НСЭП-обработок приведены в табл. 2. Прецизионные значения параметра решетки $B2$ -фазы, величины деформации ε^I и соответствующих им напряжений 1-го рода σ^I получены из дифрактограмм, снятых с использованием симметричной схемы рентгеновских съемок. Значения размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) и компонент деформации ε^{II} получены из дифрактограмм, снятых с использованием асимметричных схем рентгеновских съемок. Здесь же представлены значения модуля упругости на глубине ~ 2 мкм, полученные методом наноиндентирования и использованные для расчета значений σ^I .

Таблица 2

Рентгенодифракционные данные структурных параметров и упруго-напряженных состояний $B2$ -фазы в поверхностном слое $TiNi$ -подложки: параметр решетки a , величины деформации ε^I и напряжений 1-го рода σ^I , размеры ОКР D , компоненты деформации ε^{II} , рассчитанные методом $\sin^2\psi$

Образец	a , нм (± 0.00005)	$E^{OP(**)}$, ГПа	ε^I , %	σ^I , МПа	D , нм	ε^{II} , %					
						4°		8°		15°	
α , град						$h \approx 1.7$ мкм		$h \approx 3-3.2$ мкм		$h \approx 4-5.3$ мкм	
$h_{1/2}$, мкм						\perp	\parallel	\perp	\parallel	\perp	\parallel
Направление*			\perp	\perp		\perp	\parallel	\perp	\parallel	\perp	\parallel
$TiNi$	0.30150	~ 52	0	0	> 150	0	0	0	0	0	0
$TiNi^{EB(1.5;5)}$	0.29890	~ 53	-0.69	-360	≤ 80	-0.93	+1.0	-0.96	+1.12	-0.89	+1.17
$TiNi^{EB(1.5;15)}$	0.29910	~ 50	-0.63	-315	> 150	-0.64	+0.73	-0.55	+0.48	-0.78	+1.01
$TiNi^{EB(3.7;5)}$	0.29710	~ 52	-1.39	-720	≤ 70	-1.11	+1.24	-0.96	+1.14	-0.94	+1.10

Примечание. * – по отношению к поверхности образца; ** – на глубине ~ 2 мкм.

Оценки показали (табл. 2), что после НСЭП-обработок в поверхностных слоях образцов $TiNi^{EB(1.5;5)}$, $TiNi^{EB(1.5;15)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$ возникли остаточные упругие напряжения 1-го рода σ^I (уравновешенные по объему образца) сжимающего типа в направлении, перпендикулярном к плоскости образца. Соответственно вдоль плоскости образца возникли остаточные упругие напряжения 1-го рода растягивающего типа, что типично для НСЭП-обработок металлических материалов. Уровень напряжений σ^I в образцах $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(1.5;15)}$, облученных с меньшей плотностью энергии в пучке, практически в 2 раза ниже уровня напряжений в образце $TiNi^{EB(3.7;5)}$.

Из сравнения данных для образцов $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(1.5;15)}$, обработанных НСЭП с одинаковым значением E_s , но разным количеством импульсов, следует, что более высокий уровень напряжений σ^I имеет место в образце $TiNi^{EB(1.5;5)}$ со столбчатой структурой в быстрозакаленном поверхностном слое. Та же тенденция выявляется из анализа микродеформаций ε^{II} , соответствующих остаточным упругим напряжениям 2-го рода (уравновешиваемым внутри зерен) – большие значения ε^{II} наблюдаются в образцах $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$ со столбчатой структурой в быстрозакаленном поверхностном слое. Отсюда следует, что наличие столбчатой структуры является препятствием для релаксации остаточных напряжений не только внутри этого слоя, о чем говорят оценки микродеформаций ε^{II} , но и в более глубоких слоях. Основным механизмом релаксации остаточных напряжений в $TiNi$ СПФ являются термоупругие мартенситные превращения $B2 \leftrightarrow B19'(R)$. Причина, по которой данный механизм не работает в быстрозакаленных поверхностных слоях образцов $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$, может быть обусловлена следующим.

В табл. 2 приведены данные о характерных размерах ОКР вблизи поверхности для всех исследуемых образцов. Как видно, размеры ОКР у исходных необлученных образцов велики (≥ 150 нм), соответствуют крупнокристаллическим материалам. После НСЭП-обработок размеры ОКР вблизи поверхности остались большими в образце $TiNi^{EB(1.5;15)}$, тогда как в $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$ они уменьшились в среднем до 70–80 нм. Это соответствует поперечным размерам столбчатых $B2$ -зерен в их быстрозакаленных поверхностных слоях. Существуют ограничения, накладываемые на размеры зерен в $TiNi$ СПФ [32], составляющие несколько десятков нанометров, ниже которых в этих зернах протекание мартенситного превращения затруднено или невозможно. Учитывая это, можно предположить, что в слое со столбчатой структурой, сформировавшейся в образцах $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$, механизмы релаксации остаточных напряжений за счет МП подавлены. В этом случае быстрозакаленные поверхностные слои можно рассматривать как своеобразные плоскостные концентраторы сжимающих напряжений, ориентированных в объем.

2.2. Оценка усталостной долговечности TiNi СПФ до и после НСЭП-обработок

На рис. 3 приведены данные, характеризующие сопротивление усталости TiNi СПФ до и после НСЭП-обработок при малоцикловых испытаниях: *a* – число циклов до разрушения для каждого из испытанных образцов во всех сериях; *b* – среднее число циклов до разрушения для каждой серии образцов. Как видно, образцы без НСЭП-обработки показали наименьший результат по среднему числу циклов до разрушения $N_f(\text{TiNi}) = 6302 \pm 1070$ (рис. 3, *a*) и большой разброс значений N_f по всей серии, который составил $\sim 17\%$ (рис. 3, *b*). После всех НСЭП-обработок среднее число циклов до разрушения увеличилось примерно на 20–50 % по сравнению с необлученными образцами. Лучший результат показали образцы серий $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$, у которых среднее число циклов до разрушения увеличилось почти в 1.5 раза: $N_f(\text{EB}(1.5, 5)) \approx 9570 \pm 2000$ и $N_f(\text{EB}(3.7, 5)) \approx 8960 \pm 900$. Вместе с тем, как видно из приведенных данных (рис. 3, *a*), в серии образцов $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ разброс значений N_f наибольший по сравнению со всеми исследованными образцами и составляет более 20% от своего среднего значения. Напротив, в серии образцов $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ разброс значений N_f наименьший и не превышает 10% от своего среднего значения. Таким образом, в условиях малоцикловых испытаний, помимо более высокой усталостной долговечности, образцы $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$, обработанные НСЭП с наибольшей плотностью энергии, показали лучшую воспроизводимость результатов.

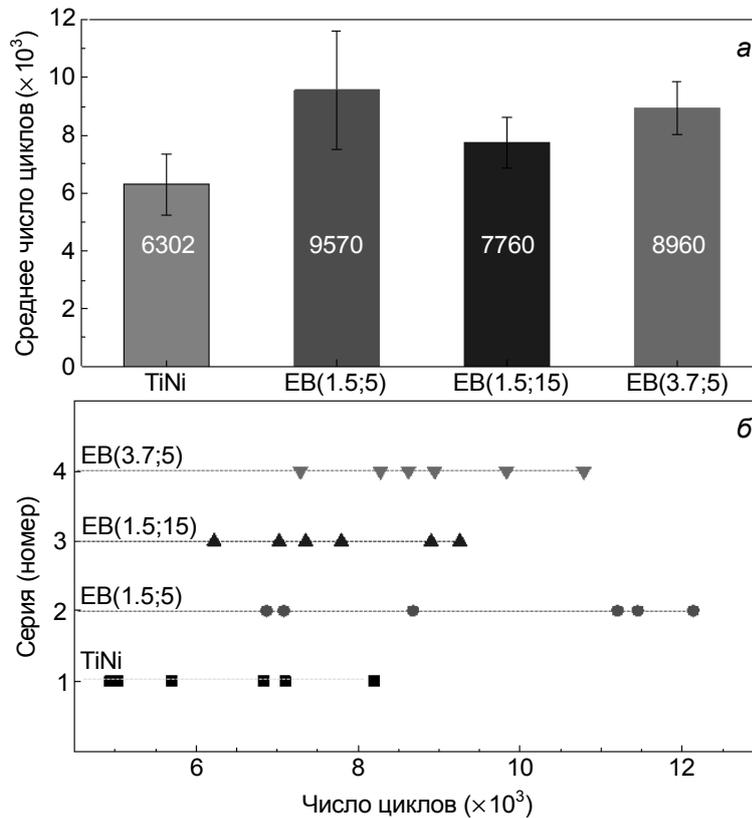


Рис. 3. Усталостная долговечность при малоцикловых испытаниях образцов TiNi, $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$, $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;15)}$ и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$: *a* – среднее по серии число циклов до разрушения; *b* – распределение числа циклов до разрушения по образцам внутри каждой серии

Основными причинами различий усталостной долговечности исследованных образцов, по мнению авторов, являются следующие. Первая – это наличие ориентированных остаточных напряжений в поверхностном слое образцов TiNi, обработанных НСЭП. Последние оказывают положительную роль в повышении усталостных характеристик, препятствуя процессам накопления и распространения дефектов в поверхностном слое образца. Уровень этих напряжений в образцах $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ выше, чем в $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;15)}$ из-за различной структуры поверхностного быстрозакаленного слоя [33]. В образцах $\text{TiNi}^{\text{EB}(1.5;5)}$ и $\text{TiNi}^{\text{EB}(3.7;5)}$ сформировалась столбчатая структура

с поперечными размерами зерен менее 100 нм и кристаллографической ориентацией $\langle 100 \rangle B2$ внутри каждого зерна, перпендикулярной к поверхности облучения (текстура кристаллизации). В этом слое сконцентрированы напряжения сжатия в направлении $\langle 100 \rangle B2$, которые блокируют ТМП, служащее механизмом релаксации остаточных напряжений в TiNi СПФ. Поэтому как внутри быстроокаленного слоя, так и в приповерхностной области под этим слоем сохраняется высокий уровень остаточных напряжений, индуцированных НСЭП.

Второй причиной является очистка поверхности образца с помощью НСЭП. Она приводит к уменьшению количества частиц/включений, что также снижает возможность раннего зарождения усталостных микротрещин, случайный характер их появления и, как результат, повышает усталостную долговечность материала, обработанного НСЭП.

Заключение и выводы

Таким образом, проведенные исследования позволили положительно ответить на вопрос о том, возможно ли, используя НСЭП-обработку, обеспечить заметное повышение усталостных характеристик TiNi СПФ, и показали, что обработка поверхностей TiNi СПФ с помощью НСЭП микросекундной длительности и определенного выбора его параметров позволяет повысить усталостную долговечность материала почти в 1.5 раза благодаря очистке поверхности от частиц/включений Ti_2Ni , $TiC(O)$ и наличию в быстроокаленном поверхностном слое TiNi остаточных напряжений сжимающего типа, ориентированных перпендикулярно поверхности облучения. Основные выводы работы:

1. Электронно-пучковая обработка образцов TiNi с вариацией параметров НСЭП в режиме плавления приводит к изменению фазового состава и структуры поверхностного слоя толщиной примерно от 1 до 2 мкм: а) удалению частиц/включений Ti_2Ni , $TiC(O)$, включая поверхность; б) формированию однофазной $B2$ -структуры с различным типом строения: в образцах $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$ – это столбчатая структура с поперечными размерами столбчатых $B2$ -зерен менее 100 нм и кристаллографической ориентацией типа $\langle 100 \rangle B2$ в каждом зерне, перпендикулярной к поверхности облучения; в образце $TiNi^{EB(1.5;15)}$ – это структура с размерами ОКР, соответствующими крупнокристаллическому материалу (≥ 150 нм).

2. НСЭП-обработка поверхности TiNi СПФ позволяет повысить усталостную долговечность образцов этого сплава почти в 1.5 раза по сравнению с необлученными образцами. Наиболее высокий результат наблюдается у образцов серий $TiNi^{EB(1.5;5)}$ и $TiNi^{EB(3.7;5)}$ при использовании следующих параметров НСЭП: плотность энергии $E_s = 1.5$ и 3.7 Дж/см² и число импульсов $n = 5$.

3. Две основные причины, связанные с поверхностным слоем, приводят к повышению усталостной долговечности образцов TiNi СПФ, обработанных НСЭП. Первая – ориентированные остаточные напряжения в поверхностном слое образцов TiNi, обработанных НСЭП. Это препятствует процессам накопления и распространения дефектов с поверхности образца и обеспечивает, таким образом, более полную реализацию ТМП в его внутреннем объеме без деградации функциональных свойств. Вторая – очистка поверхности образца с помощью НСЭП, приводящая к уменьшению количества частиц/включений и соответственно затрудняющая зарождение усталостных микротрещин.

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН. Авторы выражают благодарность науч. сотр. ЛМСсПФ ИФПМ СО РАН Ю.П. Миронову за помощь в проведении исследований методом рентгеновской дифрактометрии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Otsuka K. and Ren X. // Prog. Mater. Sci. – 2005. – V. 50. – P. 511–678.
2. Mohd Jani. J., Leary M., Subic A., and Gibson M.A. // Mater. Des. – 2014. – V. 56. – P. 1078–1113.
3. Duerig T., Pelton A., and Stöckel D. // Mater. Sci. Eng. – 1999. – V. A273–275. – P. 149–160.
4. Raboud D.W., Faulkner M.G., and Lipsett A.W. // Smart Mater. Struct. – 2000. – V. 9. – P. 684–692.
5. Bonnot E., Romero R., Mañosa L., et al. // Phys. Rev. Lett. – 2008. – V. 100. – P. 125901.
6. Bhattacharya K., Conti S., Zanzotto G., and Zimmer J. // Nature. – 2004. – V. 428. – P. 55–59.
7. Moya X., Kar-Narayan S., and Mathur N.D. // Nature Mater. – 2014. – V. 13. – P. 439–450.
8. Shabalovskaya S.A. // Biomed. Mater. Eng. – 2002. – V. 12. – P. 69–109.
9. Morgan N.B. // Mater. Sci. Eng. A. – 2004. – V. 378. – P. 16–23.
10. Pelton A.R. // J. Mater. Eng. Perform. – 2011. – V. 20. – P. 613–617.

11. Eggeler G., Hornbogen E., Yawny A., et al. // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2004. – V. 378. – P. 24–33.
12. Miyazaki S., Mizukoshi K., Ueki T., et al. // *Mater. Sci. Eng. A.* – 1999. – V. 273–275. – P. 658–663.
13. Hornbogen E. // *J. Mater. Sci.* – 2004. – V. 39. – P. 385–399.
14. Gall K. and Maier H.J. // *Acta Mater.* – 2002. – V. 50. – P. 4643–4657.
15. Miyazaki S., Fu Y.Q., and Huang W.M. *Thin Film Shape Memory Alloys.* – Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2009. – 460 p.
16. Bechtold C., Chluba C., Lima de Miranda R., and Quandt E. // *Appl. Phys. Lett.* – 2012. – V. 101. – P. 091903.
17. Siekmeyer G., Schübler A., de Miranda R., and Quandt E. // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2014. – V. 23. – P. 2437–2445.
18. Lima de Miranda R., Zamponi C., and Quandt E. // *Adv. Eng. Mater.* – 2013. – V. 15. – P. 66–69.
19. Rotshtein V., Ivanov Yu., and Markov A. // *Materials Surface Processing by Directed Energy Techniques* / ed. Y. Pauleau. – Amsterdam: Elsevier, 2006. – 745 p. (Chapter 6).
20. Qin Y., Zou J., Dong C., et al. // *Nucl. Instrum. Methods. B.* – 2004. – V. 225. – P. 544–554.
21. Meisner L.L., Semin V.O., Mironov, et al. // *Mater. Today Commun.* – 2018. – V. 17. – P. 169–179.
22. Meisner L.L., Markov A.B., Rotshtein V.P., et al. // *J. Alloys Comp.* – 2018. – V. 730. – P. 376–385.
23. Озур Г.Е., Марков А.Б., Падей А.Г. // Патент на полезную модель. RU № 97005 U1 от 23.04.2010. МПК H01J 3/02.
24. Meisner, L.L., Markov A.B., Proskurovsky D.I., et al. // *Surf. Coat. Technol.* – 2016. – V. 302. – P. 495–506.
25. Coda A., Zilio S., Norwich D., and Sczerzenie F. // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2012. – V. 21(12). – P. 2572–2577.
26. Meisner S.N., Yakovlev E.V., Semin V.O., et al. // *Appl. Surf. Sci.* – 2018. – V. 437. – P. 217–226.
27. Galdecka E. *International Tables for Crystallography.* – 2006. – V. C(5.3). – P. 505–536.
28. Birkholz M. *Thin Film Analysis by X-ray Scattering.* – Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH&Co. KGaA, 2006. – 356 p.
29. Härtling M., Nsengiyumva S., Rajia A.T., et al. // *Surf. Coat. Technol.* – 2007. – V. 201(19–20). – P. 8237–8241.
30. Ma C.-H., Huang J.-H., and Haydn Chen // *Thin Solid Films.* – 2002. – V. 418(2). – P. 73–78.
31. Oliver W.C. and Pharr G.M. // *J. Mater. Res.* – 2004. – V. 19(01). – P. 3–20.
32. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V., et al. // *Prog. Mater. Sci.* – 2000. – V. 45(2). – P. 103–189.
33. Мейснер С.Н., Дьяченко Ф.А., Яковлев Е.В., Мейснер Л.Л. // *Изв. вузов. Физика.* – 2016. – Т. 59. – № 7/2. – С. 159–163.

Поступила в редакцию 15.02.2021.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Мейснер Станислав Николаевич, к.т.н., науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: msn@ispms.tsc.ru;

Мейснер Людмила Леонидовна, д.ф.-м.н., гл. науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: llm@ispms.tsc.ru;

Нейман Алексей Александрович, к.т.н., науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: nasa@ispms.ru;

Панин Сергей Викторович, д.т.н., зав. лабораторией ИФПМ СО РАН, e-mail: svp@ispms.ru;

Власов Илья Викторович, к.т.н., науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: good0@yandex.ru.