УДК 539.371; 548.735.6

DOI: 10.24411/2500-0101-2019-14109

ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА НА ЭФФЕКТ СВЕРХУПРУГОСТИ ФОЛЬГ ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ті—Nb

М. М. Зарипова^{*a*}, М. Г. Исаенкова^{*b*}, Ю. А. Перлович^{*c*}, А. В. Осинцев^{*d*}, В. А. Фесенко^{*e*}

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия ^ammzaripova@mephi.ru, ^bisamarg@mail.ru, ^cyuperl@mail.ru, ^davosintsev@mephi.ru, ^evafesenko@mephi.ru

Представлены результаты анализа структуры, кристаллографической текстуры и анизотропии проявления эффекта сверхупругости (ЭСУ) фольг, прокатанных из кованых слитков сплавов Ti-22%Nb-6%Zr, Ti-9%Nb-46%Zr, Ti-22%Nb-(1-1.5)%O (ar.%) и подвергнутых термической обработке. На основании анализа закономерностей формирования кристаллографической текстуры в фольгах в результате их холодной прокатки выявлены основные механизмы пластической деформации, активизирующиеся в перечисленных сплавах. Варьирование температуры отжига в интервале 550–700 °C позволяет изменять структуру и кристаллографическую текстуру деформированных фольг за счёт активизации разных процессов при отжиге и тем самым функциональные и механические свойства материала. Испытания исследованных фольг на растяжение и при циклической нагрузке (растяжение до деформации 2.5% с последующей полной разгрузкой образца) вдоль и поперёк их направления прокатки (HII) подтверждают наличие в материалах анизотропии проявления ЭСУ. Показано, что эффект сверхупругости является ориентационно и структурно зависимым.

Ключевые слова: сверхупругость, мартенситные превращения, кристаллографическая текстура, прокатка, термообработка.

Введение

Анизотропия свойств любого поликристаллического материала определяется анизотропией его кристаллической структуры, преимущественной кристаллографической ориентацией зёрен (кристаллографической текстурой), а также металлографической текстурой. На анизотропии свойств поликристаллических материалов также сказывается наличие дополнительных фаз. В настоящее время перспективными представляются гипоаллергенные сплавы на основе Ti—Nb, легированные дополнительными элементами, биосовместимыми с человеческим организмом. В качестве таких элементов авторы работ [1–5] рассматривают Zr, O, N, Ta, Al, Pt и другие. На основании анализа влияния легирующих элементов на температуру начала мартенситных превращений (MП) и величину сверхупругой деформации в результате МП авторами сделан вывод о перспективности легирования сплавов на основе Ti—Nb примесями внедрения, такими, как кислород и азот [6]. На данный момент актуальным становится создание в сплавах с памятью формы и сверхупругостью такой кристаллографической текстуры, которая обеспечила бы повышение необходимых для них функциональных и эксплуатационных характеристик. В работах [6; 7] показано, что для получения эффекта сверхупругости (ЭСУ) с максимально возможными деформациями за счёт мартенситных превращений в сплавах Ti-Nb-Al медицинского назначения необходимо создание текстуры рекристаллизации $\{001\}<110>$, позволяющей к тому же получить изотропные свойства в двух взаимно перпендикулярных направлениях в плоскости фольги: в направлении прокатки (НП) и поперечном направлении (ПН). В этой связи целями данной работы являются установление пределов варьирования текстуры в сплавах на основе Ti-Nb, легированных Zr или O, при пластической деформации и последующей термообработке, а также выявление зависимости функциональных свойств от структуры и текстуры отожжённых фольг.

1. Исследованные образцы и методы изучения их структуры и свойств

Работа проводилась на фольгах из сплавов Ti-22%Nb-6%Zr, Ti-9%Nb-46%Zr, Ti-22%Nb-(1-1,5)%O (ат.%). Слитки указанных сплавов выплавлялись в дуговой печи МИФИ-9 в атмосфере аргона, гомогенизировались в вакуумной печи при температуре 1100 °C — 3 ч, закаливались в воде для фиксации β -структуры сплава и далее ковались при температуре 750–900 °C до деформации $\varepsilon \approx 40\%$ с целью измельчения зёрен исходной заготовки. Из полученной поковки после удаления механическим шлифованием оксидного слоя вырезались плоскопараллельные пластины толщиной 3.5–6 мм. Далее на лабораторном прокатном стане проводилась холодная прокатка пластин до степеней деформации 90–98%, рассчитанная по изменению толщины пластины, и последующая термическая обработка в температурном интервале 550–700 °C в течение 0.5–1.0 ч в вакуумной печи.

На каждом этапе пластической деформации и последующей термообработки рентгеновскими методами изучена структура (фазовый состав и искажённость кристаллической структуры материала по профилю рентгеновских линий) и кристаллографическая текстура [8–10]. Для рентгеновских исследований из прокатанных и отожжённых фольг вырезаны образцы размером 17х17 мм², которые подвергались травлению в смеси кислот (HNO₃ : H₂O : HF = 9 : 9 : 2) на 30–50 мкм для осветления их поверхности.

Измерены также механические характеристики фольг путём их индентирования, растяжения и/или циклического растяжения с последующей полной разгрузкой (так называемая «тренировка» образца). Образцы испытывались в двух направлениях в плоскости фольги: НП, ПН. Микротвёрдость, модуль упругости и коэффициент пластичности фольг оценивали по кривым непрерывного индентирования вдоль нормального направления (НН) к плоскости фольги, методика измерения которых описана в работах [11; 12]. Для растяжения и «тренировки» фольг подготовлены образцы, размеры и внешний вид которых показаны на рис. 1. Для каждого состояния проводилось испытание образцов на растяжение до разрыва, а затем, на такой же серии образцов осуществлялись циклические испытания на растяжение (5 циклов) до деформации 2–2.5%.

Описание исследованных образцов представлено в табл. 1, в которой приведены состав сплава, особенности термомеханической обработки с указанием температуры отжига и его длительности, модуль Юнга, рассчитанный по линии разгрузки измеренной кривой непрерывного индентирования, и количество в сплаве α - и β -фаз. α -Фаза представляет собой гексагональную плотноупакованную структуру (ГПУ),



Рис. 1. Образцы для циклических испытаний и растяжения: а) форма и основные размеры образцов: L = 25 мм, $l_1 = 13.5$ мм, b = 1 мм, $b_1 = 4$ мм, толщина образцов f = 0.25 мм; б) готовые образцы

Таблица 1

	Содержание, ат.%					Количество			
Номер				Обр	Модуль	α -и β -фаз,			
образца					Юнга, ГПа	об.%			
	Nb	Zr	0	Прокатка ε , %	$T_{\text{отж}}, ^{\circ}\text{C}$	$t_{\text{отж}},$ ч		α	β
1.0			-	93.4	-	-	60	0	100
1.1				93.4	550	0.5	62	6.1	93.6
1.2	22	6		93.4	600	0.5	63	1.7	98.3
1.3	1			93.4	650	0.5	70	0	100
1.4				97.5	700	1	10-20	0	100
2.0			-	97.5	-	-	78	0	100
2.1	9	46		97.5	600	1	80	-	-
2.2				97.5	500	0.5	30	-	-
3.0				91.9	-	-	84	4.8	95.2
3.1	22	-	1	91.9	600	0.5	155	6.2	93.8
3.2				91.9	650	0.5	130	5.1	94.9
3.3				91.9	700	0.5	95	3.1	96.9
4.0		-	1.5	91.2	-	-	106	1.4	98.6
4.1	22			91.2	600	0.5	148	7.1	92.9
4.2				91.2	650	0.5	151	4.7	95.3
4.3				91.2	700	0.5	73	2.4	97.4

Описание исследованных образцов на основе сплава Ti-Nb

а *β*-фаза — объёмно-центрированную кубическую (ОЦК).

2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

2.1. Фазовый состав исследованных фольг

На рис. 2 приведены спектры, характерные для прокатанных и отожжённых фольг из сплавов Ti-22%Nb-1%O и Ti-22%Nb-1.5%O. Спектры для сплава Ti-22%Nb-6%Zr представлены в работе [9]. Согласно дифракционным спектрам прокатанные фольги из указанных сплавов состоят из ($\alpha + \beta$)-фаз. Однако в деформированных фольгах из сплавов Ti-22%Nb-6%Zr и Ti-9%Nb-46%Zr α -фаза не обнаружена. Сплавы, легированные кислородом, в деформированном состоянии содержат до 5% α -фазы, поскольку кислород является её стабилизатором, что должно приводить к расширению областей существования α - и ($\alpha + \beta$)-фаз на равновесной диаграмме состояний (ДС) Ti — Nb [13]. Последующие отжиги прокатанных фольг в ($\alpha + \beta$)-области ДС сплавов обеспечивают выделение дополнительной α -фазы, количество которой уменьшается при повышении температуры отжига. При переходе в однофазную β -область ДС α -фаза отсутствует в отожжённой фольге. Количественный фазовый анализ фольг, характеризующихся разной кристаллографической текстурой, проводился по сумме рентгеновских отражений, присутствующих в полном дифракционном спектре образца, результаты которого представлены в табл. 1.



Рис. 2. Дифрактограммы исследованных фольг: а–г — Ti-22%Nb-1%O, д–з — Ti-22%Nb-1.5%O; а, д) деформированные образцы; б, е) отжиг 600 °C, 0.5 ч; в, ж) отжиг 650 °C, 0.5 ч; г, з) отжиг 700 °C, 0.5 ч. Красным цветом обозначены рентгеновские отражения α -фазы, чёрным — β -фазы

2.2. Текстура фольг

Все исследованные фольги обладают ярко выраженной кристаллографической текстурой, индексы которой зависят как от суммарной степени деформации, так и от температуры отжига. Согласно [6] степень деформации определяет особенности текстуры рекристаллизации, т. е. усиление текстурной компоненты {112}<110> при прокатке обеспечивает конкурентный рост зёрен с ориентацией {112}<110> по сравнению с зёрнами ориентации {001}<110>. Известно [6], что присутствие текстуры рекристаллизации с индексами {112}<110> плохо сказывается на сверхупругих характеристиках материала. Поэтому прежде всего рассмотрим процесс текстурообразования в исследованных сплавах при холодной прокатке, а затем — последующее изменение текстуры при отжиге.

2.2.1. Текстура прокатки ОЦК-сплавов

В табл. 2 приведены характерные для изученных сплавов типы кристаллографических текстур, а именно, неполные прямые полюсные фигуры (НППФ) {100} и {110}, построенные в соответствии с методикой работы [8]. Индексы основных текстурных компонент приведены в последнем столбце рассматриваемой таблицы. Некоторые особенности формирования текстуры в сплавах на основе Ti—Nb на последовательных этапах холодной прокатки рассмотрены в работах [6; 9; 10].

Из приведённых данных следует, что процесс текстурообразования происходит в соответствии с кристаллографически регламентированным скольжением по системам $\{110\} < 111 >$ и $\{112\} < 111 >$, характерным для ОЦК-металлов. Горячая ковка способствует измельчению структуры слитка, а также обеспечивает развитие текстуры сжатия, характеризующейся ориентацией нормалей <100 > и <111 > вдоль направления сжатия (HC) (табл. 2). Последующий отжиг материала при температуре 700 °C в течение 1 ч приводит к существенному росту зерна, в связи с чем такой отжиг не следует использовать для создания материалов с ЭСУ после горячей ковки.

На начальном этапе прокатки ($\varepsilon \approx 50\%$) усиливается текстурная компонента {100}<110>, размытая в направлении {112}<111>, такое соотношение главных текстурных компонент сохраняется до степени деформации 85–90% по толщине прокатываемых пластин. Однако дальнейшее увеличение степени деформации приводит к переориентации зёрен к устойчивому положению нормалей <111> вдоль HH. T. e. наряду с исходной компонентой {100}<110> появляется текстурная компонента {111}<110>, как это было показано в работе [9]. Для прокатанных с большими обжатиями за проход фольг при степенях деформации $\varepsilon = 96\%$ наблюдалась текстура {111}<112>, в которой отсутствовала исходная компонента {100}<110> (см. табл. 2). В табл. 3 представлены текстурные компоненты всех исследованных образцов. Все деформированные фольги характеризуются преобладанием текстурной компоненты {100}<110>.

2.2.2. Текстура отжига

В результате отжига деформированных фольг в двухфазной области происходит выделение α'' -фазы (искажённая α -фаза) и увеличивается размер зерна материнской β -фазы. В работе [14] для сплава Ti-22%Nb-6%Zr показано, что с повышением температуры отжига от 550 до 650 °C средний диаметр зёрен увеличивается от 1–2 мкм до 8 мкм. Таким образом, не следует повышать температуру отжига более 650 °C. Отжиг горячекатаной пластины из сплава Ti-46%Zr-9%Nb при темпе-

гаолица г	Таблица	\mathcal{D}
-----------	---------	---------------

Закономерности текстурообразования в сплаве Ti-46Zr-9Nb (ат.%) при холодной прокатке

Режим термомеханической	Текстура					
обработки	НПФФ{110}	НПΦΦ{100}	Индексы			
— выплавка — гомогенизация — горячая ковка $\varepsilon = 40 \%$			5 4 3 2,5 2 1,5 1 0,5 <100> и <111> НС			
— выплавка — горячая ковка $\varepsilon = 40\%$ — отжиг 700 °C — 1 ч						
— прокатка $\varepsilon = 50 \%$			$\{100\}{<}011{>}\ \{112\}{<}11ar{1}{>}$			
— прокатка $\varepsilon = 90 \%$			$\{100\}{<}011{>}\ \{112\}{<}11ar{1}{>}$			
— прокатка $\varepsilon = 97 \%$			$\{100\}{<}011{>}$ $\{111\}{<}11ar{2}{>}$			
— прокатка $\varepsilon = 97.5 \%$ — отжиг 600 °C — 1 ч			$\{100\}{<}011{>}$ $\{111\}{<}1\bar{1}0{>}$			
— прокатка $\varepsilon = 96 \%$			$\{111\}{<}11\bar{2}{>}$			

Таблица 3

	$\varepsilon, \%$	Количество			Доля				
Номер		фаз, об.%							
	$I_{\text{отж}}, \mathbb{O}$			{100}	{112}		∫111\	∫111\	упругои
		α	β	<011>	<110>	P_2/P_1	$111 \int (111)$	$111 \int (111)^{-1}$	Составляющей
				(\mathbf{P}_1)	(P_2)		<110>	<112/	
1.0	$\varepsilon = 93.4$	0	100	85	16	0.2	2	1	0.78
1.1	550	6.1	93.9	88	30	0.3	6	23	0.76
1.2	600	1.7	98.3	93	32	0.3	7	7.5	0.79
1.3	650	0	100	106	28	0.3	0	0	0.79
2.0	ковка	0	100	1	0.6	0.6	3	2	
	$\varepsilon = 97.5$	0	100	26	11	0.4	20	3	
2.1	600	-	—	51	12	0.2	13	16	—
2.2	500	-	—	3	2	0.7	9	1	—
3.0	$\varepsilon = 91.9$	4.8	95.2	42	28	0.7	1.2	6	0.80
3.1	600	6.2	93.8	201	19	0.1	0.1	6	0.89
3.2	650	5.1	94.9	86	30	0.35	0.2	3	0.89
3.3	700	3.1	96.9	85	71	0.8	0	11	0.78
4.0	$\varepsilon = 91.2$	1.4	98.6	36	0	0	6	1	0.76
4.1	600	7.1	92.9	4	2	0.5	4	2	0.90
4.2	650	4.7	95.3	46	1.5	0.03	0.4	0	0.89
4.3	700	2.4	97.4	207	5	0.02	0	1.6	0.78

Интенсивность текстурных компонент исследованных фольг

ратуре 700 °C в течение 1 часа способствует существенному увеличению размеров зёрен, что приводит к нарушению статистики при регистрации ППФ и образованию отдельных текстурных максимумов, не позволяющих оценить преимущественную ориентацию зёрен в пластине (табл. 2). Поэтому в данной работе были выбраны следующие параметры отжига прокатанных фольг: температура 550–700 °C и время отжига 0.5 ч.



Рис. 3. ППП
Ф {110} для прокатанного (а) и отожжённых (б, в, г) при температурах 600, 650
и $700\,^{\circ}\mathrm{C}$ соответственно образцов сплава Ti-22%Nb-1%O



Рис. 4. ППП
Ф {110} для прокатанного (a) и отожжённых (б, в, г) при температурах 600, 650
и $700\,^{\circ}\mathrm{C}$ соответственно образцов сплава Ti-22%Nb-1.5%O

На рис. 3 и 4 показано изменение полных ППФ $\{110\}$, восстановленных из НППФ $\{100\}$, $\{110\}$ и $\{112\}$ через функцию распределения зёрен по ориентациям (ФРО), в результате отжига сплавов Ti-22%Nb-1%O и Ti-22%Nb-1.5%O при темпе-

ратурах 600, 650 и 700 °С в течение 0.5 ч. Результаты обработки ФРО, рассчитанных из экспериментальных НППФ, представлены в табл. 3 интенсивностью текстурных компонент и их соотношением. Сохранение α -фазы в образцах после отжига свидетельствует, что отжиг протекал в двухфазной области ДС. По-видимому, более искажённые зёрна с ориентацией {112}<110> или, тем более, {111}<112>, как это было показано в [15], претерпевают фазовое превращение в первую очередь. Последующее обратное $\alpha \to \beta$ -фазовое превращение при охлаждении может происходить путём наследования ориентации уже имеющихся в сплаве β -зёрен.

Из анализа результатов таблицы следует, что во всех отожжённых фольгах, как и в прокатанных, преобладает текстурная компонента $\{100\}<011>$. Однако доля компоненты рекристаллизации $\{112\}<1\overline{1}0>$ по сравнению с основной компонентой увеличивается в 1.5–1.7 раза. Причём это соотношение сильно варьируется для разных температур отжига и сплавов. Так, в прокатанной фольге из сплава Ti-22%Nb-1%O отмечается максимальное значение P2/P1 из всех исследованных деформированных фольг. Поэтому и в результате отжига при определённой температуре (700 °C) можно получить максимальное значение P2/P1. Для отожжённых образцов этого сплава соотношение текстурных компонент изменяется от 0.09 до 0.83 в зависимости от температуры отжига. В связи с торможением развития текстурной компоненты $\{11\overline{2}\}<111>$ в прокатанных фольгах из сплава Ti-22%Nb-1.5%O в текстурах отжига практически отсутствует компонента $\{112\}<1\overline{1}0>$.



Рис. 5. Изменение обратных полюсных фигур для трёх главных направлений HH, HП и ПН прокатанной фольги из сплава Ti-22%Nb-1.5%O (a) в результате отжига при температуре 700 °C (б)

Некоторые характерные типы обратных полюсных фигур для трёх главных направлений в листе показаны на рис. 5. В табл. 3 приведено соотношение основных текстурных компонент рекристаллизации $\{112\} < 1\overline{10} > (или \{111\} < 11\overline{2} >)$ и прокатки $\{100\} < 011 >$, присутствующих в образцах. Это соотношение определяет анизотропию свойств материала, поскольку согласно теоретическим представлениям [5] максимальную упругую деформацию следует ожидать вдоль направления <110 >. Для зёрен, характеризующихся ориентацией $\{100\} < 110 >$, вдоль НП и ПН следует ожидать одинаковых, максимально возможных свойств упругой деформации, поскольку вдоль этих направлений ориентированы нормали <110>, зато под углом 45° относительно НП свойства в плоскости фольги будут минимальные. Если же в образцах проходит рекристаллизация и появляется дополнительная текстурная компонента {112}<110>, то вдоль ПН ориентируются нормали <110>, а вдоль НП — <111>, и тогда должна наблюдаться анизотропия упругой деформации в направлениях ПН и НП.

2.3. Эффект сверхупругости в исследованных сплавах

Циклические испытания на растяжение отожжённых фольг из сверхупругих сплавов при комнатной температуре выполнены на образцах, вырезанных вдоль и поперёк НП фольг (рис. 1). На рис. 6 приведены кривые нагрузки и разгрузки исследованных образцов. По результатам измерений механических свойств установлено, что при циклическом растяжении фольг из сплава Ti-22%Nb-6%Zr в HП проявляется сверхупругость, а также наблюдается тренировка материала с последующим сохранением максимальной восстанавливающейся деформации. При комнатной температуре эффект сверхупругости удалось наблюдать в фольгах из сплава Ti-22%Nb-6%Zr, отожжённых при температурах 600 и 650 °C и растягиваемых только вдоль направления исходной прокатки. При нагружении фольги из сплава Ti-22%Nb-6%Zr в поперечном направлении сверхупругость не наблюдается, более того, некоторые образцы разрушаются уже при деформации 2%. Наблюдаемая анизотропия проявления ЭСУ может быть связана с наличием текстурной компоненты рекристаллизации {112}<110>. В дифракционном спектре образцов, подвергнутых «тренировке» и обладающих эффектом сверхупругости, обнаружены отражения дополнительной фазы, по которым удалось идентифицировать гранецентрированную орторомбическую структуру [10].

Фольги из сплавов Ti-22%Nb-1%O и Ti-22%Nb-1.5%O выдерживают тренировку в обоих направлениях до 5 циклов, хотя в них зарегистрировано присутствие дополнительной α -фазы, которая согласно работе [5] должна снижать величину сверхупругой деформации. Изотропия проявления эффекта сверхупругости материала в НП и ПН обусловлена формированием единственной текстурной компоненты {100}<011>, обеспечивающей ориентацию нормалей <110> с максимальной деформацией вдоль этих направлений (ср. ОПФ НП и ПН рис. 5 (б)). Однако, учитывая характер текстуры, можно ожидать изменения свойств в образцах, вырезанных под углом 45° к НП.

3. Вывод

1. Изучено текстурообразование в ОЦК-сплавах Ti-22%Nb-6%Zr, Ti-9%Nb-46%Zr, Ti-22%Nb-(1–1.5)%O (ат.%) при холодной прокатке. Установлено, что текстурообразование в этих сплавах при холодной прокатке протекает в соответствии с закономерностями, характерными для большинства ОЦК-металлов, при которых для степеней деформации, меньших 90%, устойчивой оказывается текстурная компонента {100}<011>, а с их повышением от 90 до 98% усиливается компонента {111}<112> или {111}<110>. Такие текстуры образуются в результате действия систем скольжения $\{110\}<1\overline{1}>$ и $\{11\overline{2}\}<111>$.

2. При термической обработке прокатанных фольг в температурном интервале 550–700 °C в течение 0.5–1.0 ч происходит изменение кристаллографической текстуры деформации. В случае отжига фольги из сплава Ti-22%Nb-6%Zr, прокатанной до степени деформации 93%, в температурном интервале 550–650 °C происходит



Рис. 6. Изменение свойств отожжённых фольг при циклической нагрузке

усиление текстурной компоненты {112}<110> наряду с компонентой {100}<011>.

3. При использовании циклической нагрузки с амплитудой по деформации (до 2.5%) показано, что фольги из сплава Ti-22%Nb-6%Zr подвергаются «тренировке», в результате которой вид кривых напряжение — деформация при нагрузке и разгрузке свидетельствует о появлении в материале эффекта сверхупругости. При комнатной температуре ЭСУ удалось наблюдать в фольгах, отожжённых при температурах 600 и 650 °C и растягиваемых только вдоль направления исходной прокатки. Наблюдаемая анизотропия проявления ЭСУ может быть связана с наличием дополнительной текстурной компоненты рекристаллизации {112}<10>.

4. В сплавах Ti-22%Nb-1%O и Ti-22%Nb-1.5%O, предварительно прокатанных до 91–92% и отожжённых при температурах 650–700 °C, эффект сверхупругости проявляется в двух направлениях НП и ПН, что обусловлено формированием един-

ственной текстурной компоненты {100}<011>, обеспечивающей ориентацию нормалей <110> с максимальной деформацией вдоль НП и ПН. Наличие дополнительной α-фазы в исследованных сплавах не сказывается на эффекте сверхупругости.

Список литературы

- Kim, H. Y. Mechanical properties and shape memory behavior of Ti-Nb alloys / H. Y. Kim, S. Hashimoto, J. I. Kim, H. Hosoda et al. // Materials Transactions. - 2004. -Vol. 45. - P. 2443-2448.
- Miyazaki, S. Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys / S. Miyazaki, H. Y. Kim, H. Hosoda // Material Science and Engineering: A. - 2006. - Vol. 438-440. - P. 18-24.
- Kim, H. Y. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys / H. Y. Kim, Y. Ikehara, J. I. Kim et al. // Acta Materialia. — 2006. — Vol. 54. — P. 2419–2429.
- Kim, H. Y. Martensitic transformation and superelastic properties of Ti-Nb base alloys / H. Y. Kim, S. Miyazaki // Materials Transactions. - 2015. - Vol. 56. - P. 625-634.
- Kim, H. Y. Several issues in the development of Ti–Nb-based shape memory alloys / H. Y. Kim, S. Miyazaki // Shape Memory and Superelasticity. – 2016. – Vol. 2. – P. 380– 390.
- Inamura, T. Optimum rolling ratio for obtaining 001<110> recrystallization texture in Ti–Nb–Al biomedical shape memory alloy / T. Inamura, R. Shimizub, H. Y. Kim et al. // Materials Science and Engineering: C. – 2016. – Vol. 61. – P. 499–505.
- Kim, H. Y. Texture and shape memory behavior of Ti-22Nb-6Ta alloy / H. Y. Kim, T. Sasaki, K. Okutsu, et al. // Acta Materialia. — 2006. — Vol. 54, no. 2. — P. 423– 433.
- Isaenkova, M. Modern methods of experimental construction of texture complete direct pole figures by using X-ray data / M. Isaenkova, Y. Perlovich, V. Fesenko // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. — 2016. — Vol. 130.
- Perlovich, Yu. Superelastic alloy Ti-22%Nb-6%Zr: X-ray study of deformation features / Yu. Perlovich, M. Isaenkova, S. Chekanov et al. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. — 2016. — Vol. 130.
- 10. Isaenkova, M. Methods of research of shape memory effect and superelasticity in the alloy Ti-22%Nb-6%Zr / M. Isaenkova, Yu. Perlovich, A. Osintsev et al. // 15th International School-Conference "New materials — Materials of innovative energy: development, characterization methods and application", KnE Material Science. — 2018. — Vol. 2018. — P. 221–231.
- Oliver, W. C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W. C. Oliver, G. M. Pharr // Journal of Material Research. - 2004. - Vol. 19, no. 1. - P. 3-20.
- 12. Головин, Ю. И. Наноиндентирование и его возможности / Ю. И. Головин. М. : Машиностроение, 2009. 312 с.
- 13. **Лякишев, Н. П.** Диаграммы состояний двойных металлических систем / Н. П. Лякишев. М. : Машиностроение, 1996. Т. 3, кн. 1. С. 655–657.
- 14. Kim, J. I. Effect of annealing temperature on microstructure and shape memory characteristics of Ti–22Nb–6Zr (at.%) biomedical alloy / J. I. Kim, H. Y. Kim, T. Inamura et al. // Materials Transactions. 2006. Vol. 47, no. 3. P. 505–512.
- 15. **Перлович, Ю. А.** Структурная неоднородность текстурованных металлических материалов / Ю. А. Перлович, М. Г. Исаенкова. М. : НИЯУ МИФИ, 2015. 398 с.

Поступила в редакцию 13.08.2018 После переработки 18.10.2018

Сведения об авторах

Зарипова Мария Маратовна, студентка кафедры физических проблем материаловедения, институт ядерной физики и технологий, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: mmzaripova@mephi.ru.

Исаенкова Маргарита Геннадьевна, доктор физико-математических наук, профессор и ведущий научный сотрудник кафедры физических проблем материаловедения (№ 9), институт ядерной физики и технологий, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: isamarg@mail.ru.

Перлович Юрий Анатольевич, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник кафедры физических проблем материаловедения (№ 9), институт ядерной физики и технологий, профессор кафедры физики прочности (№ 16), Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: yuperl@mail.ru. Осинцев Андрей Вениаминович, и. о. заведующего кафедрой физики прочности (№ 16), Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: avosintsev@mephi.ru.

Фесенко Владимир Александрович, научный сотрудник кафедры физических проблем материаловедения, институт ядерной физики и технологий, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: vafesenko@mephi.ru. Chelyabinsk Physical and Mathematical Journal. 2019. Vol. 4, iss. 1. P. 94–107.

DOI: 10.24411/2500-0101-2019-14109

INFLUENCE OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE AND PHASE COMPOSITION ON THE EFFECT OF SUPERELASTICITY OF FOILS FROM ALLOYS BASED ON Ti—Nb

M.M. Zaripova^{*a*}, M.G. Isaenkova^{*b*}, Yu.A. Perlovich^{*c*}, A.V. Osintsev^{*d*}, V.A. Fesenko^{*e*}

National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia ^ammzaripova@mephi.ru, ^bisamarg@mail.ru, ^cyuperl@mail.ru, ^davosintsev@mephi.ru, ^evafesenko@mephi.ru

The results is presented of the analysis of the structure, crystallographic texture and anisotropy of manifestation of the superelasticity effect for foils rolled from forged ingots of Ti-22%Nb-6%Zr, Ti-9%Nb-46%Zr, Ti-22% Nb-(1-1,5)%O (at.%) and subjected to heat treatment. Based on the analysis of formation patterns of the crystallographic texture in foils as a result of their cold rolling, the main mechanisms of plastic deformation, which are activated in the listed alloys, are revealed. The variation of the annealing temperature in the range of 550–700°C allows changing the structure and the +crystallographic texture of the deformed foils due to the activation of various processes during annealing and, thus, the functional and mechanical properties of the material. Tests of the foils examined under tension and under cyclic loading (stretching up to a strain of 2.5%, followed by complete unloading of the sample) along and across their rolling direction confirm the presence of anisotropy of the manifestation of superelasticity effect in the materials. It is shown that this effect is orientational and structurally dependent.

Keywords: superelasticity, martensitic transformations, crystallographic texture, rolling, heat treatment.

References

- 1. Kim H.Y., Hashimoto S., Kim J.I. et al. Mechanical properties and shape memory behavior of Ti-Nb alloys. *Materials Transactions*, 2004, vol. 45, pp. 2443–2448.
- Miyazaki S., Kim H.Y., Hosoda H. Development and characterization of Ni-free Tibase shape memory and superelastic alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 438–440, pp. 18–24.
- Kim H.Y., Ikehara Y., Kim J.I. et al. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, pp. 2419– 2429.
- Kim H.Y., Miyazaki S. Martensitic transformation and superelastic properties of Ti-Nb base alloys. *Materials Transactions*, 2015, vol. 56, pp. 625–634.
- Kim H.Y., Miyazaki S. Several issues in the development of Ti–Nb-based shape memory alloys. Shape Memory and Superelasticity, 2016, vol. 2, pp. 380–390.
- Inamura T., Shimizub R., Kim H.Y. et al. Optimum rolling ratio for obtaining 001<110> recrystallization texture in Ti–Nb–Al biomedical shape memory alloy. *Materials Science and Engineering: C*, 2016, vol. 61, pp. 499–505.
- Kim H.Y., Sasaki T., Okutsu K. et al. Texture and shape memory behavior of Ti-22Nb-6Ta alloy. Acta Materialia, 2006, vol. 54, no. 2, pp. 423–433.
- 8. Isaenkova M., Perlovich Y., Fesenko V. Modern methods of experimental construction of texture complete direct pole figures by using X-ray data. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 130.

- Perlovich Yu., Isaenkova M., Chekanov S. Superelastic alloy Ti-22%Nb-6%Zr: Xray study of deformation features. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 130.
- Isaenkova M., Perlovich Yu., Osintsev A. et al. Methods of Research of Shape Memory Effect and Superelasticity in the Alloy Ti-22%Nb-6%Zr. 15th International School-Conference "New materials – Materials of innovative energy: development, characterization methods and application", KnE Material Science, 2018, vol. 2018, pp. 221–231.
- 11. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 2004, vol. 19, no. 1, pp. 3–20.
- 12. Golovin Yu.I. Nanoindentirovanie i yego vozmozhnosti [Nanoindentation and its capabilities]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009. 312 p. (In Russ.).
- 13. Lyakishev N.P. Diagrammy sostoyaniy dvoynyh system [State diagrams of double metallic systems]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1996. Vol. 3, pp. 655–657. (In Russ.).
- 14. Kim J.I., Kim H.Y., Inamura T. et al. Effect of annealing temperature on microstructure and shape memory characteristics of Ti-22Nb-6Zr(at.%) biomedical alloy. *Materials Transactions*, 2006, vol. 47, no. 3, pp. 505–512.
- 15. Perlovich Yu.A., Isaenkova M.G. Strukturnaya neodnorodnost' teksturirovannykh metallicheskikh materialov [Structural heterogeneity of textured metal materials]. Moscow, National Research Nuclear University "MEPhI', 2015. 398 p. (In Russ.).

Accepted article received 13.08.2018 Corrections received 18.10.2018