### 05

# Влияние пластической деформации в мартенситном состоянии на развитие эффектов сверхэластичности и памяти формы в сплавах на основе никелида титана

# © А.И. Лотков<sup>1</sup>, В.Н. Гришков<sup>1</sup>, Д.Ю. Жапова<sup>1,¶</sup>, А.А. Гусаренко<sup>2</sup>, В.Н. Тимкин<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия <sup>2</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия ¶ E-mail: dorzh@ispms.tsc.ru

#### Поступило в Редакцию 13 июля 2018 г.

Представлены результаты исследований проявления эффектов сверхэластичности и памяти формы при деформировании кручением образцов двойного сплава на основе никелида титана со структурой мартенситной фазы B19'. Обнаружено, что в образцах, испытавших пластическую деформацию в процессе их нагружения до заданной деформации кручением  $\sim 39\%$ , величина эффекта сверхэластичности может достигать 6.3%, что сопоставимо с величиной классического эффекта сверхэластичности. Проведен сравнительный анализ проявления эффекта сверхэластичности в мартенситном состоянии при деформации образцов кручением с имеющимися результатами подобных исследований при деформировании образцов сплавов на основе никелида титана методом растяжения.

#### DOI: 10.21883/PJTF.2018.21.46861.17461

Сплавы на основе никелида титана (TiNi) интересны своей способностью проявлять эффекты сверхэластичности и памяти формы. Образцы сплавов на основе TiNi при охлаждении и нагреве испытывают мартенситные превращения (МП)  $B2 \leftrightarrow B19'$ ,  $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$  (B2 высокотемпературная фаза, R — ромбоэдрическая мартенситная фаза, B19' — моноклинная мартенситная фаза) [1]. Термоупругие МП лежат в основе проявления указанных выше эффектов [1–3]. Эффект сверх-

97

эластичности, обусловленный накоплением неупругой деформации в процессе генерации мартенситных фаз при воздействии внешних напряжений на образец, который находится в состоянии высокотемпературной фазы, и последующим возвратом этой деформации в процессе обратного превращения мартенсита в исходную структуру, в [4] классифицирован как сверхэластичность первого типа (transformation-pseudoelasticity [4]). В [5] отмечено, что сверхупругая обратимая деформация может наблюдаться при нагружении и разгрузке образцов со структурой термоупругого мартенсита, природа которой обусловлена обратимым перемещением двойниковых границ. Это сверхупругость второго типа, не связанная с протеканием МП. По классификации [4], twinning-pseudoelasticity, а в последнее время используется формулировка twinninginduced elasticity [6]. Ранее передвойникование мартенситной фазы наблюдалось в сплавах на основе меди, например Cu-Al-Ni [7]. В [8], по-видимому, впервые показано, что в сплавах на основе TiNi в изотермических циклах нагружение-разгрузка при температурах ниже  $M_F$ (температура завершения МП в мартенситную фазу В19') наблюдается эффект сверхэластичности. Однако в дальнейшем целенаправленных исследований этого эффекта не последовало, хотя в некоторых работах, которые обсуждаются далее, содержится косвенная информация о его проявлениях.

Цель настоящей работы — исследовать проявления эффектов сверхэластичности и памяти формы при кручении образцов двойного сплава на основе TiNi со структурой мартенситной фазы  $B19'(T < M_F)$  в интервале заданных деформаций, включающих как неупругую, так и пластическую составляющую. В качестве объекта исследований были выбраны образцы сплава Ti<sub>49.3</sub>Ni<sub>50.7</sub> (at.%). Сплав имел крупнозернистую микроструктуру со средним размером зерен 76 ± 8 µm. Данные рентгеноструктурного анализа показали, что при 295 К образцы имеют структуру B2-фазы. Последовательность и температуры МП в образцах исследовались методом температурной резистометрии. Измерения показали, что в исследуемых образцах происходит только МП  $B2 \leftrightarrow B19'$ . Температуры начала и конца прямого МП  $B2 \rightarrow B19'$  (при охлаждении образцов) составляют  $M_S = 252$  К и  $M_F = 223$  К; при нагреве образцов обратное МП происходит в интервале от  $A_S = 258$  К до  $A_F = 273$  К.

Исследования неупругих свойств (эффекты сверхэластичности и памяти формы) проведены при кручении образцов на установке типа обратного крутильного маятника с рабочим интервалом температур

от 100 до 573 К. При  $164 \pm 2$  К, когда образцы находятся в состоянии мартенситной фазы В19', проведены изотермические циклы нагружение-разгрузка ( $\tau - \gamma$ ) образцов с последующим нагревом разгруженных образцов до 473 К. Деформация, заданная образцу в процессе его изотермического нагружения  $(\gamma_t)$ , включает суммарную неупругую деформацию (уSIS), обусловленную переориентацией доменов мартенситной фазы и раздвойникованием, и пластическую (угр) деформацию, развивающуюся по дислокационным механизмам. Суммарная неупругая деформация узі является суммой величин эффектов сверхэластичности ( $\gamma_{SE}$ ) и памяти формы ( $\gamma_{SME}$ ):  $\gamma_{SIS} = \gamma_{SE} + \gamma_{SME}$ . Величина неупругой деформации, которая возвращается в качестве эффекта сверхэластичности (у<sub>SE</sub>), определялась как величина возврата неупругой деформации, включая малую деформацию Гука, в изотермических циклах  $\tau - \gamma$  сразу после разгрузки образца. Величина неупругой деформации, которая возвращается в качестве эффекта памяти формы (у<sub>SME</sub>), равна возврату неупругой деформации при последующем нагреве разгруженных образцов через интервал температур обратного МП. Накопленная при задании у пластическая деформация у<sub>гр</sub> соответствует остаточной деформации при завершении формовосстановления в процессе нагрева разгруженных образцов. В каждом последующем цикле у, возрастала (вплоть до разрушения образцов). Погрешности измерения исследуемых величин линейно зависели от величины заданной деформации и составляли при  $\gamma_t = 38.7\%$  $\Delta \gamma_{\rm SE} = 0.4\%$ ,  $\Delta \gamma_{\rm SME} = 0.3\%$  и  $\Delta \gamma_{rp} = 0.2\%$ . Более подробно схема проведения изотермических циклов  $\tau - \gamma$  представлена в работе [9].

Накопление и возврат деформации в циклах  $\tau - \gamma$  с возрастающей  $\gamma_t$  и возврат деформации в процессе нагрева разгруженных образцов приведены на рис. 1, *a* и *b*. Из рис. 1, *a* видно, что в процессе нагружения в первых четырех циклах ( $\gamma_t \leq 24\%$ ) выявляется площадка псевдотекучести, обусловленная накоплением деформации при переориентации под действием внешних напряжений доменов мартенситной фазы *B*19', формирующихся в процессе охлаждения образцов через интервал температур прямого МП после очередного нагрева до 473 К. Пластическая деформация после нагружения с  $\gamma_t = 24\%$  она увеличивается до ~ 6%. При увеличении  $\gamma_t > 24\%$  площадка псевдотекучести практически вырождается (рис. 1, *a*), что обусловлено повышением доли ориентированной мартенситной фазы *B*19', которая формируется при



**Рис. 1.** Накопление и возврат неупругой деформации в изотермических (164 K) циклах нагружение—разгрузка образцов (a) и возврат неупругой деформации при промежуточных нагревах разгруженных образцов (b). Цифры соответствуют номерам циклов.

охлаждении образцов в условиях развития высоких внутренних напряжений вследствие существенного прироста пластической деформации (рис. 1, *b*). Одновременно с этим в образцах, деформированных с  $\gamma_t > 24\%$ , заметно уширяется интервал возврата неупругой деформации при нагреве разгруженных образцов (рис. 1, *b*).



**Рис. 2.** Влияние заданной образцам деформации  $\gamma_t$  на величины эффектов сверхэластичности  $\gamma_{SE}$ , памяти формы  $\gamma_{SME}$ , суммарной неупругой деформации  $\gamma_{SIS}$  и пластической деформаций  $\gamma_{rp}$  при кручении образцов сплава Ti<sub>49.3</sub>Ni<sub>50.7</sub>(at.%).

Зависимости  $\gamma_{\text{SIS}}$ ,  $\gamma_{\text{SME}}$ ,  $\gamma_{\text{SE}}$  и  $\gamma_{rp}$  от  $\gamma_t$  представлены на рис. 2. Из рис. 2 видно, что во всем интервале  $\gamma_t$  (до ~ 39%) доминирует проявление величины  $\gamma_{\text{SME}}$ , которая почти линейно возрастает до ~ 12% в интервале  $\gamma_t$  от 8 до 16% при относительно небольших накапливаемых пластических деформациях ( $\gamma_{rp} \leq 1\%$ ). Вблизи  $\gamma_t \approx 24\%$  $\gamma_{\text{SME}}$  достигает максимального значения, равного 12.8%, а  $\gamma_{rp}$  при этом составляет ~ 6%. При  $\gamma_t > 24\%$  наблюдается существенный прирост  $\gamma_{rp}$ , что обусловливает тенденцию к незначительному уменьшению  $\gamma_{\text{SME}}$ (менее 1%). Величина  $\gamma_{\text{SIS}}$  монотонно увеличивается до ~ 19% при  $\gamma_t < 24\%$ . Но слабый прирост  $\gamma_{\text{SIS}}$  продолжается и в интервале  $\gamma_t$ от 24 до 39%. Это обусловлено практически линейным увеличением во всем интервале  $\gamma_t$  от 8 до 39% неупругой деформации, возвращаемой в режиме проявления сверхэластичности  $\gamma_{\text{SE}}$  (рис. 2). Таким

образом, при кручении образцов с исходной структурой мартенситной фазы *B*19' в изотермических (164 K) циклах  $\tau - \gamma$  реализуется эффект сверхэластичности, величина которого достигает 6.3% при  $\gamma_t \approx 39\%$ .

Полученные результаты качественно согласуются с результатами работы [8]. Работы последующего периода исследования влияния заданной деформации в процессе изотермического нагружения при T < M<sub>F</sub> на проявления неупругих и пластической деформаций в двойных сплавах на основе TiNi немногочисленны [10,11]. В них при деформировании образцов с помощью растяжения реализован такой же алгоритм исследований, как и в настоящей работе при кручении образцов: изотермические циклы нагружение-разгрузка ( $\sigma$ - $\varepsilon$ ) с возрастающей величиной  $\varepsilon_t$  при  $T < M_F$  с последующими нагревами разгруженных образцов для определения  $\varepsilon_{SME}$  и пластической деформации  $\varepsilon_{rp}$ . Непосредственно зависимости  $\varepsilon_{SE}$  от  $\varepsilon_t$  в этих работах не приведены, однако представлены параметры, позволяющие реконструировать данные зависимости. В [10] для двойного сплава с 50.0 at.% Ni представлена зависимость деформации  $\varepsilon_u$ , которая не возвращается после изотермической разгрузки образцов (при комнатной температуре  $M_F = 341 \,\mathrm{K}$ ) от  $\varepsilon_t$ , что позволяет оценить  $\varepsilon_{\mathrm{SE}} = \varepsilon_t - \varepsilon_u$  в интервале заданных образцам деформаций  $\varepsilon_t$  до 35%. В [11] для монокристаллов сплава Ti<sub>49.5</sub>Ni<sub>50.5</sub> (at.%) представлены данные об упругой и неупругой составляющих возврата деформации при изотермической (при 223 К  $M_F = 250 \,\mathrm{K}$ ) разгрузке образцов, которые позволяют построить зависимость  $\varepsilon_{SE}$  от  $\varepsilon_t$ . Образцы сплавов в [10,11] были закалены после отжигов при 1073–1173 К и испытывали последовательность МП  $B2 \leftrightarrow B19'$ , как и сплав Ті<sub>49.3</sub>Ni<sub>50.7</sub> (at.%) в настоящей работе. Однако прямое сравнение соответствующих деформаций, полученных при кручении и растяжении образцов, невозможно. В настоящей работе для корректного сопоставления заданных неупругих и пластической деформаций, полученных при кручении и растяжении образцов, были использованы представления об эквивалентных деформациях (по Мизесу) при разных схемах нагружения [12]. В [12] этот алгоритм был успешно апробирован при проведении сравнительного анализа развития неупругих обратимых деформаций и пластической деформации при кручении и изгибе образцов двойного сплава Ті<sub>49,1</sub>Ni<sub>50,9</sub> (at.%). С помощью этого алгоритма было проведено преобразование  $\gamma_t \rightarrow \varepsilon_t, \gamma_r \rightarrow \varepsilon_r, \gamma_{rp} \rightarrow \varepsilon_{rp},$ где  $\gamma_r$  и  $\varepsilon_r$  — деформации образцов после изотермической разгрузки при кручении и растяжении соответственно. Затем были получены



**Рис. 3.** Зависимость обратимых неупругих деформаций  $\varepsilon_{SE}$ ,  $\varepsilon_{SME}$ ,  $\varepsilon_{SIS}$  и пластической деформации  $\varepsilon_{rp}$  от заданной деформации  $\varepsilon_t$ . *I* и 2 — проявления эффекта сверхэластичности образцов двойных сплавов в работах [10] и [11] соответственно.

соответствующие неупругие обратимые деформации при растяжении:  $\varepsilon_{\text{SE}} = \varepsilon_t - \varepsilon_r, \ \varepsilon_{\text{SME}} = \varepsilon_r - \varepsilon_{rp}$  и  $\varepsilon_{\text{SIS}} = \varepsilon_t - \varepsilon_{rp} = \varepsilon_{\text{SME}} + \varepsilon_{\text{SE}}$ .

Зависимости  $\varepsilon_{SIS}$ ,  $\varepsilon_{SME}$ ,  $\varepsilon_{SE}$  и  $\varepsilon_{rp}$  от  $\varepsilon_t$ , эквивалентные зависимостям  $\gamma_{SIS}$ ,  $\gamma_{SME}$ ,  $\gamma_{SE}$  и  $\gamma_{rp}$  от  $\gamma_t$  на рис. 2, представлены на рис. 3. Вид этих зависимостей от  $\gamma_t$  качественно подобен. При этом  $\varepsilon_{SE}$  составляет 5.1% при  $\varepsilon_t = 26.5\%$  (соответствующая  $\gamma_t = 38.7\%$ ). Зависимости  $\varepsilon_{SE}$  от  $\varepsilon_t$ , реконструированные по данным работ [10,11] (1 и 2 на рис. 3 соответственно), близки к зависимости  $\varepsilon_{SE}$  от  $\varepsilon_t$ , полученной перерасчетом  $\gamma_{SE}$  из рис. 2. При  $\varepsilon_t \approx 26\%$  величины  $\varepsilon_{SE}$  составляют ~ 3% [11] и ~ 4% [10], что близко к  $\varepsilon_{SE} = 5.1\%$ , полученной при кручении образцов в настоящей работе. Таким образом, на основе анализа результатов настоящей работы и литературных данных установлено, что при деформации методами кручения и растяжения образцов двойных сплавов

на основе TiNi со структурой мартенситной фазы B19' при увеличении заданной деформации реализуется эффект сверхэластичности второго типа (обусловленный обратимым двойникованием фазы B19'). Величина этого эффекта при деформации кручением может достигать 6.3%, а при деформации растяжением — 3-5%, что сопоставимо с величиной эффекта сверхэластичности первого типа (обусловленного фазовыми превращениями). Показано, что величина эффекта сверхэластичности второго типа линейно возрастает с увеличением заданной деформации, включающей заметную пластическую деформацию, независимо от состава образцов двойных сплавов на основе TiNi и состояния микроструктуры (монокристаллы или поликристаллические сплавы).

Работа поддержана Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013—2020 гг., направление III.23.

## Список литературы

- Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч. 1. Структура, фазовые превращения и свойства / Под ред. В.Г. Пушина. Екатеринбург: УрО РАН, 2006. 414 с.
- [2] Материалы с эффектом памяти формы. Справочное издание / Под ред. В.А. Лихачева. СПб.: НИИХ СПбГУ, 1998. Т. 4. 380 с.
- [3] Otsuka K., Ren X. // Prog. Mater. Sci. 2005. V. 50. P. 511–678. doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.10.001
- [4] Hornbogen E. // Z. Metallkunde. 1995. V. 86. N 5. P. 341-344.
- [5] Хандрос Л.Г. О природе эффектов сверхупругости и памяти формы // Мартенситные превращения. Докл. междунар. конф. "ICOMAT-77". Киев: Наук. думка, 1978. С. 146–150.
- [6] Birk T., Biswas S., Frenzel J., Eggler G. // Shap. Mem. Superelasticity. 2016.
  V. 2. P. 145–159. DOI: 10.1007/s40830-016-0064-1
- [7] Купорев А.Л., Хандрос Л.Г. // ФММ. 1971. Т. 32. № 6. С. 1322–1326.
- [8] Соловьев Л.А., Хачин В.Н. // ФММ. 1974. Т. 38. № 2. С. 433–435.
- [9] Lotkov A., Zhapova D., Grishkov V., Cherniavsky A., Timkin V. // AIP Conf. Proc. 2016. V. 1783. P. 020137 (1-4). DOI: 10.1063/1.4966430
- [10] Piao M., Otsuka K., Miyazaki S., Horikawa H. // Met. Trans. JIM. 1993. V. 34. N 10. P. 919–929.
- [11] Liu Y., Tan G., Miyazaki S. // Mater. Sci. Eng. A. 2006. V. 438-440. P. 612–616. https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.130
- [12] Grishkov V.N., Lotkov A.I., Baturin A.A., Timkin V.N., Zhapova D.Yu. // AIP Conf. Proc. 2015. V. 1683. P. 020067 (1–5). DOI: 10.1063/1.4932757