

Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 形状记忆合金轧制板材的织构、相变和性能

颜莹¹, 金伟², 王健², 周亭俊¹

(1. 东北大学 材料物理与化学研究所, 沈阳 110004;

2. 中国科学院 金属研究所, 沈阳 110016)

摘 要: 采用 XRD、DSC 和拉伸试验机对热轧和冷轧 Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 形状记忆合金板材的织构、相变、拉伸和恢复性能进行研究, 以便为提高 Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 合金的性能提供参考依据。结果表明: 热轧板材中的 {001}⟨uv0⟩ 和 γ 丝织构较强, 冷轧板材的织构主要为 γ 丝; 850 °C 退火冷轧板材的 M_s 点低于热轧板材的, 且热滞明显提高; 沿 850 °C 退火板材轧向(RD), 应力诱发马氏体临界应力 σ_M 最高, 与轧向成 45° 角方向最低, 且冷轧板材的应力诱发马氏体临界应力高于热轧板材的; 850 °C 退火冷轧板沿不同方向可恢复应变基本接近, 热轧板材存在差异, 沿横向(TD)和 45° 角方向高于冷轧板材。

关键词: Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 形状记忆合金; 相变; 织构; 拉伸性能; 恢复应变

中图分类号: TG 146.4; TG 139.6

文献标志码: A

Texture, transition and properties of rolled Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ shape memory alloy sheet

YAN Ying¹, JIN Wei², WANG Jian², ZHOU Ting-jun¹

(1. Institute of Materials Physics and Chemistry, Northeastern University, Shenyang 110004, China;

2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: The texture, transformation and tensile and recovery properties of hot-rolled and cold-rolled Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ shape memory alloy sheets were studied by XRD, DSC and tensile tester. The purpose was to provide reference data for improving properties of Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ alloys. The results show that {001}⟨uv0⟩ and γ fibre textures in the hot-rolled sheet are more intense, and the main texture in cold-rolled sheet is γ fibre. M_s point of the cold-rolled sheet annealed at 850 °C is less than that of the hot-rolled sheet, and (A_s - M_s) obviously increases. The stress-induced martensite transformation critical stress σ_M of sheets annealed at 850 °C is maximum along RD and minimum along 45° angle to RD, and σ_M of the cold-rolled sheet is more than that of the hot-rolled sheet along different directions. The recovery strains of the cold-rolled sheet annealed at 850 °C are near along different directions and those of the hot-rolled sheet are different and more than those of the cold-rolled sheet along TD and 45° angle.

Key words: Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ shape memory alloy; transition; texture; tensile properties; recovery strain

形状记忆合金部件在热加工或冷变形过程中, 会产生不同的织构, 从而影响合金的力学和记忆性能。对近等摩尔比 TiNi 多晶合金的织构研究表明, 在 B2 母相中, 主要形成 α 或 γ 丝织构^[1-4]。织构的存在导致 TiNi 合金板材的性能呈现明显的各向异性^[2, 5-6]。目前, 对于 TiNi 基形状记忆合金织构及其与性能关系的

研究主要集中在 TiNi 合金, 对 Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 形状记忆合金的织构, 尤其是织构与性能关系的研究鲜见报道。因此, 本文作者研究该合金热轧和冷轧板材的织构及其与拉伸和记忆性能的关系, 既可为其在工程上的应用提供参考依据, 同时也为进一步揭示织构影响记忆合金力学和记忆行为机理打下基础。

1 实验

取 150 kg $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ (摩尔分数, %) 合金铸锭, 经 850 热锻和热轧制备成厚 3 mm 的板材, 然后冷轧, 冷轧过程中采取 850 , 20 min 中间退火, 最后冷轧成 2 mm 厚板材。从板材上切割出 DSC 分析、织构分析和图 1 所示“工”字型拉伸试样, 最后经 850 , 90 min 退火处理。

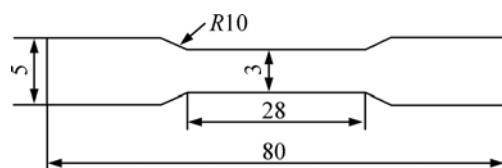


图 1 拉伸试样示意图

Fig.1 Schematic diagram of tensile sample (mm)

利用 PekinElmer Pyris Diamond DSC、X'pert Pro MRD XRD 和 AG-I 500 kN 拉伸试验机测试相变、织构和性能。DSC 测量时, 升降温速率为 20 /min 织构测试采用 $\text{CoK}\alpha$ 辐射、管压 35 kV、管流 40 mA, 测定 B2 相 $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ 3 个不完整极图, 极图测量范围 α 为 0~70°, β 为 0~360°, 利用 Bunge 法计算 ODF; 拉伸速率为 $1.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 恢复试验在 -65 下, 进行 17% 预变形后卸载, 随后升温至 240 。

2 结果与讨论

2.1 织构

图 2 所示为热轧和冷轧板材中 B2 相的 ODF 恒 φ_2 截面图组。由图 2 可见, 板材的强织构组分主要分布在 $\varphi_2=45^\circ$ 的截面图中。从热轧板材 $\varphi_2=45^\circ$ 截面图可知, B2 相具有较强的 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 和 γ 丝织构, 以及较弱的 $\{332\}\langle uvw \rangle$ 织构 (见图 2(a))。 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 织构中强点为 $(001)[1\bar{8}0]$ 和 $(001)[1\bar{8}0]$ 组分, 取向密度分别为 17.65 和 17.57。 γ 丝织构的强点为 $(111)[1\bar{6}5]$ 和 $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ 组分, 取向密度分别为 11.75 和 13.38。取向密度最大值 17.84 的织构组分出现在 $\varphi_2=65^\circ$ 和 70° 截面图中, 为 $(001)[1\bar{5}0]$ 。冷轧板材中的 B2 相主要形成了较强的 γ 和 $\{332\}$ 丝织构 (见图 2(b))。 γ 丝中的组分都比较强, 尤其是 $(111)[1\bar{1}0]$ 和 $(111)[0\bar{1}1]$ 组分, 取向密度为 14.56。 $\{332\}$ 丝织构中只有 $(233)[0\bar{1}1]$ 组分强度较高, 取向密度达到最大值 16.08。

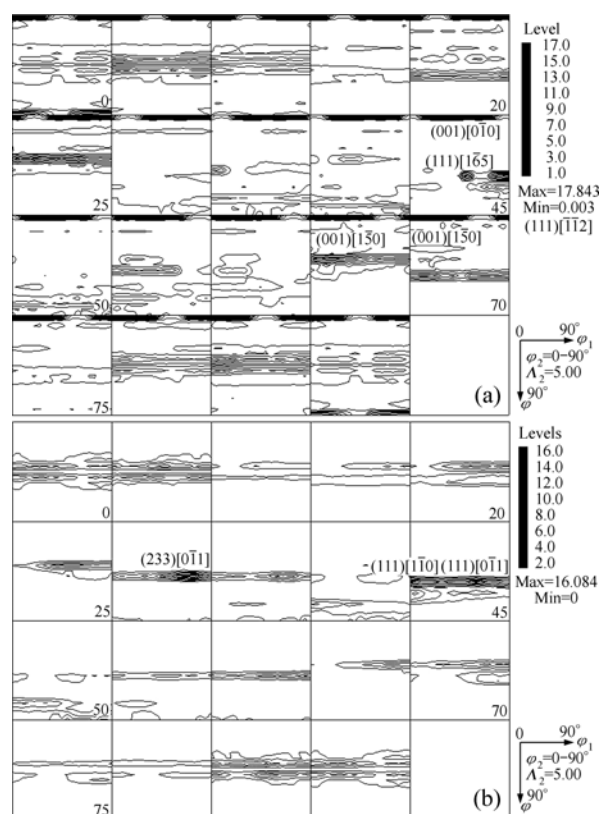


图 2 热轧和冷轧板材 ODF 恒 φ_2 截面图组

Fig.2 Constant φ_2 section groups of ODFs of hot- (a) and cold-rolled (b) sheets

以上结果表明: 热轧板材中的 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 织构并不稳定, 继续冷轧加中间退火, 该织构消失, 而 γ 丝织构增强。

2.2 相变

经 850 , 90 min 退火处理板材的 DSC 曲线示于图 3。由图 3 可见, 冷轧板材的 M_s 点为 -90.8 , 低

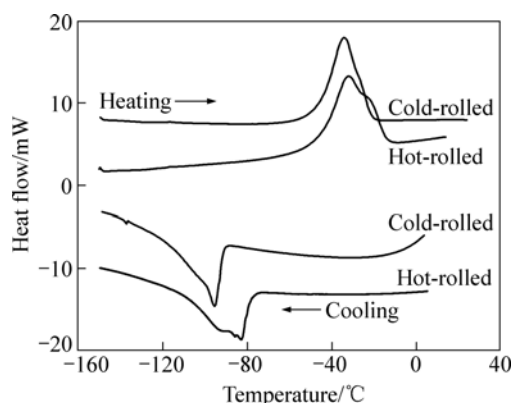


图 3 经 850 , 90 min 退火热轧和冷轧板材的 DSC 曲线

Fig.3 DSC curves of hot- and cold-rolled sheets annealed at 850 for 90 min

于热轧板材的-77.3 ,且相变热滞从热轧板材的 31.9 提高到冷轧板材的 44.7 。

2.3 拉伸和记忆性能

沿与 850 退火板材轧向成 0°、45°、90°方向拉伸的室温应力—应变曲线示于图 4。沿横向(90°)拉伸,应力诱发马氏体再取向平台都不明显,而沿轧向(0°)和 45°角方向比较明显。从中测得的应力诱发马氏体相变临界应力 σ_M 见表 1。由表 1 可看出,板材的应力

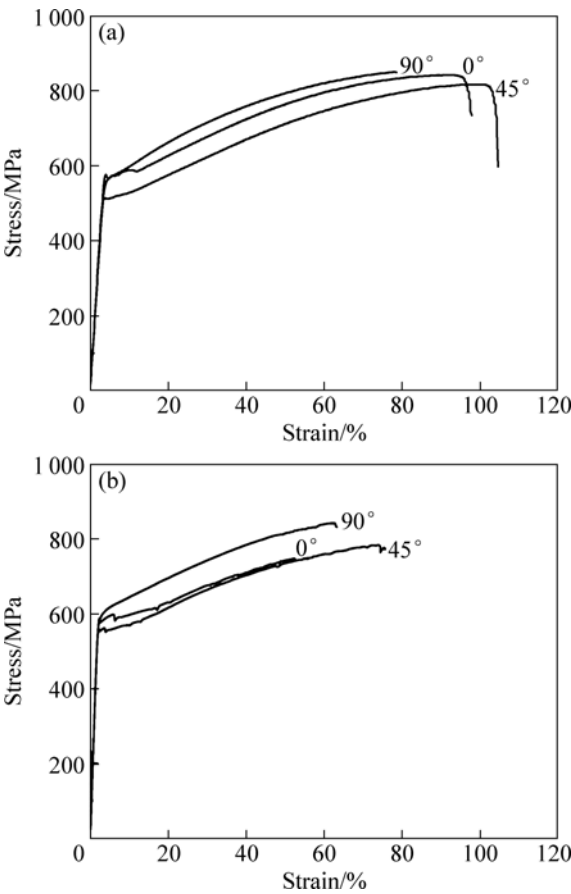


图 4 经 850 , 90 min 退火热轧和冷轧板材不同方向拉伸的室温应力—应变曲线

Fig.4 Room temperature tensile stress—strain curves of hot-rolled (a) and cold-rolled (b) sheets annealed at 850 for 90 min along different directions

表 1 经 850 , 90 min 退火板材沿不同方向拉伸后的 σ_M
Table 1 σ_M of sheets annealed at 850 for 90 min along different directions

| Specimen | σ_m /MPa | | |
|-------------|-----------------|-------|-------|
| | RD | 45° | TD |
| Hot-rolled | 576.7 | 511.2 | 544.7 |
| Cold-rolled | 585.6 | 557.3 | 579.1 |

诱发马氏体临界应力沿轧向最高,横向次之,45°角方向最低;沿冷轧板材不同方向,应力诱发马氏体临界应力高于热轧板材的。

Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ 合金在 ($M_s\pm30$) 下变形到 14%~20%,可有效地提高马氏体的稳定性,使相变滞后增大,同时应变回复率仍然维持在较高的水平。因此,选择在-65 下对 850 退火板材进行 17%预变形后卸载加热,从温度—应变关系曲线测得的恢复应变见表 2。由表 2 可看出,冷轧板材沿不同方向拉伸可恢复应变基本维持在 7%,而热轧板材沿横向和 45°角方向恢复应变较高,而沿轧向则与冷轧板材接近。

表 2 在-65 沿不同方向预变形到 17%后板材的恢复应变
Table 2 Recovery strains of sheet along various directions at 17% pre-strain and -65 (°)

| Hot-rolled | | | Cold-rolled | | |
|------------|------|------|-------------|------|------|
| RD | 45° | TD | RD | 45° | TD |
| 7.01 | 7.24 | 7.38 | 6.98 | 6.93 | 7.03 |

2.4 讨论

透射电镜及 X 射线分析表明^[7],不同取向形变晶粒储能由大到小顺序为{110}、{111}、{112}。{100}, {110}和{112}晶粒虽然储能较大,但热轧后其数量极少,因此可以预测再结晶应先在{111}区、随后在{100}区进行。冷轧加中间退火主要为 γ 丝织构,这也证明再结晶主要在{111}区进行,再加上形变,导致{001} $\langle uv0 \rangle$ 织构消失。

与热轧板材相比,冷轧板材经多次冷轧加 850 中间退火后,再结晶的发生细化了 B2 相晶粒尺寸,母相的强化降低了 M_s 点,也增大了热滞,且沿不同方向拉伸的应力诱发马氏体临界应力高于热轧板材。

冷轧板材中的 γ 丝织构导致沿不同方向拉伸恢复应变变化不大。而热轧板材中由于存在较强的{001} $\langle uv0 \rangle$ 丝织构,且{111}区是再结晶发生的主要区域,所以经 850 退火后,热轧板材的{001} $\langle uv0 \rangle$ 丝织构会减弱, γ 丝织构将增强。由于{001} $\langle uv0 \rangle$ 织构的存在导致不同方向的恢复应变存在差异。

沿 TiNi 单晶的[111]、[110]和[001]取向拉伸,在应力—应变曲线上呈现的硬化现象越来越明显,而压缩时正好相反。多晶材料拉伸与压缩载荷作用下的应力—应变曲线的不对称性主要与合金的择优取向有关^[8-9]。对于热轧板材中的 B2 相,{001} $\langle uv0 \rangle$ 丝织构较强,且向{001} $\langle 010 \rangle$ 组分靠近,这导致沿轧向应力诱发马氏体临界应力较高。冷轧板的强织构组分主要靠近{111} $\langle 110 \rangle$,所以沿横向强织构组分应靠近

$\{111\}\langle 112\rangle$ 。 $\langle 112\rangle$ 、 $\langle 110\rangle$ 与 $\langle 111\rangle$ 的夹角分别为 19.5° 和 35° 。因此, $\langle 112\rangle$ 更接近 $\langle 111\rangle$ 取向,导致冷轧板材沿轧向临界应力较高。

3 结论

1) 热轧板材织构主要为 $\{001\}\langle uv0\rangle$ 和 $\{111\}\langle uvw\rangle$ 丝,经冷轧加中间退火后, $\{001\}\langle uv0\rangle$ 丝织构消失, $\{111\}\langle uvw\rangle$ 丝织构增强。

2) 经 850 退火冷轧板材的 M_s 点低于热轧板材的,热滞提高。

3) 经 850 退火板材沿轧向的应力诱发马氏体临界应力最高,沿 45° 角方向最低。沿不同方向拉伸,冷轧板材的临界应力高于热轧板材。

4) 经 850 退火冷轧板材的恢复应变沿不同方向变化不大,而热轧板材沿横向最大,沿轧向与冷轧板材接近。

REFERENCES

- [1] MIYAZAKI S, NO V H, KITAMURA K, KHANTACHAWANA A, HOSODA H. Texture of Ti-Ni rolled thin plate and sputter-deposited thin films[J]. *Inter J Plasticity*, 2000, 16: 1135–1154.
- [2] CHANG S H, WU S K. Textures in cold-rolled and annealed $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ shape memory alloy[J]. *Scr Mater*, 2004, 50: 937–941.
- [3] PAULA A S, CANEJO J H P G, MAHESH K K, SILVA R J C, BRAZ FERNANDES F M, MARTINS R M S, CARDOSO A M A, SCHELLI N. Study of the textural evolution in Ti-rich NiTi using synchrotron radiation[J]. *Nuc Instru Meth Phys Res*, 2006, 246: 206–210.
- [4] THAMBURAJA P, ANAND L. Polycrystalline shape-memory materials: Effect of crystallographic texture[J]. *J Mech Phys Solids*, 2001, 49: 709–737.
- [5] DALAY S, RAVICHANDRAN G, BHATTACHARYA K. Stress-induced martensitic phase transformation in thin sheets of Nitinol alloys[J]. *Acta Mater*, 2007, 55: 3593–3600.
- [6] GAO S, YI S. Experimental study on the anisotropic behavior of textured NiTi pseudoelastic shape memory alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 2003, 362: 107–111.
- [7] ZHAO H, RAMA S C, BARBER G C, WANG Z, WANG X. Experimental study of deep drawability of hot rolled IF steel[J]. *J Mater Proc Technol*, 2002, 128(1/3): 73–79.
- [8] GALL K, SEHITOGLU H, CHUMLYAKOV Y, KIREEVAI V. Tension-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi[J]. *Acta Mater*, 1999, 47: 1203–1217.
- [9] SEHITOGLU H, KARAMAN I, ANDERSON R, ZHANG X, GALL K, MAIER H J, CHUMLYAKOV Y. Compressive response of NiTi single crystals[J]. *Acta Mater*, 2000, 48: 3311–3326.

(编辑 袁赛前)