

05

ЭФФЕКТЫ ПАМЯТИ ФОРМЫ, ТЕПЛОВОЕ РАСШИРЕНИЕ И ТЕКСТУРА МАРТЕНСИТА $B19'$ В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА

© В.И.Зельдович, Г.А.Собянина, О.С.Ринкевич, В.М.Гундырев

Институт физики металлов РАН,
620219 Екатеринбург, Россия
(Поступило в Редакцию 8 февраля 1996 г.)

Изучается влияние пластической деформации растяжением и прокаткой на эффект памяти формы (ЭПФ), эффект обратимой памяти формы (ЭОПФ), тепловое расширение и текстурное состояние мартенсита в никелиде титана.

Материалом для исследования служили пластины сплава $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$ промышленной выплавки. Пластины были получены горячей прокаткой при температуре, не превышающей $1000^\circ C$, затем подвергались отжигу, прокатке при $500^\circ C$ и травлению. Из пластин вырезали образцы для растяжения размерами $125 \times 10 \times 2.2$ мм и для прокатки размерами $50 \times 10 \times 2.2$ мм. Перед деформацией образцы были подвергнуты закалке от $800^\circ C$ в воде. После закалки образцы имели однокомпонентную текстуру $B2$ -фазы $\{110\}\langle 110 \rangle$.

Деформацию растяжением проводили при комнатной температуре (в состоянии $B2 + B19'$) со скоростью $1.2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Степень остаточной (после разгрузки образцов) пластической деформации изменялась от 0.7 до 16%. При деформации со степенью более 16% образец разорвался. Деформацию прокаткой проводили при комнатной температуре за несколько проходов. Направления прокатки и растяжения образцов совпадали с направлением предшествующей деформации.

Из рабочей части деформированных образцов были вырезаны вдоль направления растяжения или прокатки образцы для дилатометрических исследований. Дилатометрические исследования (определение температур и последовательности мартенситных превращений, измерение дилатометрических эффектов превращений и определение коэффициентов термического расширения) выполняли на дифференциальном дилатометре Шевенара, оснащенный печью и криостатом. Детали методики измерений описаны в [1]. При дилатометрических исследованиях образцы вначале охлаждали до $-196^\circ C$ для завершения мартенситного превращения, затем нагревали до $250^\circ C$. В таких

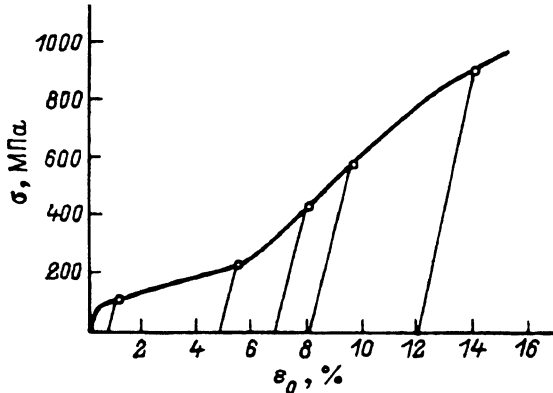


Рис. 1. Диаграмма растяжения исследуемого сплава.

опытах получали данные по ЭПФ. Проведение последующих циклов мартенситных превращений при охлаждении и нагреве в дилатометре (до 20 циклов) давало данные по ЭОПФ.

Абсолютные значения термических коэффициентов линейного расширения (КТР) при температурах $-100 \dots -196^\circ \text{C}$ измерены с достаточно большой погрешностью $1 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ из-за приближенного значения КТР эталона (пираса), полученного экстраполяцией на низкие температуры. Относительное изменение КТР для разных состояний измерено на порядок точнее — $0.05 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.

Перед деформацией образцы содержали $B2$ -фазу и небольшое количество мартенсита $B19'$. На рис. 1 приведена диаграмма растяжения, на которой отмечены предельные деформации для образцов, подвергавшихся дилатометрическому исследованию.

Диаграмма состоит из трех участков. Первый участок диаграммы с деформацией до 0.2% является упругим. Второй с деформацией до $\sim 5\%$ соответствует преимущественному превращению $B2 \rightarrow B19'$. На третьем участке вплоть до разрушения происходит деформация $B19'$ -мартенситной структуры. Для дальнейшего исследования были использованы образцы, деформация которых соответствовала концу второго участка (4.7%), началу, середине и концу третьего (6.7, 12 и 16%).

На рис. 2 приведены типичные дилатометрические кривые мартенситных превращений при первом (а) и втором (б) нагреве образцов, деформированных растяжением и прокаткой. Цифры на кривых указывают последовательность проведения опытов: охлаждение (0-1), нагрев (1-2) и т.д. Дилатометрические эффекты превращения после первого нагрева (рис. 2, а) соответствуют величине восстанавливаемой (обратимой) деформации, т.е. характеризуют ЭПФ. Абсолютное значение восстанавливаемой деформации $(\Delta l/l_0)_1$ увеличивается с повышением степени деформации растяжением до 12% и затем уменьшается (рис. 3, а). Максимальная величина $(\Delta l/l_0)_1$ составляет 4.3%. При увеличении степени деформации ЭПФ при последующем нагреве будет возрастать до тех пор, пока не исчерпаны все ресурсы обратимой деформации: полное $B2 \rightarrow B19'$ превращение и обратимое перемеще-

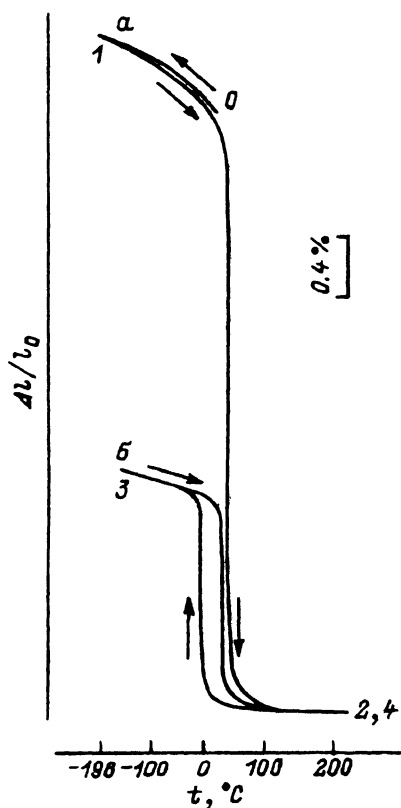


Рис. 2. Дилатометрические кривые мартенситных превращений после деформации растяжением на 12% (дифференциальная регистрация).

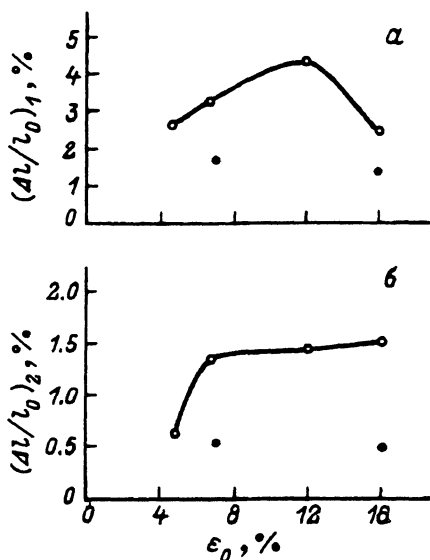


Рис. 3. Зависимость величины деформации при ЭПФ (а) и ЭОПФ (б) от степени деформации растяжением (o) и прокаткой (•).

ние двойниковых границ мартенсита. Однако параллельно развиваются необратимые деформационные процессы, нарушающие термоупругое поведение при последующем нагреве. При степени деформации более 12% их влияние становится преобладающим. Степень восстановления формы непрерывно уменьшается с увеличением степени деформации. Это означает, что необратимые деформационные процессы присутствуют уже на втором участке кривой растяжения. После деформации прокаткой величина $(\Delta l/l_0)_1$ и степень восстановления формы в два раза меньше, чем после деформации растяжением на ту же степень. При деформации прокаткой характер напряженного состояния существенно отличается от деформации растяжением: главными напряжениями являются сжимающие, действующие перпендикулярно плоскости прокатки. Это отличие приводит к разнице процессов формирования структуры и текстуры $B19'$ -фазы как на стадии отбора ориентировок при мартенситном превращении $B2 \rightarrow B19'$, так и на стадии деформации мартенситной структуры. Очевидно, что деформация растяжением приводит к таким изменениям структуры и текстуры, которые более благоприятны, чем прокатка, для реализации ЭПФ и ЭОПФ

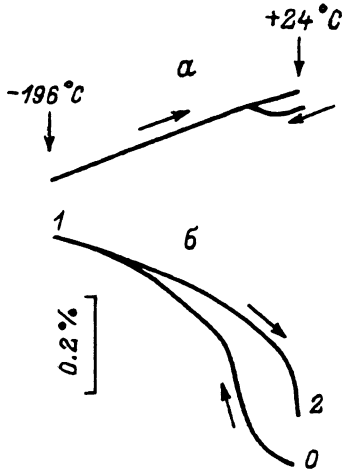


Рис. 4. Дилатометрические кривые мартенситных превращений после закалки (а) и после деформации растяжением на 6.7% (б) (нормальная регистрация).

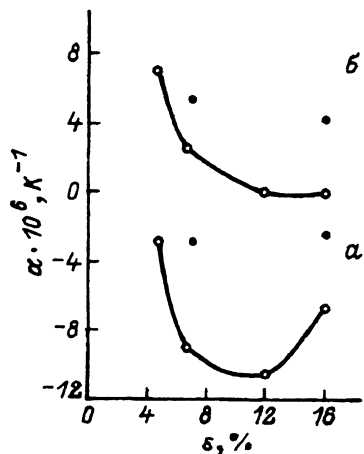


Рис. 5. Зависимость КТР $B19'$ -фазы от степени деформации растяжением (о) и прокаткой (•).

а — первый, б — второй цикл превращений.

при последующих измерениях по схеме сжатие–растяжение. Дилатометрические эффекты последующих (после первого нагрева) мартенситных превращений (рис. 2, б) характеризуют ЭОПФ; величина эффектов $(\Delta l/l_0)_2$ соответствует накопленной (полностью обратимой) деформации. Деформация $(\Delta l/l_0)_2$ увеличивается с возрастанием степени деформации растяжением (рис. 3, б), наибольшее значение $(\Delta l/l_0)_2$ составляет 1.6%. После деформации прокаткой $(\Delta l/l_0)_2$ в 2.6–3.1 раза меньше, чем после растяжения на ту же степень. Увеличение степени деформации прокаткой от 7 до 16% не увеличивает значение $(\Delta l/l_0)_2$. По результатам проведения 20 циклов охлаждения–нагрев величина $(\Delta l/l_0)_2$ остается практически неизменной.

Зависимость $(\Delta l/l_0)_2$ от степени деформации ϵ_0 (рис. 3, б) показывает, что ЭОПФ формируется в основном при деформации до 6.7%, соответствующей началу третьего участка диаграммы растяжения. Этот факт позволяет предположить, что ЭОПФ (накопление деформации при мартенситном превращении $B2 \rightarrow B19'$) определяется не текстурой $B2$ -фазы, а созданием определенных мест зарождения мартенсита с благоприятной ориентацией.

Сравнивая ЭОПФ после деформации растяжением и прокаткой при одинаковой степени деформации, приходим к выводу, что вид деформации играет определяющую роль в формировании ЭОПФ. Наибольшая величина обратимой деформации реализуется в том случае, когда предварительная (обучающая) деформация осуществляется по той же схеме, что обратимая.

Дилатометрические исследования показали, что в интервале температур $-100 \dots -196^\circ\text{C}$ (т.е. заведомо ниже конца мартенситного превращения $B2 \rightarrow B19'$ и начала обратного перехода $B19' \rightarrow B2$ для всех обработок) коэффициенты термического расширения $B19'$ -фазы существенно различаются. Для наглядной иллюстрации этого раз-

личия на рис. 4 приведены дилатометрические кривые мартенситных превращений при нормальной регистрации, когда по оси ординат фиксируется удлинение образца (при дифференциальной регистрации фиксируется разность удлинений образца и эталона). Из кривых видно, что после закалки КТР имеет положительное значение, однако после растяжения КТР $B19'$ -фазы отрицательный. Был проведен цикл нагрев-охлаждение-нагрев в интервале температур $-100 \dots -196^\circ \text{C}$, который подтвердил обратимый ход дилатометрической кривой.

Рассмотрим, как изменяются термические коэффициенты линейного расширения никелида титана в $B19'$ -состоянии в зависимости от степени пластической деформации. Значения КТР вычисляли в интервале температур $-100 \dots -196^\circ \text{C}$ по дилатометрическим кривым нагрева на участках 1-2 и участках 3-4 (рис. 2).

В недеформированном состоянии значение КТР $\alpha = 9.7 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. После деформации растяжением наблюдается резкое уменьшение КТР (рис. 5), его значения становятся отрицательными. Минимальное значение КТР ($-10.8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$) достигается при степени деформации 12%. Такой результат можно объяснить следующим образом. Образовавшийся при деформации $B19'$ -мартенсит является текстурированным: из всех кристаллографически эквивалентных реализуются те ориентировки мартенсита, которые вносят максимальный вклад в деформацию. При выполнении ориентационного соотношения $B2$ - и $B19'$ -фаз, приведенного в [2], максимальный вклад в деформацию (около 8%) дает ориентировка, у которой ось $[001]_{B19'}$ с периодом 4.622 \AA выстраивается в направлении $[011]_{B2}$.

Учитывая благоприятную для реализации этого варианта ориентационного соотношения текстуру $B2$ -фазы ($\{110\}\{110\}$), можно предположить, что деформация растяжением создает в образцах весьма острую текстуру фазового превращения с осью текстуры, параллельной направлению растяжения.

Таким образом, из сопоставления ожидаемой текстуры $B19'$ -фазы и измерений КТР вытекают два обстоятельства. Во-первых, КТР моноклинной $B19'$ -решетки в различных кристаллографических направлениях различается, в частности в направлении $[001]_{B19'}$ КТР принимает отрицательное значение, в то время как термический коэффициент объемного расширения является положительным. Никелид титана не является единственным случаем такого поведения теплового расширения. Известно небольшое число кристаллов, имеющих отрицательные значения отдельных коэффициентов теплового расширения [3]. Если считать, что КТР в направлении $[001]_{B19'}$ $\alpha_3 = -10.8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$, то полусумма двух других главных коэффициентов теплового расширения $(\alpha_1 + \alpha_2)/2 = 19.8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Во-вторых, значение КТР может указывать на степень совершенства текстуры $[001]_{B19'}$.

Как видно из сопоставления рис. 3, а и 5, а, изменение КТР $B19'$ -фазы на первом цикле коррелирует с изменением ЭПФ $(\Delta l/l_0)_1$. В зависимости от степени деформации растяжением КТР изменяется по кривой с минимумом, приходящимся на $\varepsilon = 12\%$, что соответствует максимальному значению $(\Delta l/l_0)_1$. По-видимому, соответствие $(\Delta l/l_0)_1$ и КТР обусловлено общей причиной: степенью совершенства текстуры мартенсита, образовавшегося при деформации. При увеличении

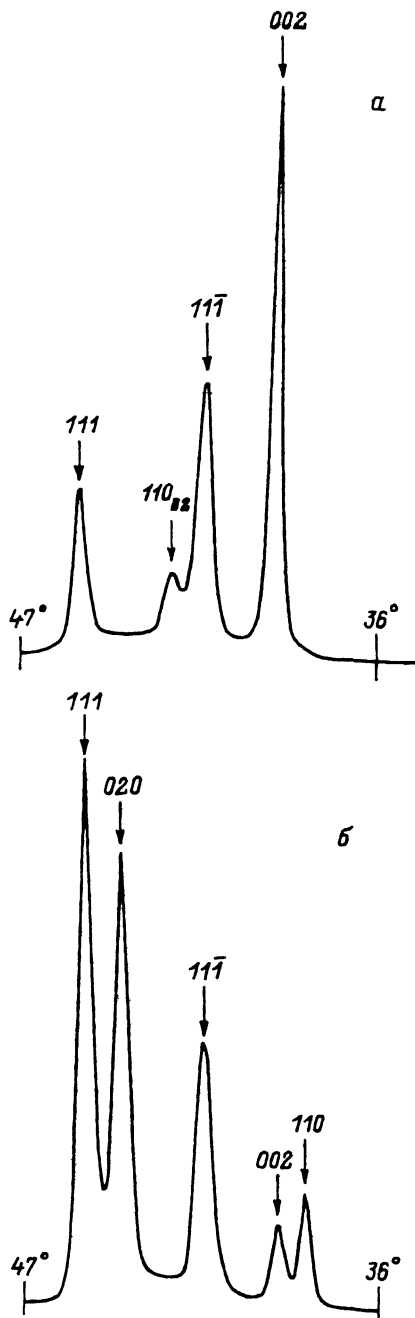


Рис. 6. Фрагменты дифрактограмм, снятых с поверхностей, перпендикулярных НП (а) и НН (б), после растяжения на 10%.

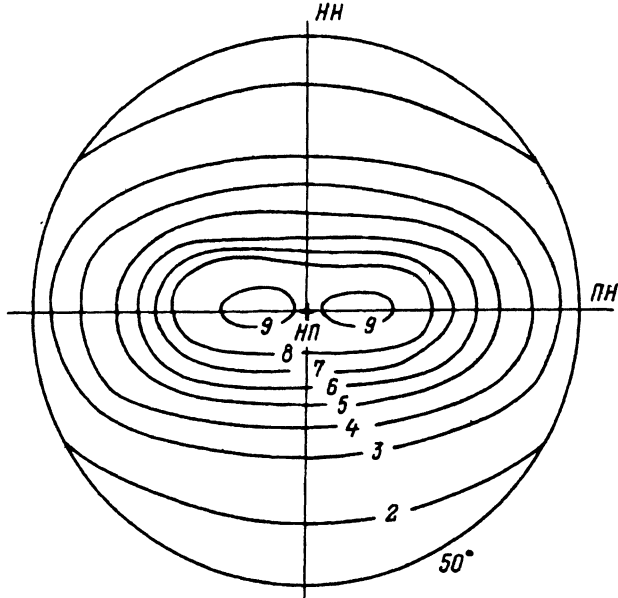


Рис. 7. Центральная часть полюсной фигуры (002) B_{19}' -мартенсита после растяжения на 10% (ПН — поперечное направление; цифры — значения относительной интенсивности).

степени деформации до 12% текстура фазового превращения совершенствуется, а затем “разрушается” за счет пластической деформации мартенсита.

Аналогичная корреляция наблюдается между КТР B_{19}' -фазы на втором цикле и значениями ЭОПФ $(\Delta l/l_0)_2$ (рис. 3, б и 5, б). В этом случае степень совершенства текстуры B_{19}' -фазы возрастает с увеличением степени деформации вплоть до 16%, что определяет непрерывное увеличение $(\Delta l/l_0)_2$ и уменьшение КТР.

Очевидно, что текстура B_{19}' -мартенсита на втором цикле менее совершенна, чем на первом. Это обстоятельство обуславливает тот факт, что все значения $(\Delta l/l_0)_2$ меньше, чем $(\Delta l/l_0)_1$, и все значения КТР B_{19}' -фазы на втором цикле больше, чем на первом.

При сравнении КТР B_{19}' -фазы после прокатки и растяжения с одинаковой степенью деформации видно, что степень совершенства текстуры после прокатки меньше и соответственно меньше ЭПФ и ЭОПФ.

Для проверки наличия текстуры мартенсита были выполнены рентгеновские исследования образцов, обработанных по различным режимам. Были сняты дифрактограммы с поверхности образца, нормальной направлению растяжения (совпадающему с направлением прокатки пластин (НП)), и с поверхности, параллельной плоскости прокатки (т.е. нормальной НН).

В недеформированном состоянии соотношение интенсивностей линий (002) и (020) B_{19}' -мартенсита было почти одинаковым при съемках как в направлениях НН, так и НП, что характерно для слаботекстурованного материала. Участки дифрактограмм деформированного

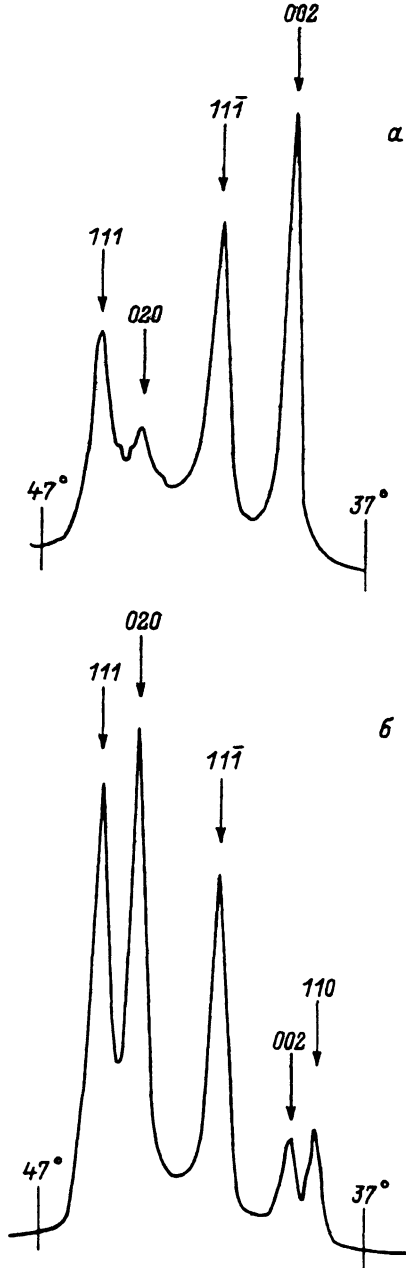


Рис. 8. Фрагменты дифрактограмм, снятых с поверхностями, перпендикулярных НП (а) и НН (б), после растяжения на 10% и $B19' \rightarrow B2 \rightarrow B19'$ -превращений.

образца представлены на рис. 6. Видно, что при съемке в направлении НП линия (002) $B19'$ -мартенсита имеет высокую интенсивность, а линия (020) отсутствует. При съемке в направлении НН, напротив, интенсивность линии (020) намного больше, чем (002). Следова-

вательно, плоскости (002) располагаются преимущественно перпендикулярно направлению растяжения. Более тонкие детали ориентировки кристаллитов видны на полюсной фигуре, приведенной на рис. 7. Если, пренебрегая моноклинным искажением решетки, считать, что направление [001] $B19'$ -фазы перпендикулярно плоскости (002), а также пренебречь раздвоением текстурного максимума, наблюдаемого на полюсной фигуре, то приходим к выводу, что вдоль направления прокатки (растяжения) наблюдается текстура мартенсита с осью [001]. При последующей термической обработке, сопровождающейся $B19' \rightarrow B2 \rightarrow B19'$ -превращениями, как это и было предсказано, текстура ослабевает, что видно из соотношения линий (002) и (020) на рис. 8.

Таким образом, установлена взаимосвязь КТР и величины деформации при ЭПФ и ЭОПФ; взаимосвязь обусловлена общей причиной — степенью совершенства текстуры [001] $_{B19'}$ -мартенсита. Обнаружена значительная анизотропия теплового расширения $B19'$ -мартенсита: вдоль направления [001] $_{B19'}$ КТР принимает отрицательное значение.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 95-02-03666).

Список литературы

- [1] Зельдович В.И., Пушкин В.Г., Фролова Н.Ю. и др. // ФММ. 1990. № 8. С. 90–96.
- [2] Хачин В.Н., Пушкин В.Г., Кондратьев В.В. Никелид титана. Структура и свойства. М.: Наука, 1992. 160 с.
- [3] Най Дж. Физические свойства кристаллов. М.: ИЛ, 1960. 385 с.