

17,11

Анизотропия дилатации при фазовом переходе в прокатанном сплаве Ti–49.8% Ni

© Р.И. Бабичева¹, И.З. Шарипов², Х.Я. Мулюков¹¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия² Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия

E-mail: rita.babi4eva@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 17 февраля 2011 г.)

В сплаве Ti–49.8% Ni, прокатанном при 773 К, проведены измерения температурной зависимости термического расширения в трех взаимно перпендикулярных направлениях относительно направления прокатки. Обнаружено, что при фазовом превращении мартенситного типа в двух направлениях наблюдается скачкообразное удлинение образца, а в третьем — его сокращение. Наблюдаемый эффект обусловлен кристаллографической текстурой. Величина дилатационного скачка при фазовом превращении определяется совместным действием изменения параметров решетки и процесса двойникования.

1. Введение

В настоящее время интенсивно исследуются [1–7] сплавы Ti–Ni, обладающие уникальным свойством — эффектом памяти формы. Такой интерес исследователей обусловлен также тем, что эти сплавы находят широкое практическое применение [1,8,9]. Несмотря на наличие большого числа работ, посвященных изучению свойств этих сплавов, ясного представления о физической природе процессов, обусловленных фазовыми переходами в этих материалах, нет.

Наиболее подробное описание явлений, происходящих при фазовом превращении в сплавах на основе Ni–Ti, приводится в обзоре [10]. Однако он не охватывает работы, посвященные изучению влияния текстуры на эффект памяти формы. Тем не менее в ряде исследований уделяется внимание этому важному вопросу. Так, например, в работе [11] была изучена зависимость изменения размера образца от угла к направлению прокатки при мартенситном превращении, при этом было обнаружено, что наибольшее изменение наблюдается в направлениях под углами 0, 22.5 и 45°. В другой работе [12] изучали коэффициент термического расширения мартенситной фазы (B19') сплава Ti–50.5% Ni, подвергнутого растяжению при комнатной температуре в направлении предварительной горячей прокатки. Оказалось, что с повышением температуры от 77 до 273 К коэффициент термического расширения ячейки моноклинной фазы в различных кристаллографических направлениях имеет разные значения. Авторы [13] обнаружили, что мартенситная фаза сплава Ni–49.6% Ti после горячей прокатки слабо текстурирована, однако последующее термоциклирование образца под действием нагрузки приводит к росту степени текстуры мартенситной фазы. Результаты дилатационных исследований сплава Ti–51% Ni, прокатанного при комнатной температуре [5], показали, что при обратном мартенситном превращении образцы,

вырезанные вдоль и поперек направления прокатки, сокращаются, в то время как в нормальном направлении (по толщине образца) они расширяются. Здесь же было обнаружено существенное влияние степени прокатки на величину изменения размера образца при фазовом превращении. Скачок дилатации при фазовом переходе в направлении прокатки и по толщине образца достигал 0.9 и 0.8% соответственно.

В перечисленных источниках в основном дается описание дилатационных явлений при фазовых переходах, однако их механизм не раскрывается. В настоящей работе нами приводятся результаты исследования температурной зависимости термического расширения образцов деформированного сплава Ti–49.8% Ni, на основе которых предпринята попытка объяснить физический механизм дилатационных эффектов, наблюдаемых в исследуемом материале при фазовом превращении.

2. Методика эксперимента

Исследования проводились на образцах, вырезанных из ленты сплава Ti–49.8% Ni, полученной прокаткой на 40% при 773 К. Измерение температурной зависимости термического расширения $\Delta l/l = f(T)$ проводилось в трех взаимно перпендикулярных направлениях, вдоль и поперек прокатки в плоскости ленты и в направлении, перпендикулярном этой плоскости. Запись кривых термического расширения осуществлялась на дилатометре с линейным датчиком перемещения на основе дифференциального трансформатора в интервале температур от 150 до 470 К со скоростью нагрева ~ 5 K/min. Выбор интервала температур обусловлен тем, что в исследуемом сплаве в этом интервале происходят фазовые превращения мартенситного типа. Микроструктура сплава изучалась на оптическом микроскопе Axiovert 100A и просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000EX. Исследование структуры

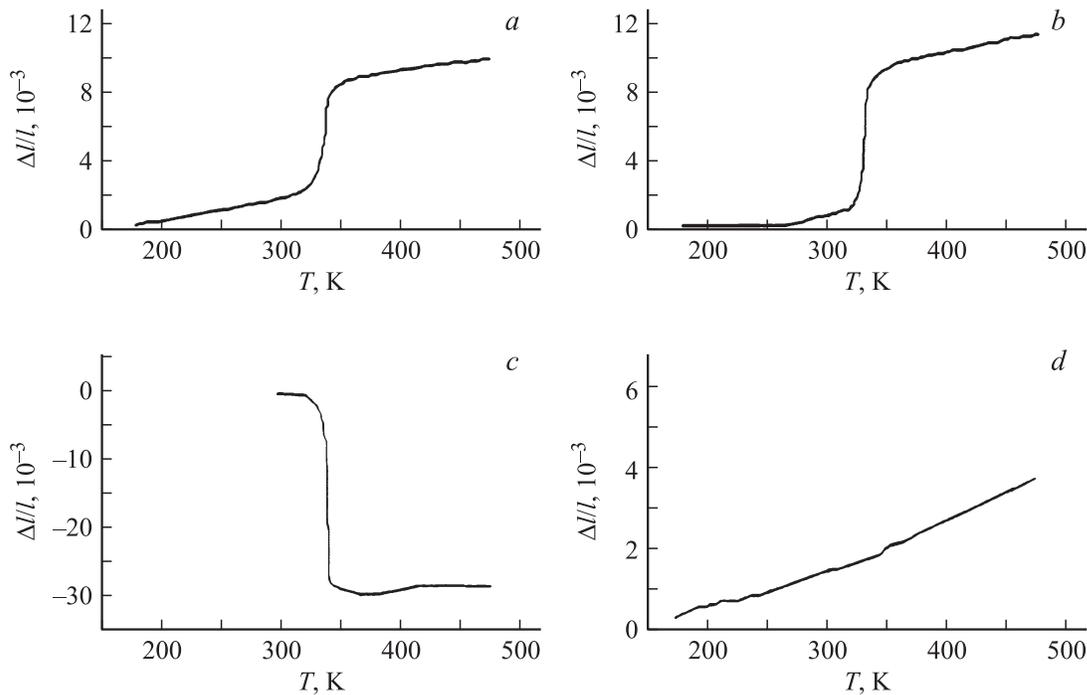


Рис. 1. Температурные зависимости термического расширения сплава Ti–49.8% Ni. *a* — вдоль прокатки, *b* — поперек прокатки, *c* — в направлении, перпендикулярном плоскости пластины, т.е. по толщине образца, *d* — вдоль прокатки после отжига образца при 1070 K в течение 3 h.

материала проводили в состоянии низкотемпературной фазы.

3. Результаты

На рис. 1, *a* приведена температурная зависимость термического расширения деформированного сплава, записанная в процессе нагрева образца, вырезанного из пластины в направлении предварительной прокатки. Длина образца при его нагреве до 293 K растет линейно, затем в интервале температур от 213 до 253 K наблюдается ее скачкообразное увеличение (на 0.6%), и начиная с 253 K она вновь растет по линейному закону. Линейные участки кривых, очевидно, соответствуют ангармоническому расширению низкотемпературной и высокотемпературной фазы сплава. Скачкообразное же изменение длины образца, наблюдаемое в узком интервале температур вблизи 330 K, должно быть вызвано фазовым превращением.

График зависимости $\Delta l/l = f(T)$ для образца, вырезанного из той же пластины поперек прокатки, представлен на рис. 1, *b*. Как видно из рисунка, кривая $\Delta l/l = f(T)$ в этом случае схожа с кривой, описанной выше для образца, вырезанного вдоль прокатки. Тем не менее здесь существуют некоторые отличительные особенности. Во-первых, величина скачка дилатации здесь несколько больше (0.8%); во-вторых, кривая на участке, соответствующем низкотемпературной фазе, изменяется немонотонно. Появление излома при тем-

пературе ~ 265 K должно быть обусловлено переходом из низкотемпературной моноклинной $B19'$ -фазы в высокотемпературную аустенитную ОЦК-фазу ($B2$) через промежуточную R -фазу [14] и/или сохранением при охлаждении сплава до 150 K некоторой ее доли, которая при нагреве вновь переходит в $B2$ -фазу [15,16].

На рис. 1, *c* представлен график зависимости $\Delta l/l = f(T)$, измеренный в направлении, перпендикулярном плоскости пластины, т.е. по толщине образца. В этом случае в отличие от двух предыдущих случаев, где в интервале фазового превращения в рассмотренных направлениях наблюдалось резкое удлинение образцов, происходит скачкообразное сокращение образца на 3% (рис. 1, *a-c*). Как уже было отмечено выше, ранее подобные результаты были получены в работе [5]. Таким образом, характер кривой $\Delta l/l = f(T)$ зависит от направления измерения: в двух взаимно перпендикулярных направлениях, лежащих в плоскости пластины, происходит скачкообразное удлинение образца, а в третьем рассмотренном направлении (перпендикулярно плоскости образца) его длина уменьшается.

Можно предположить, что анизотропия дилатационных свойств обусловлена формированием в образцах плоскостной текстуры в процессе прокатки материала. Для подтверждения этого предположения нами были проведены дополнительные измерения термического расширения деформированного сплава после снятия текстуры путем продолжительного отжига материала при высокой температуре. Для этого образец, вырезанный вдоль прокатки, подвергнулся отжигу в вакууме

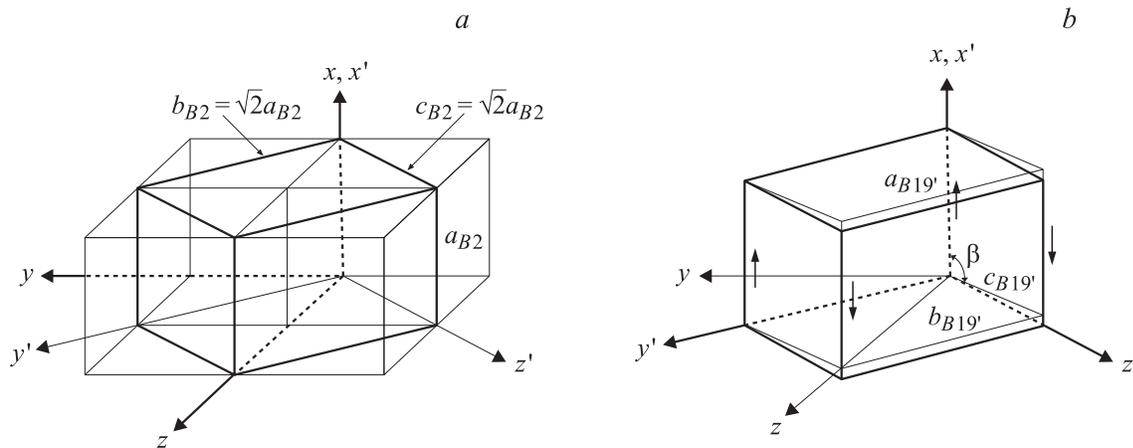


Рис. 2. Трансформация ячейки $B2$ -фазы (а) в ячейку $B19'$ -фазы (b).

при 1070 К в течение 3 h. Соответствующий отожженному образцу график зависимости $\Delta l/l = f(T)$ представлен на рис. 1, d. Кривая $\Delta l/l = f(T)$ для отожженного образца имеет совершенно другой вид. На ней скачкообразного изменения длины образца в области температур фазового превращения не наблюдается. В то же время наклоны прямолинейных участков кривой $\Delta l/l = f(T)$, лежащих слева и справа от этого интервала, заметно различаются. Это указывает на различие коэффициентов термического расширения в низкотемпературной и высокотемпературной областях. Следовательно, несмотря на отсутствие скачка дилатации, перестройка кристаллической решетки все же происходит.

4. Обсуждение

На основании приведенных результатов можно констатировать следующее: 1) в направлениях, лежащих в плоскости пластины, наблюдается удлинение образца на 0.6 и 0.8%, а перпендикулярных плоскости — его сокращение на 3.0%; 2) в отожженном образце скачкообразное изменение размера отсутствует.

Чем же обусловлены такие особенности? Рентгеновские исследования сплава Ti–50.6% Ni показали, что при переходе $B2 \rightarrow B19'$ происходит небольшое изменение объема $\Delta V/V = -(0.03-0.04)\%$ [17]. Согласно результатам работы [18], максимальное изменение размера кристалла может достигать 12% вследствие деформации ячейки при превращении $B2 \rightarrow B19'$. Поскольку объемный эффект при фазовом переходе очень мал, можно предположить, что расширение кристалла в одних направлениях должно компенсироваться сжатием в других направлениях. Результаты данной работы подтверждают это предположение. Такая анизотропия свойств, очевидно, обусловлена кристаллографической текстурой, сформированной при прокатке.

Результаты других работ [10–12, 19–23] также подтверждают формирование текстуры в сплавах никелида титана при прокатке. Более того, в некоторых работах

утверждается, что текстура является главным фактором, контролирующим эффект памяти формы в поликристаллических сплавах на основе Ti–Ni [22, 23]. В случае отсутствия текстуры дилатационный скачок при мартенситном превращении не должен проявляться. Действительно, в отожженном образце при переходе $B19'$ -фазы в $B2$ -фазу дилатационный скачок практически отсутствует (рис. 1, d). Аналогичное влияние отжига на анизотропию дилатационных свойств также наблюдалось в сплаве с эффектом памяти формы $Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}$ [24].

По результатам наших измерений скачок геометрических размеров образца не превышает 3%, что значительно меньше величин, приведенных в работах, указанных выше.

Воспользовавшись данными (см. таблицу), взятыми из работы [23], мы оценили изменение параметров ячейки $B19'$ -фазы при переходе в ячейку $B2$ -фазы. Трансформация ячейки при переходе между ОЦК- и моноклинной фазами показана на рис. 2. На рис. 2, a тонкими линиями показаны четыре элементарные ячейки ОЦК-фазы. Жирными линиями выделена тетрагональная ячейка с параметрами a_{B2} , $b_{B2} = c_{B2} = \sqrt{2}a_{B2}$, наиболее близко соответствующая элементарной ячейке моноклинной $B19'$ -фазы, приведенной на рис. 2, b.

Тогда полагаем следующие значения изменений параметров:

$$\Delta a_{B19' \rightarrow B2} = 4.30\%,$$

$$\Delta b_{B19' \rightarrow B2} = 3.30\%,$$

$$\Delta c_{B19' \rightarrow B2} = -8.64\%.$$

Таким образом, при обратном мартенситном превращении решетка моноклинной фазы сильно сжимается

Параметры кристаллических решеток мартенситной ($B19'$) и аустенитной ($B2$) фаз

Фазы	a, nm	b, nm	c, nm	β , deg
ОЦК($B2$)	0.302	0.302	0.302	—
Моноклинная ($B19'$)	0.289	0.413	0.464	97.1

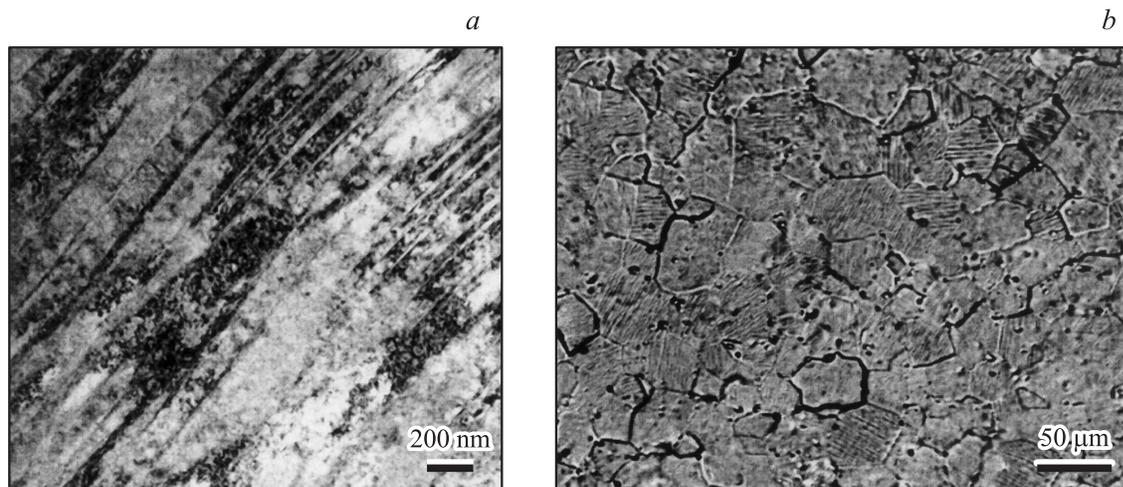


Рис. 3. Электронное и оптическое изображения структуры сплава Ti–49.8%Ni в низкотемпературном состоянии после деформации (*a*) и последующего отжига (*b*) соответственно. Образцы предварительно охлаждались в жидком азоте.

по оси *c*, в то время как в других направлениях она растягивается (рис. 2).

Величина дилатационного скачка в различных направлениях, как было показано выше, не достигает столь высоких значений по сравнению с деформацией кристаллической решетки. Очевидно, это можно объяснить неидеальной текстурой в поликристаллическом образце. Однако кроме текстуры на величину скачка дилатации при мартенситном превращении будет влиять и процесс двойникования $B19'$ -фазы [25].

В низкотемпературном состоянии сплав находится в сдвойникованном состоянии. Сильные напряжения, возникающие при прямом мартенситном превращении $B2 \rightarrow B19'$, приводят к двойникованию моноклинной фазы. Из-за процесса двойникования происходит частичная компенсация упругих напряжений, т.е. аккомодация решетки. Совместное действие процессов перестройки решетки при фазовом превращении и двойниковой аккомодации должно приводить к уменьшению величины скачка дилатации. Поскольку они способствуют противоположным тенденциям, результирующий скачок оказывается небольшим, в нашем случае всего 3%.

На рис. 3 приведены электронно-микроскопическое и оптическое изображения структуры сплава после прокатки (*a*) и после отжига (*b*) соответственно. Структура после деформации (рис. 3, *a*) состоит из двойниковых пластин, содержащих высокую локальную плотность дислокаций. Толщина этих пластин колеблется от 30 до 200 nm. После отжига (рис. 3, *b*) наблюдается структура, состоящая из неоднородных по размеру сдвойникованных зерен. Они имеют достаточно правильную форму и ограничены четкой межзеренной границей. Толщина двойниковых пластин в этом случае достигает нескольких микрометров, поэтому на поверхности образца формируется хорошо различимый рельеф. В отожженном образце направления двойников в различных зернах

распределены хаотически, что является косвенным свидетельством отсутствия текстуры.

Из приведенного выше анализа результатов следует, что основной причиной анизотропного изменения длины образца при мартенситном превращении является кристаллографическая текстура, сформированная в процессе прокатки сплава. Впоследствии такая текстура ярко проявляется в структуре мартенситной фазы (рис. 3, *a*).

Процесс двойникования выступает как механизм, уменьшающий внутренние напряжения в материале, возникающие при перестройке решетки аустенитной фазы в моноклинную. Такой аккомодационный механизм приводит к уменьшению величины скачка при фазовом превращении. Действие этих двух механизмов, а именно изменения параметров кристаллической решетки моноклинной фазы и процесса двойникования, взаимно компенсируется, вследствие чего величина обратимого эффекта памяти формы ограничивается относительно небольшой величиной 3%.

5. Заключение

На основе полученных результатов в работе были сделаны следующие выводы.

1) В результате прокатки в сплаве Ti–49.8%Ni формируется плоскостная текстура, вследствие чего деформированные образцы при обратном мартенситном превращении испытывают расширение в плоскости и сжатие по толщине.

2) Причиной дилатации при фазовом переходе является кристаллографическая текстура, формирующаяся в процессе прокатки сплава.

3) Высокотемпературный отжиг деформированных образцов приводит к снятию текстуры, в результате чего скачок дилатации в процессе обратного мартенситного превращения отсутствует.

4) Двойникование является механизмом, уменьшающим внутренние напряжения в материале, возникающие при перестройке решетки аустенитной фазы в моноклинную, и приводит к снижению величины скачка дилатации в сплаве до 3%.

Список литературы

- [1] В.Н. Хачин, В.Г. Пушин, В.В. Кондратьев. Никелид титана, структура и свойства. Наука, М. (1992). 160 с.
- [2] Г.А. Малыгин. ФТТ **45**, 1700 (2003).
- [3] A. Ishida, M. Sato. Acta Mater. **51**, 5571 (2003).
- [4] K. Otsuka, C.M. Wayman. Shape memory materials. Cambridge University Press, London (1998). 298 p.
- [5] J. Wang, T. Omori, Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida. Scripta Mater. **52**, 311 (2005).
- [6] Z.G. Wang, X.T. Zu, P. Fu, J.Y. Dai, S. Zhu, L.M. Wang. Mater. Sci. Eng. A **360**, 126 (2003).
- [7] T. Roubicek. In: Nonlinear homogenization and its application to composites, polycrystals and smart materials / Eds. P. Ponte Castaneda, J.J. Telega, B. Gambin. NATO Sci. Ser. II/170, Kluwer (2004). P. 269.
- [8] Л.Л. Мейснер, И.В. Никонова, В.В. Раздорский, М.В. Котенко. Перспективные материалы **2**, 32 (2002).
- [9] D.S. Grummon. J. Met. **55**, 24 (2003).
- [10] K. Otsuka, X. Ren. Progr. Mater. Sci. **50**, 511 (2005).
- [11] Л.А. Монасевич, Ю.И. Паскаль, В.Э. Приб. Металловедение и терм. обраб. металлов **9**, 62 (1979).
- [12] V.M. Gundyrev, V.I. Zel'dovich, G.A. Sobyanna. Textures Microstruct. **32**, 71 (1999).
- [13] B. Ye, B.S. Majumdar, I. Dutta. Acta Mater. **57**, 2403 (2009).
- [14] R.M.S. Martin, N. Shell, K.K. Mahesh, L. Pereira, R.J.C. Silva, F.M. Braz Fernandes. J. Mater. Eng. Perform. **18**, 543 (2009).
- [15] Z. He, K.R. Gall, L.C. Brinson. Met. Mater. Trans. A **37**, 579 (2006).
- [16] Z.G. Wang, X.T. Zu. J. Mater. Sci. **40**, 2663 (2005).
- [17] В.Г. Пушин, А.И. Лотков, Ю.Р. Колобов, Р.З. Валиев, Е.Ф. Дударев, Н.Н. Куранова, А.П. Дюпин, Д.В. Гундеров, Г.П. Бакач. ФММ **106**, 537 (2008).
- [18] S.D. Prokoshkin, A.V. Korotitskiy, V. Brailovski, S. Turenne, I.Yu. Khmelevskaya, I.B. Trubitsyna. Acta Mater. **52**, 4479 (2004).
- [19] W.Q. Yuan, S.Q. Yang. J. Mater. Sci. Lett. **21**, 443 (2002).
- [20] S.L. Raghunathan, M.A. Azeem, D. Colins, D. Dye. Scripta Mater. **59**, 1059 (2008).
- [21] R. Vaidyanathan, M.A.M. Bourke, D.C. Dunand. Met. Mater. Trans. A **32**, 177 (2001).
- [22] Z.K. Lu, G.J. Weng. Acta Mater. **46**, 5423 (1998).
- [23] Y.C. Shu, K. Bhattacharya. Acta Mater. **46**, 5457 (1998).
- [24] И.И. Мусабилов, Х.Я. Мулюков, В.В. Коледов, В.Г. Шавров. ЖТФ **81**, 3, 108 (2011).
- [25] Y. Liu, In: Smart materials / Eds A.R. Wilson, H. Asanuma. Proc. SPIE **4234**, 82 (2001).