

05.3;08;12

## Инверсия асимметрии акустической эмиссии при мартенситных превращениях в сплавах на основе никелида титана

© В.А. Плотников

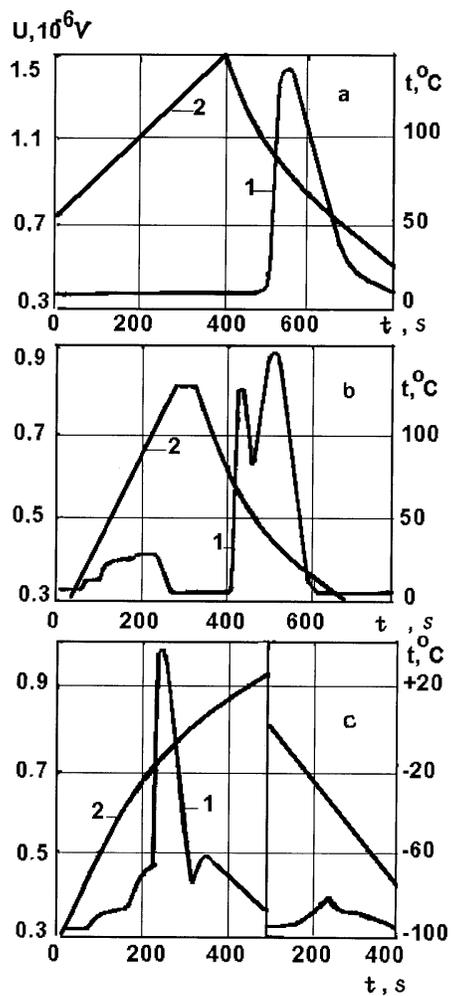
Алтайский государственный университет, Барнаул

Поступило в Редакцию 16 апреля 1999 г.

Асимметрия акустической эмиссии свидетельствует о различии процессов рассеяния нехимической энергии в ходе прямого и обратного мартенситных превращений. Анализ инверсии асимметрии излучения при росте концентрации никеля в двойных сплавах Ti–Ni и в ходе многократных циклов превращений позволяет считать, что в ходе прямого превращения диссипация нехимической энергии обусловлена пластической релаксацией, а при обратном — динамической релаксацией. Существенно то, что пластическая релаксация деградирует до насыщения и в полной мере начинает проявляться динамическая релаксация.

Экспериментами надежно установлено, что для акустического излучения, продуцируемого в ходе мартенситных превращений (МП) в сплавах, характерен ряд особенностей: 1) акустическая эмиссия, регистрируемая при прямом и обратном МП, существенно асимметрична; 2) при многократном воспроизведении МП параметры акустического излучения нестабильны [1].

На рис. 1 приведены фрагменты акустических кривых (зависимость среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии, регистрируемого на выходе пьезопреобразователя), полученных при проведении цикла МП в двойных сплавах Ti–Ni, состоящего в нагреве и охлаждении в интервале температур, содержащего интервалы прямого и обратного превращений. Прямое (при охлаждении) превращение представляет кооперативный процесс перестройки высокотемпературной  $B2$ -фазы (объемоцентрированная кубическая структура, упорядоченная по типу CsCl) в низкотемпературную  $B19'$ -фазу. Причем превращение развивается непосредственно как  $B2 \rightarrow B19'$  в сплавах с концентрацией никеля ниже 50.0 at.% либо как  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$  в сплавах с концентрацией никеля выше 50.0 at.% [2,3]. Здесь  $R$  — ромбоэдрическая фаза, а



**Рис. 1.** Асимметрия акустической эмиссии при проведении мартенситных превращений в двойных сплавах Ti-Ni: 1 — фрагменты акустических кривых, 2 — температурная линия; а — сплав Ti-49.8 at.% Ni; б — сплав Ti-50.3 at.% Ni; в — сплав Ti-51.0 at.% Ni.

$B19'$  — ромбическая фаза с дополнительным моноклинным искажением кристаллической структуры. Обратное превращение (при нагреве) развивается также кооперативным путем в обратной последовательности, т. е. как  $B19' \rightarrow B2$  или  $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$ .

Особенностью приведенных на рис. 1 кривых является резко выраженная асимметрия излучения двух типов для прямого и обратного МП. Асимметрия первого типа (энергия излучения при прямом МП существенно выше энергии излучения при обратном) характерна для сплавов с содержанием никеля менее 51.0 at.%. Асимметрия второго типа (энергия излучения при обратном существенно выше, чем при прямом) характерна в сплаве с 51.0 at.% никеля. Таким образом, при увеличении концентрации никеля в двойных сплавах Ti–Ni наблюдается смена типа асимметрии акустической эмиссии—инверсия—асимметрии.

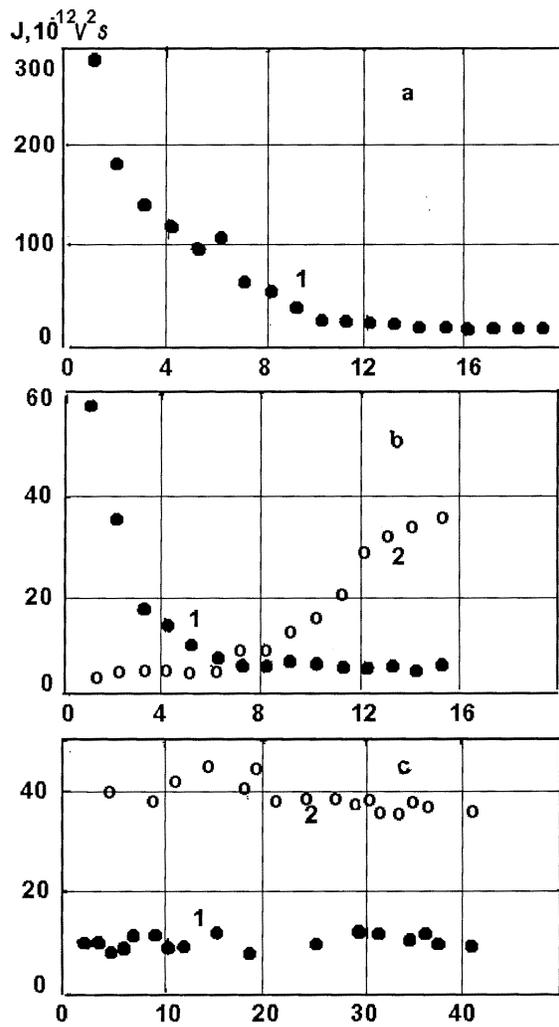
На рис. 2 приведена зависимость энергии излучения от номера цикла МП для исследуемых сплавов. Как следует из этих данных, энергия акустического излучения при прямом МП существенно (примерно на порядок величины) снижается при увеличении номера цикла. При обратном МП в ходе циклирования происходит рост акустической энергии (за исключением сплава с 49.8 at.% Ni). При достаточном числе проведенных циклов МП снижение энергии излучения при прямом МП и рост энергии излучения при обратном выходят на насыщение, т. е. циклирование МП приводит также к инверсии асимметрии акустической эмиссии. В сплаве с 51.0 at.% Ni циклирование слабо сказывается на энергии излучения при прямом и обратном МП — исходная асимметрия акустической эмиссии сохраняется.

Таким образом, в экспериментах по регистрации акустического излучения выявлены следующие закономерности: 1) два типа асимметрии акустической эмиссии; 2) инверсия асимметрии акустической эмиссии при росте концентрации никеля в сплавах и в ходе многократных циклов МП в сплавах с содержанием никеля выше 50.0, но ниже 51.0 at.%; 3) сохранение исходной асимметрии акустической эмиссии.

Связь энергии излучения от номера цикла, по крайней мере при прямом МП, с достаточной точностью можем аппроксимировать экспоненциальной зависимостью вида [4]

$$J_k = J_0 \exp(-ak), \quad (1)$$

где  $J_k$  и  $J_0$  — энергия излучения  $k$ -го и некоторого нулевого циклов соответственно,  $a$  — параметр, характеризующий скорость снижения



**Рис. 2.** Влияние циклирования мартенситных превращений на продуцирование акустического излучения в сплавах Ti-Ni: *a* — сплав с 49.8 at.% Ni; *b* — сплав с 50.6 at.% Ni; *c* — сплав с 51.0 at.% Ni; *1* — при прямом превращении; *2* — при обратном превращении.

**Таблица 1.** Значения коэффициентов регрессии  $f(X_i) = A + BX_i$  и коэффициента  $a$  (исходное состояние сплавов — отжиг при 850°C).

№ п.п.	Сплав	$A$	$B$	$R$	$a$
1	Ti-49.8 at.% Ni	$16.9 \pm 0.03$	$-0.14 \pm 0.04$	0.976	$0.14 \pm 0.04$
2	Ti-50.3 at.% Ni	$14.1 \pm 0.2$	$-0.40 \pm 0.04$	0.988	$0.40 \pm 0.04$
3	Ti-50.6 at.% Ni	$15.2 \pm 0.2$	$-0.48 \pm 0.02$	0.974	$0.48 \pm 0.02$
4	Ti-51.0 at.% Ni	—	—	—	—

энергии излучения до уровня насыщения. Приводя уравнение (1) к линейному виду

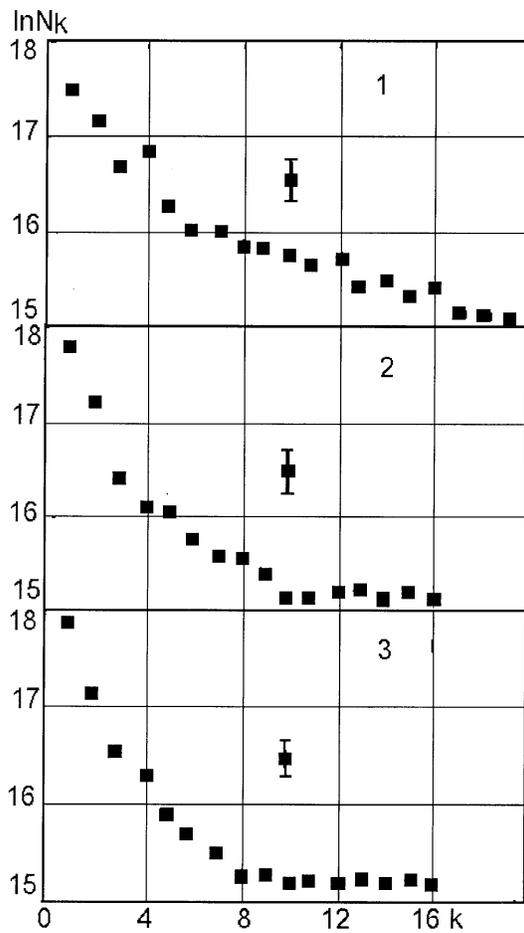
$$\ln J_k = \ln J_0 - ak, \quad (2)$$

определяем экспоненциальный коэффициент  $a$  и оцениваем точность аппроксимации экспериментальных точек линейной зависимостью  $f(X_i) = A + BX_i$ . Значения коэффициентов  $A$  и  $B$ , экспоненциального коэффициента  $a$ , коэффициента корреляции  $R$  приведены в таблице 1.

Как следует из данных таблицы 1, экспериментальные точки действительно с высокой точностью можно аппроксимировать линейной зависимостью (2), коэффициент корреляции  $R$  близок к единице. Величина коэффициента  $a$  растет с увеличением содержания никеля в сплавах от 0.14 в сплаве 1 до 0.48 в сплаве 3. Чем выше значение коэффициента  $a$ , тем быстрее кривая  $J_k = f(k)$  выходит на насыщение. Из такого формального определения следует, что скорость выхода на насыщение параметров излучения в сплаве 3 выше, чем в сплаве 1, примерно в 3.5 раза.

Нагрев двойных сплавов после многократных циклов МП до 600–850°C существенно сказывается на параметрах излучения при последующих циклах. На рис. 3 приведена зависимость интегрального параметра акустической эмиссии  $N_k$  от номера  $k$  цикла МП в системе координат  $\ln N_k - k$  для последовательных серий циклов и промежуточных отжигов, проведенных на монокристаллических образцах состава, близкого к составу сплава 1 (Ti-49.8 at.% Ni).

Во-первых, восстанавливается исходная асимметрия акустической эмиссии, во-вторых, восстанавливается исходный уровень энергии излучения, в-третьих, после отжига возрастает величина коэффициента  $a$  в



**Рис. 3.** Влияние многократных циклов мартенситных превращений и промежуточных отжигов на продуцирование акустического излучения в монокристаллическом образце, близкого по составу к сплаву с 49.8 at.% Ni: 1, 2, 3 — номера серий циклов превращений.

**Таблица 2.** Сопоставление параметров акустического излучения при прямом МП и механических характеристик сплавов (исходное состояние сплавов — закалка).

№ п.п.	Сплав, Ni at. %	$a$	$J_1, 10^{-12} B^2 \text{ s/mol}$	Цикл насыщ.	$\sigma_m$ , МПа	$\sigma_s - \sigma_m$ , МПа	$\sigma_{ss}$ , МПа	
							1 цикл	11 цикл
1	49.8	$0.14 \pm 0.04$	$26600 \pm 5000$	20	180	90	270	380
2	50.3	$0.36 \pm 0.01$	$5600 \pm 800$	12	100	250	350	450
3	50.6	$0.63 \pm 0.03$	$3400 \pm 770$	8	50	500	520	570
4	51.0	—	$840 \pm 80$	0	30	930	960	960

показателе экспоненты (1), что в свою очередь приводит к уменьшению числа циклов МП, в ходе которых уровень энергии акустического излучения выходит на насыщение. Аналогичная тенденция прослежена и в поликристаллических образцах сплавов 1, 2, 3. В сплаве 4 отжиг не меняет типа асимметрии акустической эмиссии.

Отмечаемые закономерности продуцирования акустического излучения в ходе цикла МП существенным образом связаны с механическими характеристиками сплавов, в первую очередь, с напряжением мартенситного сдвига  $\sigma_m$  и пределом текучести  $\sigma_s$  (дислокационный предел текучести). В таблице 2 сопоставлены механические характеристики сплавов и параметры акустической эмиссии.

Из данных таблицы 2 следует, что чем выше значение напряжения мартенситного сдвига и ниже предел текучести сплава, тем выше вероятность пластической релаксации (достижения локальными внутренними напряжениями напряжения пластического течения) и тем выше энергия акустического излучения, продуцируемого при прямом МП в первом цикле. Это может свидетельствовать о связи пластической релаксации с продуцированием акустической энергии при прямом МП.

Действительно, в ходе проведения цикла МП в структуре генерируются и накапливаются полные дислокации, наблюдается рост предела текучести. Явление носит название фазового наклепа [5]. По мере циклирования происходит накопление и насыщение фазового наклепа. При этом энергия акустического излучения при прямом МП экспоненциально также выходит на насыщение. То есть коэффициент  $a$  в показателе экспоненты, с одной стороны, может характеризовать сплав по его склонности к упрочнению, а с дру-

гой — по его возможности продуцировать акустическое излучение при пластической релаксации. Таким образом, первый тип асимметрии акустической эмиссии существенно связан с пластической релаксацией напряжений, деградирующей до насыщения в ходе циклирования МП.

Это подтверждается тем, что при отжиге происходит восстановление исходной асимметрии акустической эмиссии. В ходе нагрева происходит и отжиг фазового наклепа (снижение плотности дислокаций, полей напряжений), т.е. происходит переход структуры сплава в исходное состояние. Рост коэффициента  $a$  при проведении серий циклов МП и отжигов свидетельствует, что полного возврата структуры в исходное состояние все же нет. Параллельно протекающий процесс старения [6] меняет склонность сплавов к пластической релаксации.

Инверсия асимметрии акустической эмиссии при возрастании концентрации никеля в сплавах до 51.0 at.% и в ходе проведения многократных циклов МП свидетельствует о двух типах процессов, ответственных за продуцирование акустического излучения.

Действительно, в сплаве с 51.0 at.%Ni соотношение напряжения мартенситного сдвига и предела текучести таково, что пластическая релаксация невозможна, фазовый наклеп экспериментально не обнаружен. В этой связи второй тип асимметрии акустической эмиссии, которому отвечает и инверсия асимметрии, является основным. Как было показано, за асимметрию излучения второго типа ответствен динамический [7] механизм акустической эмиссии, существенным образом связанный с микрокинетикой роста–сокращения мартенситного кристалла. В отличие от пластической релаксации, склонной к деградации до насыщения, динамическая релаксация в ходе МП присутствует всегда. Однако в присутствии пластической релаксации ее роль в рассеянии нехимической энергии при прямом МП слабо выражена. При обратном МП пластическая релаксация отсутствует, динамическая же релаксация максимальна.

## Список литературы

- [1] Плотников В.А., Паскаль Ю.И. // ФММ. 1997. Т. 84. В. 3. С. 142–149.
- [2] Чернов Д.Б., Паскаль Ю.И., Гюнтер В.Э., Монасевич Л.А., Савицкий Е.М. // ДАН СССР. 1979. Т. 247. В. 4. С. 854–857.
- [3] Событина Г.А., Зельдович В.И. // ФММ. 1998. Т. 86. В. 1. С. 145–153.

- [4] *Плотников В.А., Монасевич Л.А., Паскаль Ю.И.* // ФММ. 1986. Т. 61. В. 4. С. 769–773.
- [5] *Ерофеев В.Я., Монасевич Л.А., Павская В.А., Паскаль Ю.И.* // ФММ. 1982. Т. 53. В. 5. С. 963–965.
- [6] *Лотков А.И., Гришков В.Н.* // Изв. вузов. Физика. 1985. В. 5. С. 68–87.
- [7] *Плотников В.А.* // Письма в ЖТФ. Т. 24. В. 1. С. 31–38.