

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ
И ДИФFUЗИЯ

УДК 669.1:539.26

ОБРАЗОВАНИЕ В ЗАКАЛЕННОМ БИОСОВМЕСТИМОМ СПЛАВЕ
Ti–26 ат. % Nb ПРИ ДЕФОРМАЦИИ τ -ФАЗЫ И ЕЕ
ВЛИЯНИЕ НА СВОЙСТВА

© 2024 г. А. А. Коренев^а, С. Л. Демаков^а, М. С. Карабаналов^а, А. Г. Илларионов^{а, б, *}

^аУральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

^бИнститут физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: a.g.illarionov@urfu.ru

Поступила в редакцию 13.05.2024 г.

После доработки 11.07.2024 г.

Принята к публикации 20.07.2024 г.

Рентгеноструктурные исследования *in situ* при растяжении закаленного сплава Ti–26 ат.%Nb с исходной однофазной β -структурой позволили изучить процессы, протекающие при наложении деформации, и разделить их на три интервала. Первый интервал значений (до 0.7%) – область упругой деформации ОЦК-решетки β -твердого раствора титана. Во втором интервале (0.7–1.4%) фиксируется протекание деформационно-индуцированного $\beta \rightarrow \tau$ -превращения, и по мере увеличения степени деформации до 1.4% наблюдается увеличение параметра “ c/a ” ее решетки. В третьем интервале деформаций (1.4–2.2%) наблюдается протекание пластической деформации β - и τ -фаз. Образовавшаяся τ -фаза после проведения испытания остается достаточно стабильной и сохраняется в структуре. Установлено, что в результате проведения испытаний на растяжение модуль упругости закаленного сплава Ti–26Nb снизился от 58 ГПа до 52–54 ГПа, а микротвердость повысилась от 200 HV до 240 HV.

Ключевые слова: биосовместимые титановые сплавы, РСФА *in situ*, модуль упругости

DOI: 10.31857/S0015323024100118, **EDN:** JEXWHK

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы системы Ti–Nb на основе β -твердого раствора титана используются при разработке биосовместимых материалов [1, 2]. В данных сплавах при содержании ниобия от 22 до 27 ат. % возможна реализация деформационно-индуцированного превращения (ДИП) $\beta \rightarrow \alpha''$ и обратного $\alpha'' \rightarrow \beta$ -превращения после снятия нагрузки, либо при последующем нагреве (эффект памяти формы) [1, 3, 4]. При реализации ДИП $\beta \rightarrow \alpha''$ в этих сплавах предел текучести не превышает 200–250 МПа [1], что недостаточно для медицинских ортопедических изделий. Легирование сплавов цирконием, танталом или оловом [5, 6], проведение низкотемпературной термомеханической обработки [7] позволяет увеличить предел текучести до 400–500 МПа [1, 7].

В работах [8, 9] методом рентгеноструктурного фазового анализа (РСФА) сплавов Ti–(15–26) ат.%Nb, подвергнутых холодной де-

формации, выявлено превращение β -твердого раствора по сдвиговому механизму (деформация Бейна) с образованием метастабильной τ -фазы, имеющей объемно-центрированную тетрагональную (ОЦТ) решетку. После холодной деформации τ -фазу фиксировали в закаленных β -титановых сплавах на базе систем Ti–Ta [10]; Ti–Nb–Zr [10] и в промышленных ($\alpha + \beta$)-сплавах титана [11, 12]. Отношение периодов решетки c/a τ -фазы зависит от нескольких факторов [8–13]: 1) стабильности исходного β -твердого раствора; 2) количества метастабильной β -фазы и ее кристаллографической ориентации по отношению к прилагаемым напряжениям; 3) схемы и степени деформации (при растяжении и холодной прокатке $c/a > 1$ [12, 13], при сжатии (осадке) $c/a < 1$ [11, 13]). В работах [11, 12] отмечено, что при холодной осадке и прокатке τ -фаза является промежуточной фазой в цепочке $\beta \rightarrow \tau \rightarrow \alpha''$ -превращений и имеет с β , α'' - фазами ориентаци-

онные соотношения: при осадке – $(110)_{\beta} \parallel (110)_{\alpha}$; $(110)_{\beta} \parallel (001)_{\alpha}$ [11]; при прокатке – $(100)_{\beta} \parallel (100)_{\alpha}$; $(100)_{\beta} \parallel (110)_{\alpha}$ [12]. В работах [8–10] показано, что образование τ -фазы приводит к повышению твердости (прочности) двойных сплавов системы Ti–Nb. Это открывает возможности получения уровня механических свойств, необходимого для использования данных сплавов для имплантатов без дополнительного легирования, повышающего их стоимость.

В работах [14–18] проведены рентгеноструктурные исследования *in situ* по изучению процессов, протекающих в ходе холодной деформации, в сплавах титана на основе β -твердого раствора. Съемка в ходе деформационного воздействия дифрактограмм с поверхности образца позволила зафиксировать протекание $\beta \rightarrow \alpha''$ -превращения, при этом $\beta \rightarrow \tau$ -превращение не наблюдали.

Авторами настоящей статьи спроектирована и изготовлена установка в виде приставки к дифрактометру, позволяющая проводить деформацию образца *in situ* в ходе проведения РСФА.

Исходя из вышесказанного, цель работы – изучение протекания деформационно-индуцированного превращения при холодной деформации и их влияния на комплекс упруго-механических свойств в закаленном β -сплаве титана Ti–26Nb ат. %).

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ

Материалом исследования является горячекатаный в β -области пруток сплава Ti–26 ат. % Nb (далее по тексту – Ti–26Nb), полученный на ПАО “Корпорация ВСПМО-АВИСМА”. Пруток был подвергнут закалке в воду после 2-часовой выдержки при температуре нагрева в β -области 700°C. Из закаленного прутка диаметром 20 мм электроэрозионным способом была вырезана пластина толщиной 1 мм для проведения

испытания на растяжение. Пластина была ориентирована параллельно оси прутка и вырезана из его центральной области. Длина рабочей части образца L составила 27 мм, ширина 5 мм.

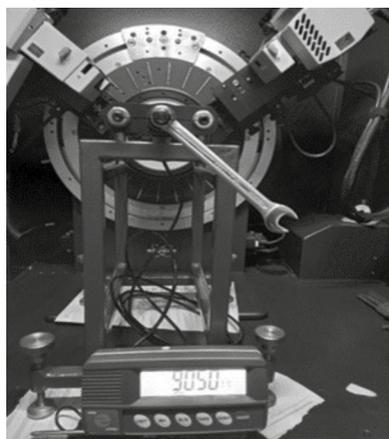
РСФА образцов в ходе растяжения и после снятия нагрузки осуществляли на дифрактометре Bruker D8 Advance в K_{α} -излучении меди. Вид приставки к дифрактометру для растяжения образца приведен на рис. 1а.

Приставку для растяжения устанавливали вместо столика дифрактометра. С помощью приставки производили растяжение образца с фиксацией как прилагаемой нагрузки (измеряли тензометрическими датчиками), так и степени его деформации. На первом этапе производили съемку дифрактограммы с образца в ненагруженном состоянии, а затем при пошаговом растяжении нагруженного образца с возрастающим уровнем нагрузки и степени деформации. Схема проведения эксперимента представлена на рис. 1б. После проводили полное снятие нагрузки и запись дифрактограммы с образца в разгруженном состоянии. Съемку при растяжении проводили в интервале углов 2θ 55°–72°.

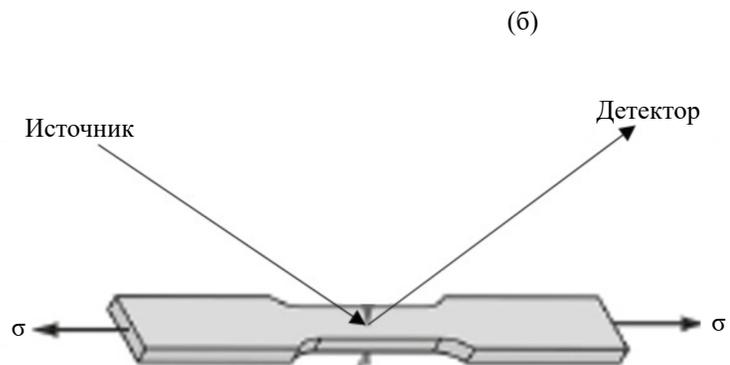
Микроструктурные исследования сплава в закаленном состоянии и после проведения растяжения проводили на оптическом микроскопе Olympus GX51 и растровом электронном микроскопе Zeiss CrossBeam Auriga с использованием приставки EBSD (Electron Back Scatter Diffraction – дифракции обратно рассеянных электронов) Nordlys HKL Channel 5.

Для подтверждения индексов образующейся в ходе растяжения фазы и параметров ее решетки была использована методика расчета с помощью номограммы Бьерстрема для тетрагональной сингонии [19].

В работе произведен расчет модуля упругости и коэффициента Пуассона с учетом анизотропии решетки β -фазы сплава Ti–26Nb с



(a)



(б)

Рис. 1. Вид установки (а); схема проведения рентгеновской съемки при растяжении (б).

использованием метода, рассмотренного в работах [20, 21] и показавшего хорошую сходимость полученных расчетных значений модуля упругости с экспериментально измеренными значениями при микроиндентировании. Полученные расчетные значения характеризуют упругие свойства сплава Ti–26Nb при условии, что в его структуре присутствует только β -твердый раствор. Сравнение расчетных и экспериментально полученных значений модуля упругости позволяет оценить вклад от ДИП, реализующихся при холодной деформации, в изменение величины модуля упругости сплава. Для расчета модуля упругости и коэффициента Пуассона сплава Ti–26Nb на каждом выбранном участке рабочей части образца использовали соотношения [22]: $E = \sum f_{\langle hkl \rangle} \times E_{hkl}$; $\nu = \sum f_{\langle hkl \rangle} \times \nu_{hkl}$ (6), где $f_{\langle hkl \rangle}$ – объемная доля зерен, ориентированных в направлении $\langle hkl \rangle$ в плоскости; E_{hkl} ; ν_{hkl} – модуль упругости и коэффициент Пуассона в направлении $\langle hkl \rangle$ ОЦК-решетки β -твердого раствора. Объемные доли зерен β -твердого раствора различных ориентаций определены из данных EBSD-анализа.

Экспериментально модуль упругости и микротвердость по Виккерсу сплава определяли микроиндентированием на приборе CSM Instruments при нагрузке 9 Н. Проводили по 16 измерений как в закаленном состоянии, так и в разных областях образца после испытаний на растяжение: у основания рабочей части образца (далее по тексту условное обозначение 0L), в промежуточной области (по тексту – 1/4L) и в зоне образования шейки при растяжении (по тексту – 1/2L).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ дифрактограммы и данных ориентационной микроскопии (рис. 2), показал, что после закалки сплав Ti–26Nb имеет однофаз-

ное β -состояние, в структуре наблюдаются полиэдрические β -зерна средним размером 16 ± 2 мкм и с преимущественной ориентацией $\langle 110 \rangle_{\beta}$ вдоль направления нормали (НН) к плоскости съемки (рис. 2б). ОЦК-решетка β -твердого раствора имеет период 0.3281 ± 0.0004 нм.

Построенная по данным тензометрических измерений и калибровочных кривых изменения длины образца в ходе нагружения при растяжении диаграмма “напряжение–деформация” закаленного сплава Ti–26Nb представлена на рис. 3а. На диаграмме выделено три интервала значений деформации (*I*, *II*, *III*), отличающиеся по характеру изменения величины напряжения в сплаве при растяжении.

I интервал значений деформации от 0 до 0.7 % характеризует протекание в закаленном сплаве упругой деформации β -твердого раствора по линейному закону Гука (рис. 3а). На рис. 3б приведены участки дифрактограмм, полученных при растяжении на разную степень деформации, в интервале углов 2θ , характерных для линий 200_{β} и 211_{β} . Анализ дифрактограмм, последовательно снятых при растяжении до степени деформации 0.7 %, указывает на смещение линий 200_{β} и 200_{β} в сторону больших углов 2θ . Это характеризует уменьшение периода a_{β} в НН к плоскости съемки, по сравнению с закаленным состоянием (рис. 4а). Уменьшение периода связано с возникновением сжимающих напряжений в данном направлении. Расчет параметров решетки показал, что при упругой деформации в ОЦК-решетке β -фазы сплава Ti–26Nb возникают тетрагональные искажения, вызванные напряжениями (растягивающими в направлении растяжения (НР) и сжимающими в НН), возникающими в ходе нагружения образца. Отношение c_{β}/a_{β} по мере роста величины деформации повышается до уровня ~ 1.01 (рис. 4б).

II интервал значений деформации 0.7–1.4% (рис. 3) связан с протеканием ДИП β -т, обра-

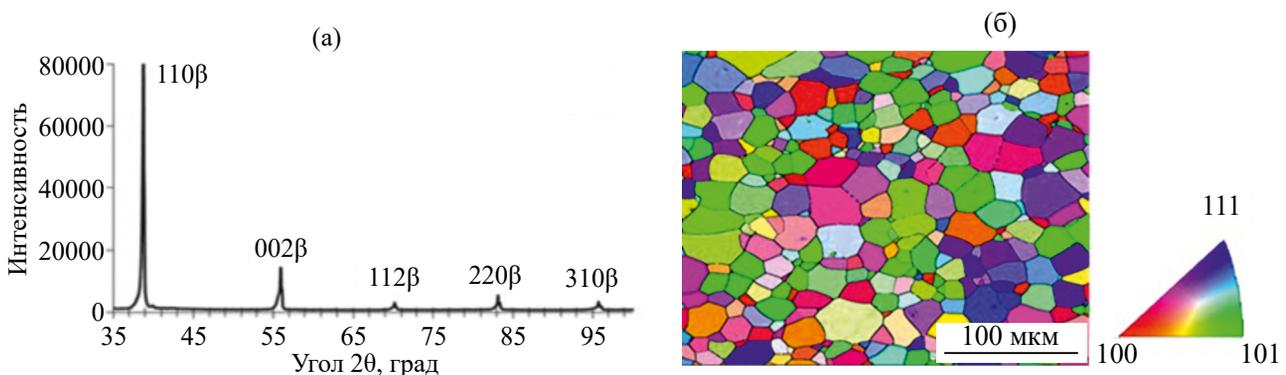


Рис. 2. Дифрактограмма (а) и ориентационная микроскопия (б) закаленного сплава Ti–26Nb.

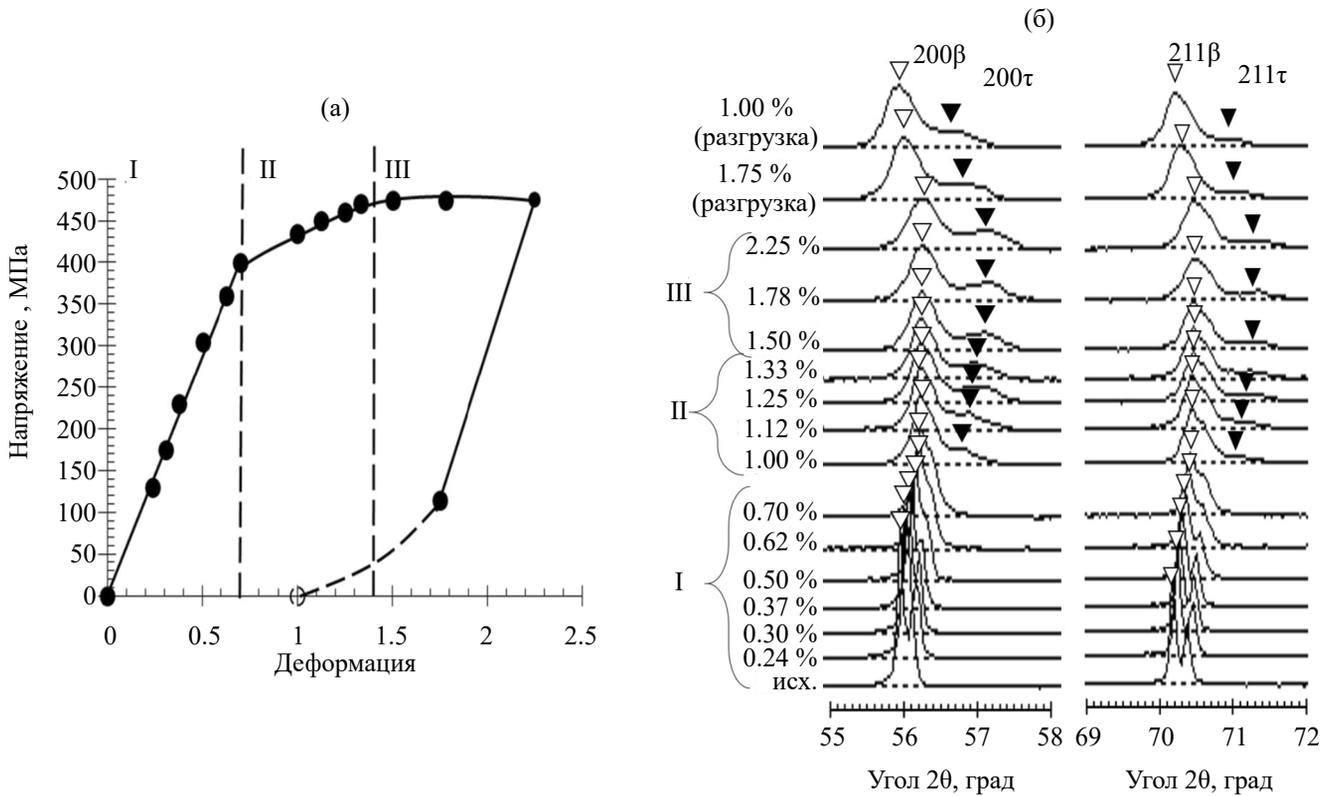


Рис. 3. Экспериментально построенная диаграмма “напряжение–деформация” при растяжении закаленного сплава Ti–26Nb (а) и фрагменты дифрактограмм закаленного сплава Ti–26Nb, снятые при деформации растяжением в определенные этапы нагружения (∇ –положение максимального пика линий β -фазы; \blacktriangledown – линий τ -фазы) (б). Съемку проводили с плоскости вырезки.

зующейся по сдвиговому механизму, как и в сплавах с механически нестабильной β -фазой в работах [8–12]. На приведенном участке дифрактограмм, снятых в этом интервале деформаций, наблюдается появление дополнительных линий (рис. 3б). В случае образования тетрагональной фазы – это линии 200_{τ} и 211_{τ} . Образование τ -фазы при деформации отражается на кривой “напряжение–деформация” (рис. 3а) в виде отклонения от линейной зависимости, характерной для упругой деформации. Подобные линии *HKL* фиксировали при РСФА исследовании *in situ* во время испытания на растяжение β -титанового сплава Ti–30Nb–10Ta–5Zr (мас. %) [18]. Их появление авторы объясняли возникающими искажениями решетки β -твердого раствора титана в ходе деформации.

Схожесть полученных результатов в данном исследовании и в работе [18] позволяет предположить, что при растяжении сплава Ti–30Nb–10Ta–5Zr также протекало $\beta \rightarrow \tau$ -превращение. Близкая стабильность β -твердых растворов, исходя из схожести молибденовых эквивалентов $[Mo]_{\text{экв}}$, рассчитанных по формуле [23]: $[Mo]_{\text{экв}} = \%Mo + 0.33\%Nb + 0.25\%Ta + 0.31\%Zr$, для сплавов Ti–26Nb ($[Mo]_{\text{экв}} = 13.53$) и Ti–30Nb–10Ta–5Zr

($[Mo]_{\text{экв}} = 13.9$) указывает на возможность реализации $\beta \rightarrow \tau$ -превращения в обоих сплавах.

Параметр a ОЦТ-решетки τ -фазы был рассчитан по линии 200_{τ} (рис. 3б). Ввиду малой интенсивности линии 211_{τ} , вызывающей затруднение в определении ее центра тяжести, параметр c определяли из условия постоянства объемов [24] исходной β - и образующейся при ДИП τ -фазы с использованием полученных из данных РСФА значений периода “ a ” τ -фазы (рис. 4а). В результате, после деформации на величину 1%, отношение c/a_{τ} составило 1.036; что больше, чем у тетрагонально искаженной ОЦК-решетки β -фазы (1.01).

По мере повышения степени деформации в интервале значений 1–1.4%, образовавшиеся линии 200_{τ} и 211_{τ} увеличивают свою интенсивность и смещаются в сторону больших углов 2θ , вызывая рост отношения c/a_{τ} от 1.036 (при 1% деформации) до 1.056 (при ~1.4%) (рис. 4б). Сохранение положений линии β -твердого раствора титана и, следовательно, периодов решетки a_{β} и c по мере увеличения степени деформации говорит о том, что деформация происходит в основном за счет развития $\beta \rightarrow \tau$ -превращения.

III интервал значений деформации от 1.4 до 2.2 %, согласно анализу диаграммы “напряже-

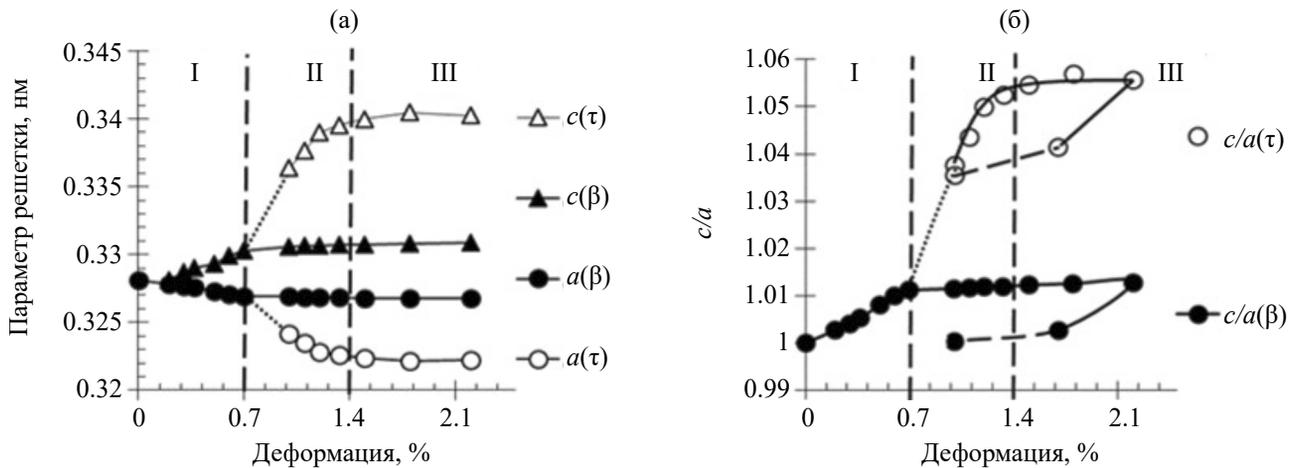


Рис. 4. Периоды решеток β - и τ -фазы (а); параметр c/a β - и τ -фаз (б) сплава Ti–26Nb при испытании на растяжение (пунктирной линией на “б” показан переход к значениям после разгрузки).

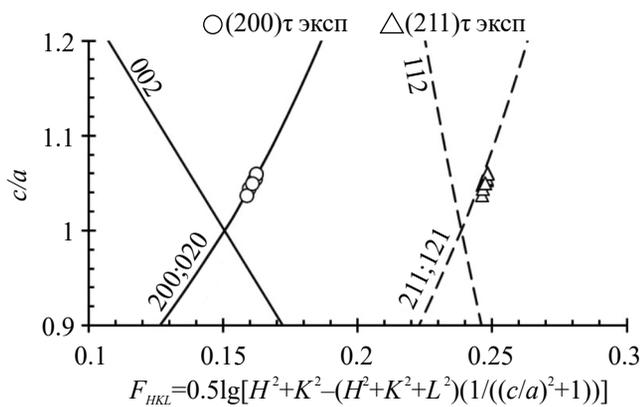


Рис. 5. Фрагмент номограммы Бьерстрема для тетрагональной сингонии с нанесенными экспериментальными значениями c/a на положение линий с индексами типа 200, 211 ОЦТ-решетки τ -фазы, образованной после растяжения закаленного сплава Ti–26Nb в интервале деформации от 1 до 2.2%.

ние–деформация” и дифрактограмм (рис. 3), характеризует развитие в сплаве процессов пластической деформации β , τ -фаз. На дифрактограммах, снятых по мере роста деформации от 1.4% до 2.2% положение линий как β -фазы, так и τ -фазы (рис. 3б) практически не меняется. Это возможно при протекании пластической деформации в решетках обеих фаз, при этом полученные отношения параметров c_β/a_β и c_τ/a_τ имеют постоянные значения (рис. 4б). На кривой “напряжение–деформация”, начиная с деформации 1.4 % (рис. 3а) фиксируется площадка текучести.

Для подтверждения адекватности полученных параметров и индексов интерференции HKL ОЦТ решетки τ -фазы положение линий 200_τ , 211_τ и рассчитанные значения c_τ/a_τ были нанесены на номограмму Бьерстрема для тетрагональной сингонии (рис. 5).

Анализ полученных данных на рис. 5 показал, что линии τ -фазы, фиксируемые на дифрактограммах сплава Ti–26Nb (рис. 3б), соответствуют индексам 200_τ и 211_τ (или 020_τ и 121_τ). Рассчитанная степень тетрагональности “ c/a ” τ -фазы, и, следовательно, параметры ОЦТ-решетки a_τ и c_τ в интервале значений деформации от 1 до 2.2% хорошо укладываются на номограмму Бьерстрема (рис. 5). Наблюдается соответствие теоретического расчета положения конкретной линии HKL на дифрактограммах (на рис. 5 обозначены линиями), с экспериментально полученными положениями линий решетки τ -фазы (на рис. 5 обозначены точками)

В отличие от работ [14–16], в ходе эксперимента с растяжением появления линий α'' -фазы на дифрактограммах не обнаружено. Возможной причиной отсутствия ДИП с образованием α'' -фазы является повышенное количество в сплаве Ti–26Nb примеси кислорода. Согласно данным спектрального анализа содержание кислорода в сплаве Ti–26Nb составило 1 ат. %, а как показано в работе [15] при таком содержании кислорода в сплавах системы Ti–Nb ДИП $\beta \rightarrow \alpha''$ подавлено.

После разгрузки сплава Ti–26Nb наблюдается снятие тетрагональных искажений ($c_\beta/a_\beta=1$ – см. рис. 4б) решетки β -твердого раствора, наведенных упругими напряжениями в ходе растяжения. При этом дефекты, накопленные в ходе пластической деформации, сохраняются. На это указывает более высокий уровень уширения линии 200_β после растяжения и разгрузки по сравнению с закаленным состоянием (рис. 3б). На дифрактограмме после разгрузки сохраняются линии τ -фазы (рис. 6а–в качестве примера представлена линия 200_τ), которые, ис-

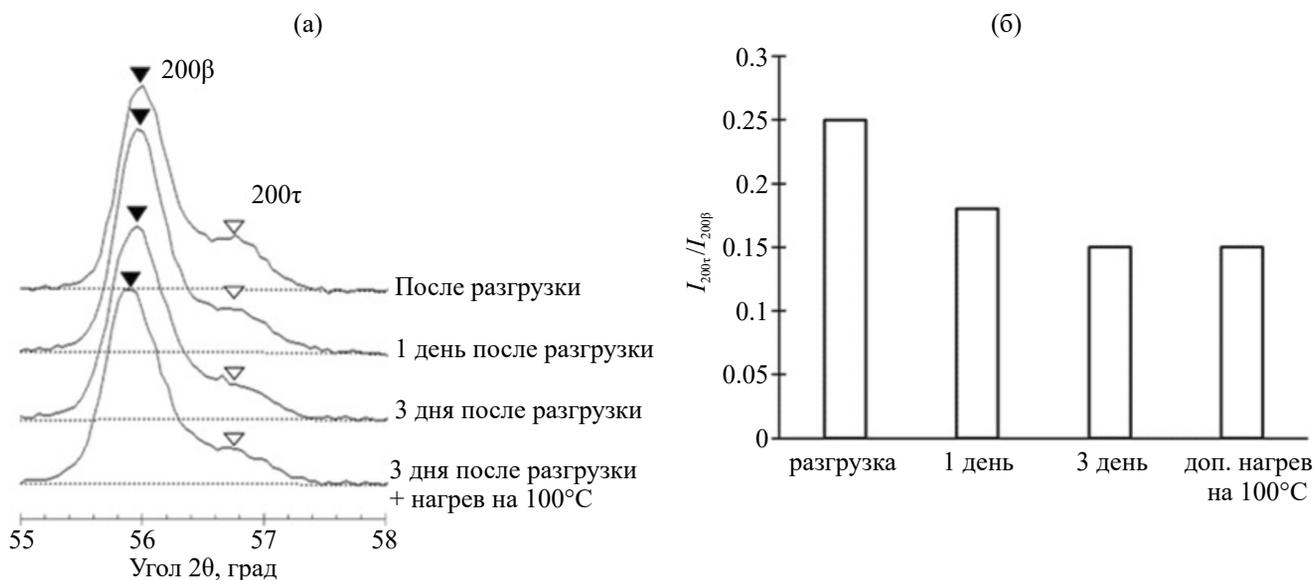


Рис. 6. Фрагмент дифрактограмм (а) и отношение интенсивностей линий 200 τ- и 200 β-фаз сплава Ti–26Nb (б) после первого испытания на растяжение.

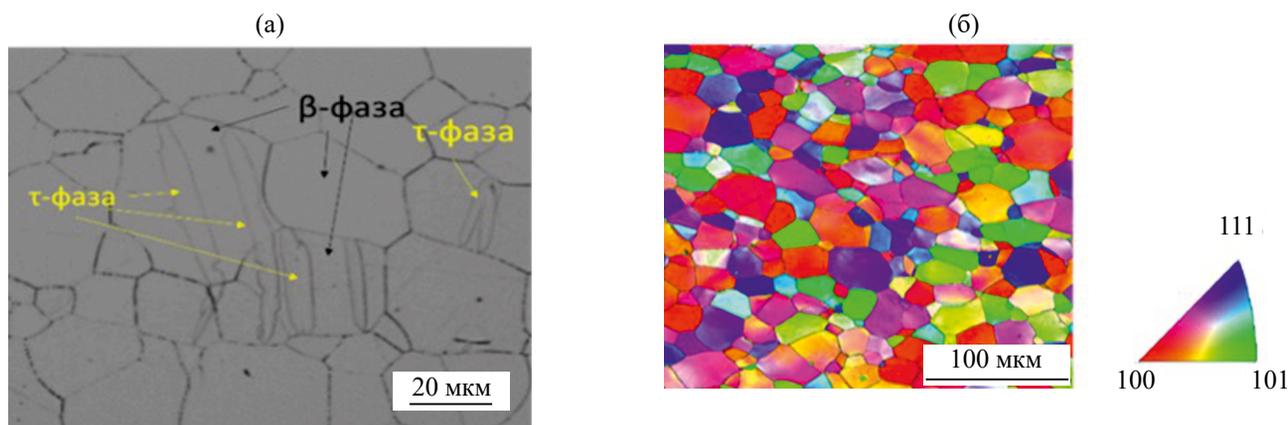


Рис. 7. Структура сплава (а) и ориентационная микроскопия (б) сплава Ti–26Nb после испытания на растяжение и последующего вылеживания в течение 3 дней.

ходя из снижения интенсивности линия 200_τ после разгрузки (рис. 6б), частично претерпевает обратное τ→β-превращение. На дифрактограмме, записанной после трех дней вылеживания после разгрузки образца, линии τ-фазы фиксируются, но еще более низкой интенсивности (рис. 6б), что свидетельствует об уменьшении ее объемной доли в сплаве. Последующий нагрев на 100°C не приводит к развитию обратного τ→β-превращения. Отношение периодов *c/a* ОЦТ-решетки τ-фазы после разгрузки составило 1.036 (рис. 4б), как и в момент фиксации ее образования при наложении деформации в 1 %.

В структуре растянутого образца τ-фаза наблюдается в виде широких плоских образований внутри отдельных β-зерен (рис. 7а). Близкие по

морфологии структурные составляющие, образовавшиеся при деформации в β-титановых сплавах, характерны для двойников деформации типа $\{112\}_\beta \langle 110 \rangle_\beta$ и $\{332\}_\beta \langle 113 \rangle_\beta$ [25, 26]. Однако в нашем случае, по данным ориентационной микроскопии растянутого сплава Ti–26Nb (рис. 7б) не наблюдается появления дополнительных ориентировок, связанных с двойниками деформации. Это позволяет утверждать, что наблюдаемые в структуре после растяжения сплава образования относятся именно к τ-фазе.

Анализ полученной зависимости “деформация – напряжение” (рис. 3а) показал, что предел текучести $\sigma_{0.2}$ закаленного сплава Ti–26Nb составляет ~430 МПа. Это значение выше полученных значений в двойных сплавах системы

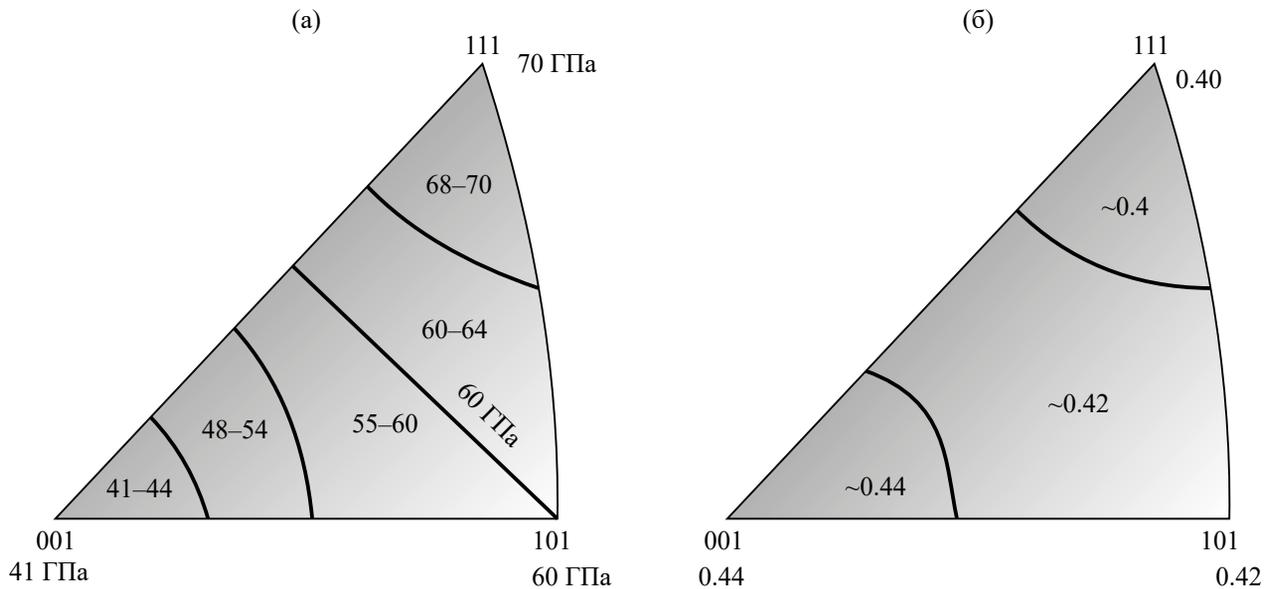


Рис. 8. Контур графики рассчитанного модуля упругости (а) и коэффициента Пуассона (б) ОЦК-решетки β -твердого раствора сплава Ti–26Nb в зависимости от ориентации.

Ti–Nb близких составов после закалки [1] и приближено к значениям после термомеханической обработки [1, 7]. Наблюдаемые различия в значениях предела текучести в настоящей работе и работах [1, 7] могут быть связаны с несколькими факторами. Во-первых, повлиять могло разное содержание примесей (кислорода, азота и др.), которые могут значительно повысить предел текучести в сплаве до значений 400 МПа и выше [1, 27]. Во-вторых, различие размера β -зерна после закалки. В нашем случае после закалки средний размер β -зерна составил 16 мкм, и это могло привести к увеличению вклада зернограничного упрочнения в предел текучести исследуемого сплава. В-третьих, разные условия проведения эксперимента, в частности, разница в скорости прикладываемой деформации может повлиять на полученные значения предела текучести [28].

Рассчитанные значения модуля упругости и коэффициента Пуассона ОЦК-решетки β -твердого раствора сплава Ti–26Nb в зависимости от ориентации на стереографическом треугольнике приведены на рис. 8. Согласно данным расчета в ОЦК-решетке β -твердого раствора сплава Ti–26Nb низкомолекулярным направлением является $\langle 001 \rangle$ с $E_{001} = 41$ ГПа и $\nu_{001} = 0.44$; высокомолекулярным – направление $\langle 111 \rangle$ с $E_{111} = 70$ ГПа и $\nu_{111} = 0.4$, что согласуется с результатами предыдущих исследований β -фазы сплавов на базе системы Ti–Nb [20, 29].

EBSD-анализ образца сплава Ti–26Nb до и после испытания на растяжение (рис. 26, рис. 6б) показал, что объемная доля β -зерен, ориентированных в НН вдоль направлений $\langle 001 \rangle$, уве-

личивается по мере приближения к области образования шейки, а объемная доля зерен, ориентированных в НН вдоль направления $\langle 110 \rangle$, снижается, что согласуется с литературными данными [20, 29]. Отношение доли зерен, имеющих преимущественную ориентацию $\langle 001 \rangle$, к доле зерен, ориентированных вдоль $\langle 110 \rangle$, ($f_{\langle 001 \rangle \beta} / f_{\langle 110 \rangle \beta}$) увеличивается от 0.33 (исходное состояние) до 1.35 (область образования шейки).

Рассчитанный коэффициент Пуассона использован в качестве входного параметра при микроиндентировании по методу Оливера и Фарра [30]. Экспериментальные значения модуля упругости сравнивали с расчетными значениями (табл. 1).

Значения модуля упругости и микротвердости (табл. 1) закаленного сплава Ti–26Nb до испытания на растяжение составили 58 ± 2 ГПа и 200 ± 5 HV соответственно. Экспериментальное значение модуля упругости в исходном состоянии в пределах ошибки измерения совпадает с рассчитанным значением (табл. 1). После проведения испытаний на растяжение экспериментальный модуль упругости постепенно снижается вплоть до 52 ± 2 ГПа в зоне пластической деформации, где образовалась шейка. Рассчитанные значения E также снижаются (табл. 1), что объясняется увеличением объемной доли β -зерен с низкомолекулярными ориентировками по мере приближения к зоне пластической деформации с образованием шейки ($1/2L$).

По данным расчета, значения модуля упругости имеют большую величину, чем его экспериментальные значения, полученные при ми-

Таблица 1. Экспериментальные и расчетные значения модуля упругости, коэффициента Пуассона и микротвердости закаленного сплавов Ti–26Nb в исходном состоянии и после проведения испытаний на растяжение

Параметры	Исходное состояние	0L	1/4L	1/2L
$E_{\text{эксп}}$, ГПа	58±2	55±2	54±2	52±2
$E_{\text{расч}}$, ГПа	59	58	57	56
$\nu_{\text{расч}}$	0.42	0.42	0.42	0.43
$HV_{\text{эксп}}$	200±5	225±3	235±2	240±2

кроиндентирования. Это мы связываем с двумя причинами: 1) можно полагать, что $E_{\tau} < E_{\beta}$, однако реальный модуль упругости τ -фазы не известен; 2) при приложении деформации происходит размягчение β -твердого раствора перед сдвиговыми превращениями, к которым относятся и $\beta \rightarrow \tau$ -превращения (по принципу температурной зависимости, которая рассмотрена в работах [4, 29]) и, следовательно, наблюдается дополнительное снижение модуля упругости сплава. Для более точного ответа о причинах снижения модуля упругости в исследуемом сплаве при деформации необходимы дополнительные исследования.

Микротвердость сплава Ti–26Nb после проведения испытания на растяжение постепенно увеличивается по сечению рабочей части по мере приближения к области образования шейки (до 240 ± 2 HV). Данный рост может быть связан в том числе с образованием в структуре сплава τ -фазы после приложения деформации, что фиксировали ранее в работах [8–11]. Рост микротвердости по сечению рабочей части обусловлен постепенным увеличением деформационного наклепа и объемной доли τ -фазы в структуре сплава Ti–26Nb по мере приближения к зоне образования шейки в рабочей части образца. Дополнительного вклада зернограничного упрочнения не происходит ввиду того, что размер зерна по всему сечению растянутого образца в НН не изменяется, по сравнению с исходным закаленным состоянием (средний размер β -зерен по всему сечению рабочей части образца ~16 мкм).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведение РСФА *in situ* при растяжении сплава Ti–26Nb, закаленного на метастабильный β -твердый раствор, позволило подробно изучить процессы, протекающие при наложении деформации и разделить их на три интервала. Первый интервал значений до 0.7% деформации характеризуется протеканием упругой деформации в образце и возникновением тетрагональных искажений ОЦК-решетки β -твердого рас-

твора титана. Во втором интервале (0.7–1.4%) при 1% деформации зафиксирована τ -фаза с ОЦТ-решеткой, образованная по сдвиговому механизму, и по мере увеличения степени деформации до 1.4% наблюдается рост параметра c/a ее решетки. В третьем интервале деформаций (1.4–2.2%) наблюдается протекание пластической деформации β - и τ -фаз.

Показано, что образовавшаяся при деформации τ -фаза является относительно стабильной, так как фиксируется после снятия нагрузки и последующего вылеживания, а также нагрева до 100°C. Параметры решетки τ -фазы после проведения испытаний: $a_{\tau} = 0.3243$ нм; $c_{\tau} = 0.3359$ нм; $c_{\tau}/a_{\tau} = 1.036$.

Установлено, что после проведения испытаний на растяжение модуль упругости закаленного сплава Ti–26Nb снизился от 58 ГПа до 52–54 ГПа. Микротвердость сплава Ti–26Nb повысилась от 200 HV (до испытания) до 240 HV (зона шейки после испытания), за счет деформационного упрочнения β -матрицы и образования τ -фазы.

Работа выполнена в рамках соглашения с Министерством науки и высшего образования № 075-03-2023-006 от 16.01.2023 (номер темы FEUZ-2023-0015).

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Miyazaki S., Kim H.Y., Hosoda H. Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2006. V. 438–440. P. 18–24.
2. Sidhu S.S., Singh H., Abdel-Hady M. A review on alloy design, biological response, and strengthening of β -titanium alloys as biomaterials // Mater. Sci. Eng. C. 2021. V. 121. P. 111661.
3. Demakov S., Kylosova I., Stepanov S., Bönisch M. A general model for the crystal structure of orthorhombic martensite in Ti alloys // Acta Crystallographica Section B: Structural Science, Crystal Engineering and Materials. 2021. T. 77. № 2. С. 749–762.

4. Ильин А.А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах. М.: Наука, 1994. 304 с.
5. Weng W., Biesiekierski A., Li Y., Wen C. Effects of selected metallic and interstitial elements on the microstructure and mechanical properties of beta titanium alloys for orthopedic applications // *Materialia*. 2019. V. 6. P. 100323.
6. Kim H.Y., Fu J., Tobe H., Kim J.I., Miyazaki S. Crystal structure, transformation strain, and superelastic property of Ti–Nb–Zr and Ti–Nb–Ta alloys // *Shap. Mem. Superelasticity*. 2015. V. 1. P. 107–116.
7. Kim H.Y., Kim J.I., Inamura T., Hosoda H., Miyazaki S. Effect of thermo-mechanical treatment on mechanical properties and shape memory behavior of Ti–(26–28) at.% Nb alloys // *Mater. Sci. Eng. A*. 2006. V. 438–440. P. 839–843.
8. Кадыкова Г.Н., Гадзоева М.М., Обходова Т.В. Влияние холодной деформации на фазовые превращения в титан-ниобиевых сплавах // *Металлы*. 1974. № 3. С. 165–172.
9. Лясоцкий И.В., Кадыкова Г.Н., Тяпкин Ю.Д. Структура твердых растворов сплавов на основе титана с ОЦК решеткой и образование тетрагональной фазы при холодной деформации // *ФММ*. 1978. Т. 46. № 1. С. 142–150.
10. Кадыкова Г.Н., Гадзоева М.М. Влияние циркония на фазовые превращения в сплавах Ti–Nb // *Металлы*. 1975. № 2. С. 198–204.
11. Илларионов А.Г., Нарыгина И.В., Карабанов М.С., Демаков С.Л., Попов А.А., Елкина О.А. Структурные и фазовые превращения в титановом сплаве переходного класса при деформационном воздействии // *ФММ*. 2010. Т. 110. № 3. С. 295–304.
12. Львова Е.А., Черемных В.Г. Стадийность мартенситного превращения, индуцированного пластической деформацией, в титановых сплавах // *ФММ*. 1987. Т. 63. № 3. С. 525–533.
13. Мальцев В.М. Влияние вида деформации на распад метастабильной β -фазы в сплаве Вt16 // *ФММ*. 1976. Т. 41. № 6. С. 1225–1231.
14. Tahara M., Kim H.Y., Hosoda H., Miyazaki S. Cyclic deformation behavior of a Ti–26 at.% Nb alloy // *Acta Mater*. 2009. V. 57. P. 2461–2469.
15. Tahara M., Kim H.Y., Inamura T., Hosoda H., Miyazaki S. Lattice modulation and superelasticity in oxygen-added β -Ti alloys // *Acta Mater*. 2011. V. 59. P. 6208–6218.
16. Castany P., Ramarolahy A., Prima F., Laheurte P., Curfs C., Gloriant T. *In situ* synchrotron X-ray diffraction study of the martensitic transformation in superelastic Ti–24Nb–0.5Ni and Ti–24Nb–0.5O alloys // *Acta Mater*. 2015. V. 88. P. 102–111.
17. Sheremetyev V., Dubinskiy S., Kudryashova A., Prokoshkin S., Brailovski V. *In situ* XRD study of stress- and cooling-induced martensitic transformations in ultrafine- and nano-grained superelastic Ti–18Zr–14Nb alloy // *J. Alloys Compounds*. 2022. V. 902. P. 163704.
18. Niinomy M., Akahori T., Nakai M. *In situ* X-ray analysis of mechanism of nonlinear super elastic behavior of Ti–Nb–Ta–Zr system beta-type titanium alloy for biomedical applications // *Mater. Sci. Eng. C*. 2008. V. 28. P. 406–413.
19. Панова Т.В., Блинов В.И. Определение индексов отражающихся плоскостей: Описание лабораторной работы по курсу “Рентгеноструктурный анализ”. Омск: Омск. гос. ун-т, 2004. 20 с.
20. Коренев А.А., Илларионов А.Г. Расчетные и экспериментальные упругие свойства закаленных биосовместимых сплавов титана систем Ti–Nb, Ti–Nb–Zr, Ti–Nb–Zr–Sn, Ti–Nb–Zr–Sn–Ta // *ФММ*. 2022. Т. 123. № 11. С. 1–7.
21. Коренев А.А., Илларионов А.Г. Влияние холодной деформации на структуру, текстуру, упругие и микродюрометрические свойства биосовместимых бета-титановых сплавов на базе системы Ti–Nb–Zr // *ФММ*. 2023. Т. 124. № 6. С. 492–499.
22. Shinohara Y., Matsumoto Y., Tahara M., Hosoda H., Inamura T. Development of $\langle 001 \rangle$ -fiber texture in cold-groove-rolled Ti–Mo–Al–Zr biomedical alloy // *Materialia*. 2018. V. 1. P. 52–61.
23. Jiang B., Wang Q., Wen D., Xu W., Chen G. Dong C., Sun L., Liaw P.K. Effects of Nb and Zr on structural stabilities of Ti–Mo–Sn-based alloys with low modulus // *Mater. Sci. Eng. A*. 2017. V. 687. P. 1–7.
24. Гречников Ф.В. Теория пластического деформирования металлов: Учебник / Ф.В. Гречников, В.Г. Каргин. Самара: Издательство Самарского университета, 2021. 448 с.
25. Jiang B., Wang Q., Li X., Dong C., Xu F., He H., Sun L. Structural stability of the metastable β -[(-Mo_{0.5}Sn_{0.5})-(Ti₁₃Zr₁)]Nb alloy with low Young’s modulus at different states // *Metal. Mater. Trans. A*. 2017. V. 48A. P. 3912–3919.
26. Yang Y., Zhang B., Meng Z., Qu L., Wang H., Cao S., Hu J., Chen H. Wu S., Ping D., Li G., Zhang L.-C., Yang R., Huang A. $\{332\} < 113 >$ Twinning transfer behavior and its effect on the twin shape in a beta-type Ti–23.1Nb–2.0Zr–1.0O alloy // *J. Mater. Sci. Techn.* 2021. V. 91. P. 58–66.
27. Hou F.Q., Li S.J., Hao Y.L., Yang R. Nonlinear elastic deformation behavior of Ti–30Nb–12Zr alloys // *Scripta Mater*. 2010. V. 63. P. 54–57.
28. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. Учебник для вузов 3-е изд., перераб. и доп. М.: МИСИС, 1998. 400 с.
29. Муслов С.А. Упругие свойства металлов и сплавов накануне мартенситных превращений // *Международный научно-исследовательский журнал*. 2019. Т. 80. № 2. С. 13–19.
30. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology Pharr // *J. Mater. Res*. 2004. V. 19. № 1. P. 3–20.

FORMATION THE τ -PHASE DURING THE DEFORMATION IN A QUENCHING BIOCOMPATIBLE Ti–26 at % Nb ALLOY. EFFECT ON PROPERTIES

A. A. Korenev¹, S. L. Demakov¹, M. S. Karabanalov¹, and A. G. Illarionov^{1, 2, *}

¹Ural Federal University named after the First President of Russia B. N. Yeltsin, Ekaterinburg, 620002 Russia

²Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia

*e-mail: a.g.illarionov@urfu.ru

In situ X-ray diffraction studies of a hardened Ti–26 at % Nb alloy with an initial single-phase β structure subjected to tension allows studying the processes occurring upon application of deformation and correlating them to three intervals of strain values. The first range of values (up to 0.7%) is the region of elastic deformation of the bcc lattice of the β titanium solid solution. In the second interval (0.7–1.4%), the occurrence of the strain-induced $\beta \rightarrow \tau$ transformation is recorded, and, as the strain increases to 1.4%, an increase in the c/a parameter of this lattice is observed. In the third strain range (1.4–2.2%), plastic deformation of the β and τ phases occurs. The resulting τ phase after the test remains quite stable. It is found that after tensile tests, the Young modulus of the hardened Ti–6Nb alloy decreases from 58 to 52–54 GPa, and the microhardness increases from 200 to 240 HV.

Keywords: biocompatible titanium alloys, in situ XRD analysis, Young modulus