

Ti_{49.8}Ni_{50.2} 合金丝材的热机械循环疲劳和相变研究

谭 冀, 李艳锋, 高宝东, 米绪军

(北京有色金属研究总院 有色金属材料制备加工国家重点实验室, 北京 100088)

摘 要: 研究了热处理对 Ti_{49.8}Ni_{50.2} 合金丝材的相变、力学性能以及热机械循环疲劳的影响。结果表明: 随着退火温度的升高, R→B19'相变温度升高, B2→R 相变温度降低, 873 K 退火时 B2→R 和 R→B19'相变重合。当退火温度(T_a)低于 823 K 时, 试样处于回复阶段, σ_M 随退火温度升高有小幅下降, 723 K 退火试样在热机械循环中获得最大稳定回复应变, 疲劳寿命随退火温度的升高略有提高; 退火温度高于 823 K 时, 试样发生再结晶, σ_M 剧烈下降, 稳定回复应变剧烈降低, 而疲劳寿命由 10³ 升至 10⁴ 数量级。

关键词: Ti-Ni 形状记忆合金; 热机械循环; 应力诱发马氏体相变; 回复应变; 疲劳寿命

中图分类号: TB 381

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)05-0784-04

Ti-Ni 基形状记忆合金(shape memory alloy,以下简称 SMA)具有独特的形状记忆与超弹性效应、优异的阻尼特性与抗疲劳能力以及良好的抗腐蚀性和生物相容性, 广泛应用于航空航天、机械、电子和医学领域^[1,2]。

微型驱动器作为 Ti-Ni SMA 在智能材料方面的典型应用, 是通过记忆合金在一定载荷作用下进行热循环(即热机械循环)所致马氏体相变及其逆相变实现对外功能输出。为了提高驱动器的响应速度, 必须大幅降低记忆合金的有效尺寸, 因此超细丝材已成为在微驱动器研究制造领域 SMA 应用的主要形式^[3-5]。相对于常规尺度材料而言, 微米级 SMA 丝材的内部缺陷和表面状态对丝材记忆效应和疲劳寿命的影响更为显著, 相关基础研究具有工程意义与学术价值, 但目前尚未见系统研究报道。本工作主要研究了热处理对 Ti-Ni SMA 超细丝材的相变、力学性能以及热机械循环疲劳性能的影响。

1 实 验

所用名义成分为 Ti_{49.8}Ni_{50.2}(at%下同)SMA 采用真空自耗熔炼炉熔炼而成。铸锭先后经过热锻、热轧、热拉和冷拉工艺, 加工成直径为 0.105 mm 的丝材, 冷加工变形率为 50%。将试样分别在 673、723、773、823 和 873 K 退火 10 min 后空冷。通过标准 4 点探针电阻法测试以上不同热处理态试样的相变温度, 升降温速率约为 3 K/min。在 MTS-810 材料试验机上测试试样室温拉伸力学性能, 拉伸应变速率为 3.3×10⁻⁴ s⁻¹。

热机械循环过程中的回复位移测试在自组装热机械循环试验机上进行, 实验装置原理如图 1 所示。恒应力载荷通过绝缘杆连接在试样上。在一定的恒定电流下, 试样在 2 s 内升温至 A_f 点以上, 以确保逆马氏体相变完全。在随后断电的 4 s 内空冷至室温, 循环周期为 6 s。回复位移 Δl 通过分辨率为 0.04 mm 的位移传感器来记录。测试试样标距为 l₀=100 mm, 则回复应变为 δ=Δl/l₀。为减少误差, 每种热处理态试样经过 5 次重复测试, 试样的疲劳寿命取平均值。最后对经过热机械循环断裂的试样进行 SEM 断口分析。

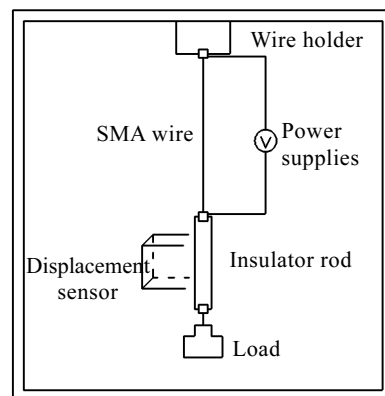


图 1 自组装热机械循环试验机原理图

Fig.1 Schematic of setup used for thermo-mechanical cycling test

收稿日期: 2008-05-19

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50471021)

作者简介: 谭 冀, 男, 1983 年生, 硕士生, 北京有色金属研究总院有色金属材料制备加工国家重点实验室, 北京 100088, 电话: 010-82241161, E-mail: tj135@tom.com

2 结果与讨论

2.1 热处理对 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 细丝相变温度和力学性能的影响

图 2 为不同退火温度下 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 细丝电阻-温度曲线。可见,随着退火温度的升高, R→B19' 相变所致的电阻陡降过程向高温方向偏移,而 B2→R 相变所致的电阻剧升过程向低温方向偏移。参照文献[6]采用切线法在电阻-温度曲线上标定的相变温度如图 3 所示。冷加工态 Ti-Ni SMA 组织内部存在高应力和高密度位错等缺陷,这种组织状态对马氏体相变具有抑制作用[7]。可见,当退火温度低于 823 K 时,组织处于回复状态,此时内部应力完全释放,位错通过滑移、攀移,密度降低,加工硬化程度削弱,形成稳态组织,有利于马氏体变体形核, M_s 和 M_f 有一定程度的上升。而当温度高于 823 K 时,试样发生再结晶,回复阶段的残余位错等结构缺陷被消除, M_s 和 M_f 迅速上升,退火温度为 873 K 时 B2→R 与 R→B19' 相变重合。有研究表明,冷加工形成的位错影响 B2→R 相变, R 相趋向于在应力集中区域形核[8]。随着退火温度的升高,残留缺陷密度减小,组织均匀性改善,有利于 R 相形核的有效位置减少, R_s 和 R_f 有小幅度的下降。A_s、A_f 并没有随着退火温度的升高表现出明显的变化,这可能是对称性较低的单斜结构向高对称性的 CsCl 型有序结构的 B19'→B2 马氏体相变受位错等结构缺陷的影响较小所致。

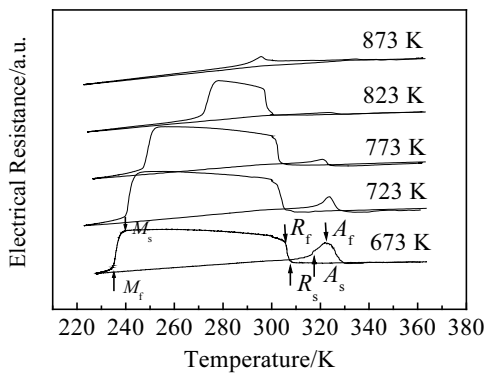


图 2 不同退火温度下 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 电阻-温度曲线
Fig.2 Electrical resistance versus temperature curves of Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA upon different annealing

由图 3 可知, 873 K 退火试样的 M_s 点最高, 但仍低于室温(298 K), 从而试样在室温均处于奥氏体状态。因此, 所有退火态试样的应力-应变曲线(图 4)上的平台均为应力诱发马氏体相变所致。可见, 当温度

低于 823 K 时, 试样处于回复阶段, 内部应力和部分位错缺陷的消除对应力诱发马氏体临界值 σ_M 影响尚不明显; 当温度高于 823 K 时, 随着再结晶的开始, 位错缺陷大量被消除, σ_M 急剧下降。与此同时, 试样断裂延伸率有很大的提高, 而抗拉强度则大幅度下降。

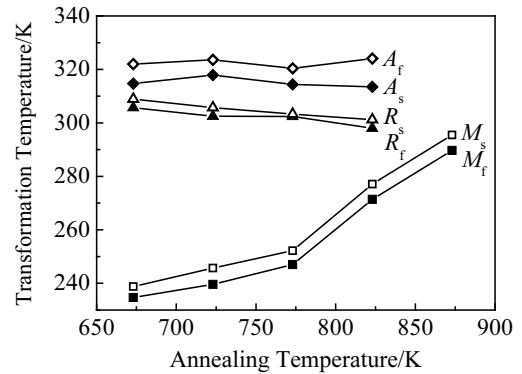


图 3 退火温度对 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 相变温度的影响
Fig.3 Effect of annealing temperature on transformation temperatures of Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA

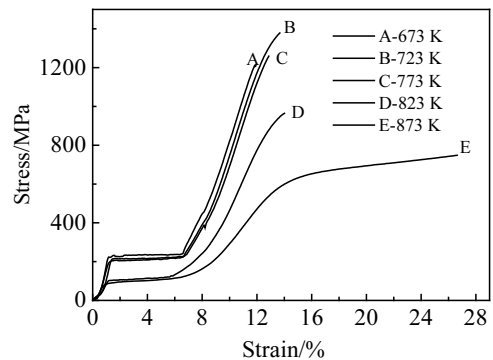


图 4 不同热处理温度下的 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 应力-应变曲线
Fig.4 Stress-strain curves of Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA upon different annealing

2.2 热处理对 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 细丝在热机械循环中回复应变和疲劳性能的影响

为了保证不同热处理态试样热机械循环特性的可比性, 根据试样相应 σ_M 确定热机械循环所需恒应力载荷。如表 1 所示, 对于 673、723 和 773 K 退火试样采用的是 σ_M+45 MPa。而对于 823 和 873 K 采用 σ_M+45 MPa 时试样回复应变太小, 因此采用 σ_M+75 MPa。

测试结果表明, 不同温度退火试样的回复应变(RS)在热机械循环初期变化显著(图 5a)。RS 在第 1 次循环中获得最大值。由于恒应力载荷较小, 应力诱发的择优取向马氏体变体形成缓慢, 在 4 s 内冷却过程中变体取向比较杂乱, 相变应变较小, 随后的加热过程中

RS 较小。随着循环进行, σ_M 下降, 相变驱动力增加, 冷却过程中马氏体变体取向更一致, 因而 RS 逐渐增加。当具有最大的 Schimid 因子的马氏体变体在冷却过程中完全形成时, RS 达到另外一个极大值。

表 1 不同热处理态试样相应 σ_M 确定热机械循环外加恒应力载荷值

Table 1 Constant loads for thermo-mechanical cycling test					
Annealing temperature/K	673	723	773	823	873
σ_M /MPa	225	215	205	105	95
Stress/MPa	270	260	250	180	170

热机械循环在 SMA 中引入新的位错, 位错密度的提高使马氏体被稳定化。随着稳定化马氏体数量的增加, 在逆马氏体相变中可提供相变应变的马氏体量减少, 从而导致了 RS 的减少^[9]。此外, 奥氏体相中的塑性变形也在循环中逐步积累。在经历了初期循环(约 500 次)后, 稳定化马氏体以及奥氏体中的塑性变形基本达到稳定状态, 如图 5b 所示, 在随后循环至失效期间 RS 衰减非常缓慢(小于 0.2%), 可近似认为其进入稳定区。

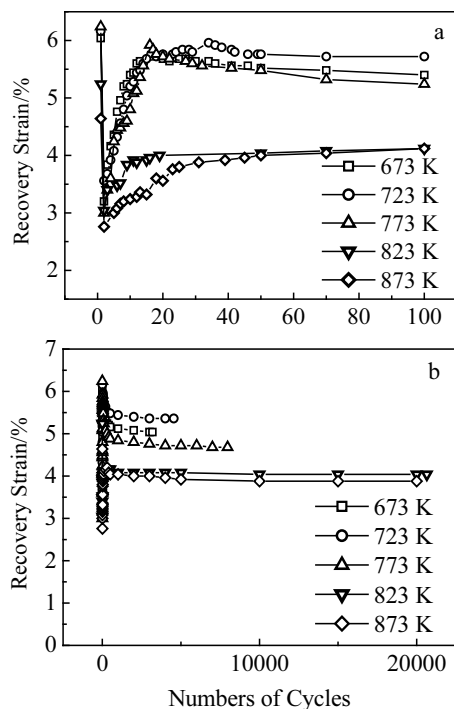


图 5 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 在恒载荷下热机械循环中回复应变与循环次数的关系

Fig.5 Recovery strain versus number of cycles upon TMC at constant load of Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA during: (a) the initial 100 cycles and (b) the whole fatigue life

定义经过 500 次循环时的回复应变为试样的稳定回复应变。图 6 为不同热处理态试样在热机械循环中的稳定回复应变和疲劳寿命。可见, 当温度低于 823 K 时, 673 K 退火试样刚进入回复阶段, 内部应力得到释放, 但内部缺陷还较多, 在一定程度上抑制马氏体相变, 而 773 K 退火时, 回复比较完全, 位错得到消除或重排, 试样在循环过程中更易产生位错, 因此处于部分回复状态的 723 K 退火试样获得了最大稳定回复应变。而当温度高于 823 K 时, 材料发生再结晶, 位错等组织缺陷得到了消除, 循环更易诱发塑性变形, 从而稳定回复应变急剧变小。随着退火温度的升高, 在对应的外加恒载荷下, 试样的疲劳寿命逐步提高。特别是当温度高于 823 K 时, 再结晶过程消除大量位错缺陷, 试样疲劳寿命由 10³ 升至 10⁴ 数量级。

SEM 结果显示, 不同热处理态试样的热机械循环疲劳断口较为相似, 图 7 分别为 723 和 823 K 退火试样的疲劳断口照片。如图 7a 和 7b 所示, 试样宏观断口齐平, 无明显颈缩现象。723 K 退火试样的表面缺陷较多, 氧化层薄而不均匀, 沿试样轴向可看到一条明显的裂纹; 而当退火温度升高到 823 K, 表面缺陷减少, 与此同时, 试样表面形成较厚的氧化层, 裂纹源较细微。在断口处未见疲裂, 这可能是循环过程中始终交替发生的正逆马氏体相变所致结构反复变化造成的。当疲劳扩展到一定程度后, 试样在正应力的作用下转变为韧窝断裂模式, 图 7c 和 7d 为韧窝区放大形貌。723 K 退火试样为典型的等轴韧窝, 退火温度升高为 823 K, 韧窝大小变得不均一。此外, 韧窝区有一些析出相粒子脱落留下的孔洞。

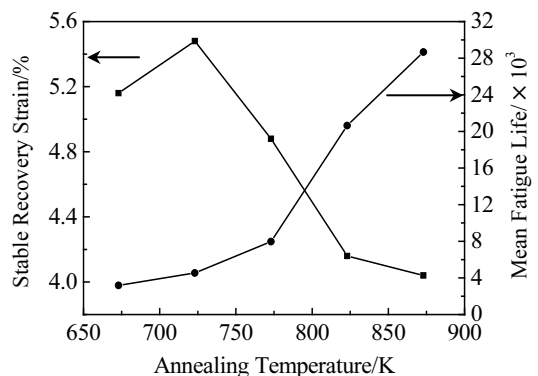


图 6 不同热处理温度下 Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA 的稳定回复应变和平均疲劳寿命

Fig.6 Stable recovery strain and mean fatigue life of Ti_{49.8}Ni_{50.2} SMA upon different annealing

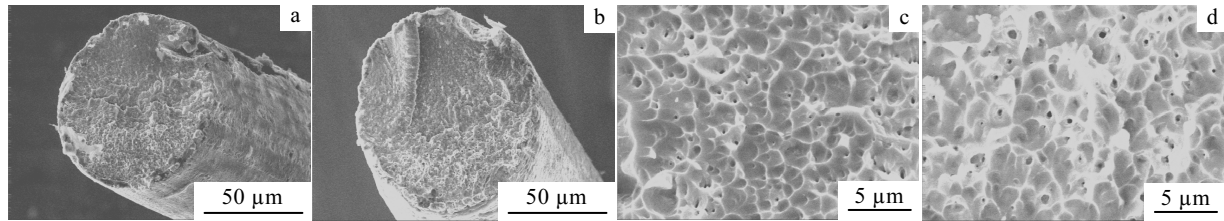


图7 723 和 823 K 退火试样的宏观断口及微观 SEM 形貌

Fig.7 Fractographs (a, b) and SEM morphologies (c, d) of $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ SMA annealed at 723 and 823 K

3 结论

1) $T_a < 823$ K 时, 试样处于回复阶段, 随着退火温度升高, M_s 和 M_f 升高缓慢, R_s 、 R_f 和 σ_M 有大幅度下降。723 K 退火试样在热机械循环中获得最大稳定回复应变, 疲劳寿命随退火温度升高略有提高。

2) $T_a > 823$ K 时, 试样进入再结晶阶段, 随着退火温度升高, M_s 和 M_f 迅速升高, R_s 和 R_f 仍然有大幅度下降, 而 σ_M 剧烈下降。退火温度达到 873 K 时, $B2 \rightarrow R$ 与 $R \rightarrow B19'$ 相变重合; 稳定回复应变剧烈降低, 而疲劳寿命由 10^3 升至 10^4 数量级。

参考文献 References

[1] Zhao Liancheng(赵连城), Zhen Yufeng(郑玉峰). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2004,

14(1): 323

[2] Yang Guanjun(杨冠军), Deng Ju(邓炬). *Rare Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1998, 27(6): 322

[3] Conard J M, Mills J W. *Stiquito for Beginners-An Introduction to Robotics*[M]. Wiley-Interscience: IEEE Computer Society, 1999: 7

[4] Hashimoto M. *Journal of Robotic Systems*[J], 1985(1): 3025

[5] Ikuta K. *IEEE Robotics and Automation*[J], 1990(3): 2151

[6] Hwang C M, Meichle M, Salamon M B *et al. Philosophical Magazine A*[J], 1983, 47: 31

[7] He Zhirong(贺志荣), Wang Fang(王芳), Zhou Jingen(周敬恩). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2006, 31: 17

[8] Fukuda T, Saburi T, Dio K *et al. Materials Transaction*[J], 1992, 33: 271

[9] Saikrishna C N, Ramaiah Venkata K *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 428: 217

Thermo-Mechanical Cycling Fatigue and Transformation Behavior of $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ Alloy Wire

Tan Ji, Li Yanfeng, Gao Baodong, Mi Xujun

(State Key Laboratory for Fabrication & Processing of Non-Ferrous Metals, General Research Institute for Non-Ferrous Metals, Beijing 100088, China)

Abstract: The effects of heat treatment on transformation behavior, properties and thermo-mechanical cycling fatigue of $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ alloy wire were investigated. With increasing of annealing temperature, $R \rightarrow B19'$ transformation temperatures increase, while $B2 \rightarrow R$ transformation temperatures decrease. The two transformations temperatures will overlap upon annealing at 823 K. Recovery occurs in the specimen annealed below 823 K, σ_M decreases slightly with the increase of annealing temperature, The specimen annealed at 723 K shows the largest stable recovery strain while its upon annealing above 823 K, the recrystallization of the specimen will occur, its σ_M and stable recovery strain decrease sharply, while its fatigue life increases from 10^3 to 10^4 magnitudes.

Key words: Ti-Ni shape memory alloy; thermo-mechanical cycling; stress-induced martensitic transformation; recovery strain; fatigue life

Biography: Tan Ji, Candidate for Master, State Key Laboratory for Fabrication & Processing of Non-Ferrous Metals, General Research Institute for Non-Ferrous Metals, Beijing 100088, P. R. China, Tel:0086-10-82241161, E-mail: tj135@tom.com