

05.4

## Деформация памяти формы и микрорельеф поверхности монокристаллов сплавов Ni–Fe–Ga–Co и Cu–Al–Ni

© Ю.Г. Носов<sup>1</sup>, А.В. Солдатов<sup>1</sup>, В.М. Крымов<sup>1</sup>, С.А. Пульнев<sup>1</sup>, В.И. Николаев<sup>1,2</sup><sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия<sup>2</sup> Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Yu.nosov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 7 декабря 2018 г.

В окончательной редакции 7 декабря 2018 г.

Принято к публикации 10 декабря 2018 г.

Представлены результаты экспериментальных исследований возврата монокристаллов Ni–Fe–Ga–Co и Cu–Al–Ni к исходной форме на макро- и микроуровнях после их деформирования сжатием и последующего восстановительного нагрева. Установлено, что геометрические размеры образца воспроизводятся с высокой точностью (до  $20\ \mu\text{m}$ ). Показано, что микрорельеф, появляющийся на исходно полированной поверхности при сжатии кристалла (среднее арифметическое отклонение профиля  $R_a \approx 0.25\text{--}0.75\ \mu\text{m}$  и средний шаг локальных выступов профиля  $S \approx 0.027\text{--}0.11\ \text{mm}$ ), не снимается последующим нагревом и остается при дальнейшем многократном повторении циклов деформация-восстановление.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.05.47393.17629

Сплавы с эффектом памяти формы (ЭПФ) широко используются в современной технике и медицине [1–4]. Функциональные свойства данных материалов определяются мартенситными превращениями, которые могут быть инициированы как при тепловом воздействии, так и при действии внешних полей, например магнитного поля. Интерес вызывает не только макроскопическая деформация памяти формы объемных образцов, но и деформации на микро- и наноуровнях, что связано с развитием в последнее время в том числе и миниатюрных устройств, работа которых основана на эффекте памяти формы.

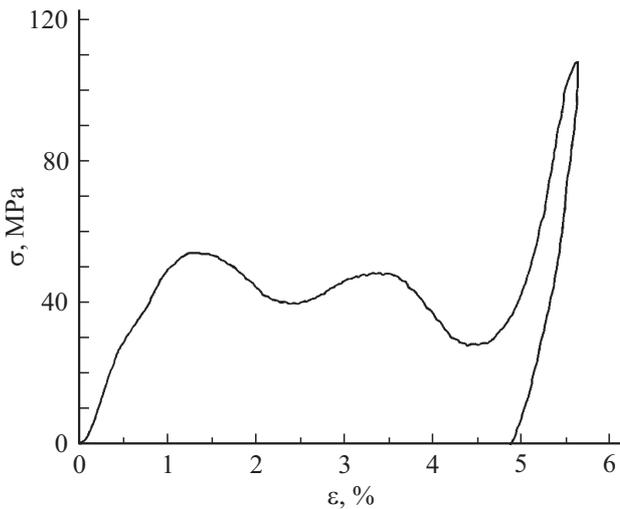
Настоящая работа затрагивает вопрос точности возврата кристалла к исходной форме на макро- и микроуровнях после его деформирования сжатием и последующего восстановительного нагрева. В качестве объекта исследования нами были выбраны монокристаллы сплавов двух типов: Ni–Fe–Ga–Co, характеризующийся термоупругим превращением и магнитным эффектом памяти формы [5], и Cu–Al–Ni только с термоупругим превращением [6]. Использование именно монокристаллических образцов из всего многообразия материалов с эффектом памяти формы обусловлено тем, что в силу их анизотропии возможен выбор определенных кристаллографических ориентаций, в которых можно достичь полной обратимости макроскопической деформации, в отличие от поликристаллических образцов, где отмечается и пластическая деформация.

В наших экспериментах по одноосному нагружению и последующему восстановлению деформации памяти формы при обратном мартенситном превращении мы убедились, что при многократно повторяющихся циклах точность возврата к исходной форме у монокристаллов составляет одно деление винтового микрометра,

т.е.  $\pm 10\ \mu\text{m}$ . Возник вопрос о физических пределах движения масс, связанного с мартенситными превращениями. В настоящей работе мы сконцентрировались на особенностях рельефа поверхности кристаллов, где, как нам кажется, можно подойти к решению поставленной задачи. Прежде всего формирующийся рельеф поверхности позволяет наблюдать перестроения мартенситной структуры, которая в конечном счете и определяет общую деформацию памяти формы.

Монокристаллы обоих сплавов выращивались способом Степанова в виде цилиндрических стержней до  $10\ \text{mm}$  в диаметре. После роста кристаллы подвергались высокотемпературному отжигу с последующей закалкой в воду. Для исследования боковой поверхности из стержня вырезались на электроискровом станке прямоугольные образцы размером примерно  $9 \times 5 \times 3.5\ \text{mm}$ , что наилучшим образом подходит для их испытания одноосным сжатием. Перед деформированием боковые поверхности кристалла были отполированы алмазной шкуркой и пастой зернистостью до  $1\ \mu\text{m}$ . Сжатие образцов проводилось при комнатной температуре на испытательной машине Instron 1342 со скоростью нагружения  $10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ . Измерение высот профиля рельефа (шероховатости) боковой поверхности проводилось с помощью профилометра RT-200. Для исследования изменения размеров кристалла при прямом и обратном мартенситных превращениях и появляющегося на его поверхности тонкого рельефа проведены следующие эксперименты.

Монокристалл  $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$  подвергался одноосному сжатию вдоль кристаллографического направления [110]. На рис. 1 представлена диаграмма сжатия кристалла до полной деформации памяти формы, которая составляла  $\sim 5\%$ .



**Рис. 1.** Диаграмма сжатия монокристалла  $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$  в направлении  $[110]$ .

Микроскопические наблюдения показали, что после деформации на боковых поверхностях кристалла (исходно полированных) обнаруживается характерный мартенситный рельеф (рис. 2, *a*).

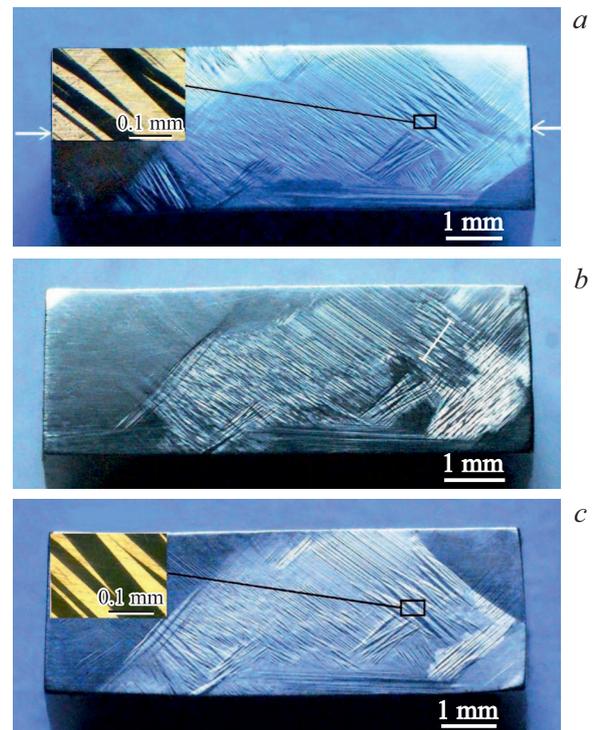
Сжатие образцов приводит к сдвигу температур мартенситных превращений исходных кристаллов в область более высоких температур, и при полной деформации памяти формы смещение составляет около 60 К. При нагревании до температуры обратного мартенситного превращения  $A_f \sim 383$  К наблюдалось почти мгновенное высокоскоростное восстановление деформации памяти формы. В случае размещения кристалла на жесткой опоре превращение сопровождалось прыжком образца с начальной скоростью более 20 м/с, как это описано в работах [7,8]. Измерение геометрических размеров кристалла после прыжка показало, что размеры восстанавливаются до исходных, причем с высокой точностью (не хуже  $\sim 20 \mu\text{m}$ ). При этом тонкий поверхностный рельеф боковых граней не исчезал и грани к первоначальному полированному виду не возвращались, как видно из рис. 2, *b*, где представлена фотография рельефа одной из боковых граней после восстановления. Этот рельеф очень близок к рельефу, образовавшемуся на данной грани после сжатия образца (рис. 2, *a*), однако более детальное рассмотрение позволяет выявить большую фрагментированность рельефа.

Если поверхностный рельеф, образовавшийся при механическом сжатии кристалла, сполировывался и такой образец нагревался до восстановления деформации памяти формы, то на полированной поверхности опять появлялся тонкий рельеф (рис. 2, *c*), близкий к рельефу, наблюдавшемуся после деформирования (рис. 2, *a*). Сравнение этих структурных фотографий хотя и показывает их близость, но демонстрирует и различие. Заметим, что при фотосъемках соблюдалась строгая одинаковость освещения объекта. На вставках к рис. 2, *a* и *c* приведены

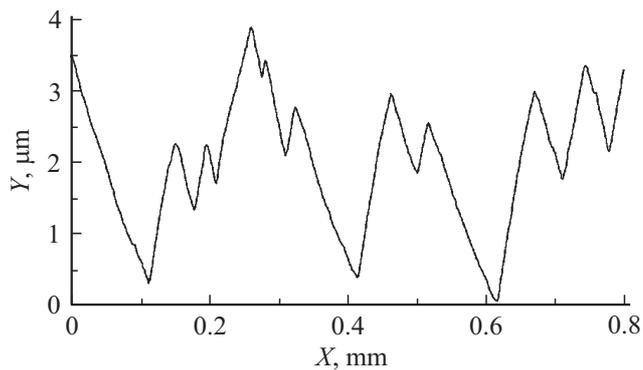
фотографии микрорельефа, сделанные при большем увеличении одного и того же участка поверхности. Видно, что в обоих случаях картины идентичны по очертаниям рисунка, но выглядят как позитив и негатив. Это может быть объяснено тем, что выступы на рельефе поверхности, возникшему при сжатии образцов, инициирующем деформационный мартенсит, соответствует впадина на рельефе при обратном мартенситном превращении.

На рис. 3 в качестве примера представлены результаты измерения высот профиля рельефа поверхности кристалла  $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ , показанной на рис. 2, *b*. Видно, что на поверхности присутствуют участки рельефа, различные как по высоте выступов, так и по частоте их повторяемости. Для шести различных участков с базовой длиной 0.8–1.6 мм измерены среднее арифметическое отклонение профиля  $R_a$ , наибольшая высота профиля  $R_{\text{max}}$  и средний шаг локальных выступов профиля  $S$ .

Выступы на поверхности в нашем случае имеют правильную симметричную форму. Можно предположить, что природа их связана с гранями мартенситных кристаллов. Для всех шести участков результаты измерений находятся в следующих пределах:  $R_a \approx 0.25\text{--}0.75 \mu\text{m}$ ,  $R_{\text{max}} \approx 1.7\text{--}3.9 \mu\text{m}$  и  $S \approx 0.027\text{--}0.11 \text{mm}$ . Аналогич-



**Рис. 2.** Поверхностный рельеф на исходно полированной грани кристалла, появившийся в результате механического сжатия образца (*a*), восстановления деформации нагревом (*b*), восстановления деформации нагревом, которому предшествовала полировка рельефа, индуцированного сжатием (т.е. рельеф, показанный на части *a*, был сполирован) (*c*). На вставках на частях *a* и *c* представлен рельеф одного и того же участка поверхности при большем увеличении. Стрелками указано направление сжатия.



**Рис. 3.** Профиль высот шероховатостей, полученный на базовой длине 0,8 mm. Путь движения иглы профилометра показан на рис. 2, b.

ный результат был получен на монокристаллах сплава Cu–13,0 wt.% Al–4 wt.% Ni.

Мартенситный рельеф в монокристаллах с ЭПФ, описываемый выше, наблюдался ранее в сталях при их закалке. В работе [9] стальная пластинка Fe–Ni–C с исходной аустенитной структурой охлаждалась (путем закалки), и при таком прямом мартенситном превращении на ней появлялся характерный поверхностный рельеф, так же как в наших опытах на сплавах с ЭПФ. Если этот рельеф споллировать, то при обратном мартенситном превращении образца (путем быстрого нагрева) вновь появился рельеф, подобный первоначальному. С одним отличием — на местах выпуклостей первого рельефа у второго имелись впадины, и наоборот. Основная причина появления поверхностного рельефа при мартенситном превращении состоит в том, что удельный объем мартенсита больше удельного объема аустенита. Как мы убедились, подобные эффекты при термоциклировании в полной степени проявляются и в наших монокристаллах.

В опытах, проведенных нами на монокристаллах с ЭПФ, появление аналогичного мартенситного рельефа вызывается деформацией образца — сжатием. Заметим, что введенный деформацией мартенсит приводит к появлению поверхностного рельефа, который при последующих циклах обратимой деформации памяти формы не исчезает и проявляется в первом же цикле, даже если исходный рельеф был убран полировкой.

Наблюдаемый нами эффект обратимости картины поверхностного рельефа при прямом и обратном мартенситных превращениях свидетельствует о том, что при изучаемых фазовых превращениях движение мартенситных границ (двойников) в кристаллической решетке может происходить по одним и тем же путям.

Таким образом, показано, что при мартенситных превращениях в монокристаллах сплавов с ЭПФ наблюдаются прямой и обратный поверхностные рельефы. Для данных кристаллов после деформации сжатием и ее восстановления нагревом геометрические размеры об-

разца воспроизводятся с высокой точностью (до 20  $\mu\text{m}$ ). Микрорельеф, появляющийся на исходно полированной поверхности при сжатии кристалла ( $R_a \approx 0.25\text{--}0.75 \mu\text{m}$  и  $S \approx 0.027\text{--}0.11 \text{ mm}$ ), не снимается последующим нагревом и остается при дальнейшем многократном повторении циклов деформация-восстановление, т.е. на таком уровне микрорельефа нет абсолютной воспроизводимости формы образца при мартенситных превращениях.

Авторы выражают благодарность Ю.А. Фадину за помощь в измерениях шероховатостей поверхности.

Работа выполнена в рамках госзадания № 3.1421.2017/4.6.

## Список литературы

- [1] Shape memory materials / Eds K. Otsuka, C.M. Wayman. Cambridge: Cambridge University Press, 1998. 284 p.
- [2] Barbarino S., Saavedra Flores E.I., Ajaj R.M., Dayyani I., Friswell M.I. // Smart Mater. Struct. 2014. V. 23. P. 063001 (1–19).
- [3] Mohd Jani J., Leary M., Subic A., Gibson M.A. // Mater. Design. 2014. V. 56. P. 1078–1113.
- [4] Patil D., Song G. // Smart Mater. Struct. 2017. V. 26. P. 093002 (1–17).
- [5] Morito H., Fujita A., Oikawa K., Ishida K., Fukamichi K., Kainuma R. // Appl. Phys. Lett. 2007. V. 90. P. 062505.
- [6] Николаев В.И., Якушев П.Н., Малыгин Г.А., Аверкин А.И., Чикиряка А.В., Пульнев С.А. // Письма в ЖТФ. 2014. Т. 40. В. 3. С. 57–63.
- [7] Николаев В.И., Якушев П.Н., Малыгин Г.А., Пульнев С.А. // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. В. 19. С. 83–90.
- [8] Николаев В.И., Якушев П.Н., Малыгин Г.А., Аверкин А.И., Пульнев С.А., Зограф Г.П., Кустов С.Б., Чумляков Ю.И. // Письма в ЖТФ. 2016. Т. 42. В. 8. С. 18–27.
- [9] Головчинер Я.М. О некоторых особенностях обратного мартенситного превращения // Сб. трудов. Проблемы металловедения и физики металлов. М: Металлургиздат, 1962. В. 7. С. 281–306.