

05

Особенности высокотемпературной сверхэластичности в монокристаллах Ni–Fe–Ga при деформации сжатием

© Е.Е. Тимофеева¹, Е.Ю. Панченко¹, Ю.И. Чумляков¹,
H.J. Maier², G. Gerstein²

¹ Томский государственный университет, Томск, Россия

² Institut für Werkstoffkunde (Materials Science), Leibniz Universität Hannover, 30823 Garbsen, Germany

E-mail: timofeeva_katie@mail.ru

Поступило в Редакцию 8 ноября 2016 г.

Представлены результаты исследования высокотемпературной сверхэластичности, температурной зависимости предела текучести 14M- и L1₀-мартенсита в [001]-монокристаллах Ni₅₄Fe₁₉Ga₂₇ при сжатии. С ростом температуры происходит изменение последовательности мартенситных превращений под нагрузкой с L₂₁–14M на L₂₁–L1₀. Предел текучести L1₀-мартенсита слабо зависит от температуры и в 1.7 раза ниже, чем предел текучести 14M-мартенсита. Интервал развития сверхэластичности в [001]-монокристаллах Ni₅₄Fe₁₉Ga₂₇ при сжатии определяется ростом критических напряжений с температурой, величиной коэффициента деформационного упрочнения и величиной предела текучести L1₀-мартенсита.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.06.44408.16558

Интерметаллические сплавы с термоупругими L₂₁–(10M/14M)–L1₀ мартенситными превращениями (МП) на основе Ni–Fe–Ga могут найти применение в качестве высокотемпературных приводов и датчиков [1]. Это обуславливает интерес к исследованию МП при высоких температурах. Высокотемпературные эффекты памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ) наблюдаются выше 373 К, и их проявление в значительной степени определяется прочностными свойствами аустенита [2]. При растяжении [001]-монокристаллов Ni–Fe–Ga СЭ наблюдается в интервале от 283 до 700 К с величиной обратимой деформации до 8% [3,4]. При этом СЭ развивается во всем интервале МП под нагрузкой практически до температуры $M_d = 750$ К, при

которой достигаются напряжения пластического течения аустенита [3]. При изменении способа деформации от растяжения к сжатию на [001]-монокристаллах Ni–Fe–Ga обнаружена сильная асимметрия интервала развития СЭ, уровня критических напряжений образования мартенсита и предела текучести аустенита [4]. Интервал развития СЭ не превышает 180 К (от 283 до 463 К), и напряжения образования мартенсита при $T > 373$ К в 2 раза выше при сжатии, чем при растяжении [5]. Физическая причина, по которой интервал СЭ при сжатии заканчивается при более низких температурах, чем при растяжении, до сих пор не выяснена. Температурная зависимость предела текучести $L2_1$ аустенита при деформации сжатием исследована слабо. Для разработки критерия, определяющего температурный интервал развития СЭ в кристаллах Ni–Fe–Ga при высоком уровне сжимающих напряжений и высоких температурах испытания, необходимо исследование не только температурной зависимости прочностных свойств высокотемпературной фазы при $T > M_d$, но и предела текучести мартенситной фазы в температурном интервале от A_f (температура конца обратного МП) до M_d .

Обычный подход к объяснению температурного интервала СЭ основан на сопоставлении напряжений начала МП под нагрузкой σ_{cr} с пределом текучести аустенита $\sigma_{0.1}^A$ [2,6]. При $\sigma_{cr} \approx \sigma_{0.1}^A$ обычно СЭ заканчивается. Такой подход предполагает, что прочностные свойства мартенсита, образующегося под нагрузкой, оказываются высокими и в мартенсите напряжений не происходит процессов дислокационного пластического течения. Если предел текучести мартенсита $\sigma_{0.1}^M$ будет близок к напряжениям начала МП под нагрузкой σ_{cr} , то обратный переход будет затруднен из-за закрепления образующихся мартенситных кристаллов дислокациями. Однако температурная зависимость напряжений пластического течения мартенситной фазы при межмартенситных превращениях в монокристаллах Ni–Fe–Ga при деформации сжатием до сих пор не исследована. Поэтому целью работы было исследование высокотемпературной СЭ, температурных зависимостей предела текучести мартенсита и уровня критических напряжений образования мартенсита в [001]-монокристаллах Ni₅₄Fe₁₉Ga₂₇ при деформации сжатием.

Монокристаллы Ni₅₄Fe₁₉Ga₂₇ выращены методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Исследовали монокристаллы в однофазном состоянии без дополнительных термообработок. Высокотемпературная фаза имеет структуру $L2_1$, что показано в работах [2–4]. Образцы для

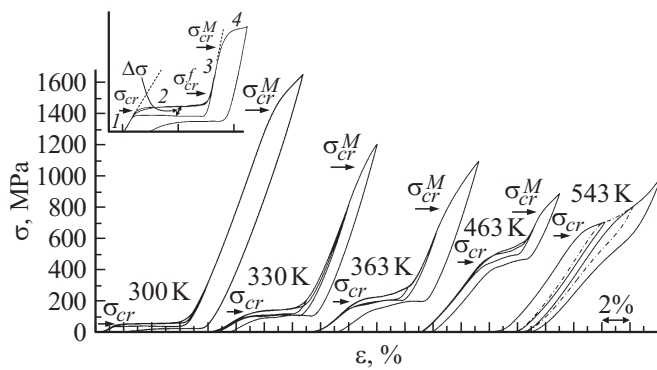


Рис. 1. Кривые $\sigma(\varepsilon)$ в температурном интервале развития СЭ и схема петли СЭ для [001]-монокристаллов Ni–Fe–Ga при деформации сжатием.

испытаний имели форму прямоугольных параллелепипедов с размерами $3 \times 3 \times 6$ mm. Нагрузка в ходе испытаний была сжимающей. Кривые „напряжение–деформация“ (в ходе исследования ЭПФ и СЭ) при нагрузке и разгрузке для постоянной температуры получены на установке Instron 5969 в температурном интервале $T = 295\text{--}623$ K и на установке, оснащенной вакуумной камерой, при температурах $T > 623$ K. Микроструктуру монокристаллов изучали с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL 2010.

Экспериментально показано, что при охлаждении/нагреве в свободном состоянии монокристаллы $\text{Ni}_{54}\text{Fe}_{19}\text{Ga}_{27}$ испытывают одностадийные $L2_1\text{--}14M$ МП [5] с температурами начала и конца прямого ($M_s = 273(\pm 2)$ K, $M_f = 269(\pm 2)$ K) и обратного ($A_s = 279(\pm 2)$ K, $A_f = 285(\pm 2)$ K) МП. С ростом температуры испытания происходит изменение кристаллической структуры мартенсита. В интервале от 283 до 330 K имеют место $L2_1\text{--}14M$ МП под нагрузкой, что доказано методом электронной микроскопии [5]. При увеличении температуры до 360 K происходит изменение последовательности МП, и при $T = 360\text{--}463$ K наблюдаются $L2_1\text{--}L1_0$ МП под нагрузкой.

На рис. 1 представлены кривые напряжение–деформация $\sigma(\varepsilon)$, полученные при нагрузке/разгрузке в изотермических условиях, по которым определены критические напряжения σ_{cr} образования мартенсита под нагрузкой (рис. 2). Увеличение критических напряжений σ_{cr} с

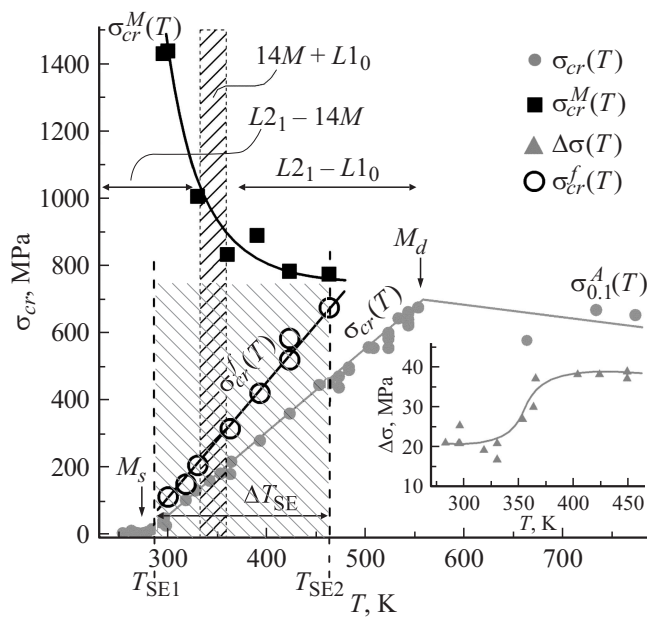


Рис. 2. Температурные зависимости критических напряжений начала σ_{cr} и конца σ_{cr}^f прямого МП, предела текучести мартенсита σ_{cr}^M , предела текучести аустенита $\sigma_{0.1}^A$ и механического гистерезиса $\Delta\sigma$ для [001]-монокристаллов $Ni_{54}Fe_{19}Ga_{27}$ при деформации сжатием.

ростом температуры происходит линейно в соответствии с уравнением Клапейрона–Клаузиуса [2]:

$$\frac{d\sigma_{cr}}{dT} = -\frac{\Delta S}{\varepsilon_{tr}} = -\frac{\Delta H}{\varepsilon_{tr}T_0}, \tag{1}$$

где ΔS — изменение энтропии, ΔH — изменение энтальпии при превращении на единицу объема, ε_{tr} — деформация превращения, T_0 — температура химического равновесия фаз.

В работах ранее [2] показано, что при растяжении [001]-монокристаллов Ni–Fe–Ga также происходит изменение последовательности МП с $L2_1-14M-L1_0$ на $L2_1-L1_0$, которое приводит к наличию двух стадий на зависимости $\sigma_{cr}(T)$ с высоким

$\alpha_1 = d\sigma_{cr}/dT = 1.7$ МПа/К и низким $\alpha_2 = d\sigma_{cr}/dT = 0.5$ МПа/К, характеризующим рост напряжений с температурой. Согласно (1), величина $\alpha = d\sigma_{cr}/dT$ обратно пропорциональна деформации превращения ε_{tr} . Две стадии при растяжении появляются из-за того, что деформация превращения $\varepsilon_{tr} = 6.4\%$ для $L2_1-14M$ на первой стадии меньше, чем $\varepsilon_{tr} = 13.5\%$ для $L2_1-L1_0$ на второй стадии. При сжатии изменение последовательности МП под нагрузкой не оказывает влияния на коэффициент $\alpha = 2.1$ МПа/К, поскольку величина ε_{tr} одинакова для $14M$ - и $L1_0$ -структур.

Изменение последовательности при сжатии монокристаллов Ni-Fe-Ga возможно обнаружить при исследовании температурной зависимости механического гистерезиса $\Delta\sigma(T)$ (рис. 2). При образовании $14M$ -мартенсита в интервале от 283 до 330 К гистерезис слабо зависит от температуры и составляет $\Delta\sigma \approx 20(\pm 1)$ МПа. При 360–463 К переход $L2_1-L1_0$ под нагрузкой сопровождается более широким гистерезисом $\Delta\sigma \approx 40(\pm 1)$ МПа, чем $L2_1-14M$ МП, величина которого также слабо зависит от температуры. Под действием сжимающей нагрузки вдоль $[001]$ -направления раздвоивание кристаллов $14M$ - и $L1_0$ -мартенсита не наблюдается [4,7,8]. Следовательно, при развитии МП не происходит искажения и поворота плоскости габитуса относительно инвариантного положения, что обычно приводит к увеличению рассеяния энергии. Поэтому рост напряжений с температурой не оказывает влияния на двойниковую структуру мартенсита и на величину механического гистерезиса, чем и объясняется слабая зависимость $\Delta\sigma(T)$ при $T < 330$ К и $T > 360$ К. При 330–360 К увеличение гистерезиса связано с изменением структуры мартенсита на $L1_0$. Как показано в [7,9], неискаженная плоскость габитуса формируется легче между $L2_1$ - и $14M$ -структурами, нежели между $L2_1$ и $L1_0$, поскольку $14M$ -мартенсит содержит высокую плотность микродвойников и представляет собой упорядоченную модулированную структуру.

Как видно из рис. 1, на кривых $\sigma(\varepsilon)$ при нагрузке присутствуют 4 стадии, связанные с упругой деформацией аустенита (1), с развитием МП под нагрузкой (2), упругой (3) и пластической (4) деформацией мартенсита. С ростом температуры растут критические напряжения начала МП под нагрузкой σ_{cr} , увеличивается стадия 1, уменьшается величина обратимой деформации при МП на стадии 2 и снижается предел текучести мартенсита на стадии 4. Сильное уменьшение обратимой деформации от 6.2% при 273 К до 2.9% при 463 К не связано с

изменением структуры мартенсита, поскольку теоретические значения деформации превращения при образовании $L1_0$ - и $14M$ -структур одинаковы и равны 6,25% [4,7]. Уменьшение деформации можно объяснить следующим образом. Как видно из кривых $\sigma(\varepsilon)$, эффективные значения упругого модуля аустенита E_A намного меньше упругого модуля мартенсита E_M . Низкий модуль аустенита свидетельствует о том, что до начала МП под нагрузкой решетка аустенита испытывает значительные упругие искажения, и параметр решетки аустенита изменяется, приближаясь по величине к параметру мартенсита. На сплавах TiNi [10] и NiFeGaCo [11] показано, что обратимая деформация ε_{rev} может быть связана не только с превращением аустенита в мартенсит, но и с разницей эффективных модулей упругости E_A и E_M :

$$\varepsilon_{rev} = \varepsilon_{tr} + \left[\frac{1}{E_M} - \frac{1}{E_A} \right] |\sigma_{cr}|, \quad (2)$$

где σ_{cr} — критические напряжения. В [001]-кристаллах Ni–Fe–Ga при сжатии $E_A < E_M$ (рис. 1), следовательно, второе слагаемое будет отрицательным. Поскольку уровень критических напряжений σ_{cr} растет с температурой, второе слагаемое тоже будет увеличиваться, а обратимая деформация уменьшаться.

На рис. 2 представлены результаты исследования температурной зависимости предела текучести мартенсита $\sigma_{0,1}^M$, критических напряжений начала σ_{cr} и конца σ_{cr}^f прямого МП. Мартенсит с $14M$ -структурой содержит высокую плотность двойников, что препятствует развитию дислокационного скольжения, и поэтому предел текучести при образовании $14M$ -мартенсита высокий и составляет $\sigma_{0,1}^M[001] = 1430$ МПа. При изменении структуры мартенсита напряжений с $14M$ на $L1_0$ предел текучести резко уменьшается до 830 МПа при 360 К. При $T > 360$ К конечной структурой после МП является $L1_0$ -мартенсит, и значения предела текучести слабо снижаются с ростом температуры до 775(±2) МПа при 463 К. Одновременно при прямом МП величина $(\sigma_{cr} - \sigma_{cr}^f)$ растет с увеличением температуры, т.е. растет коэффициент деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ от $2 \cdot 10^2$ МПа при 295 К до $21 \cdot 10^2$ МПа при 463 К. Рост критических напряжений начала МП под нагрузкой σ_{cr} и сильное увеличение коэффициента $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ приводят к тому, что при 463 К значение напряжения конца прямого МП $\sigma_{cr}^f = 700$ МПа становится близко к значению предела

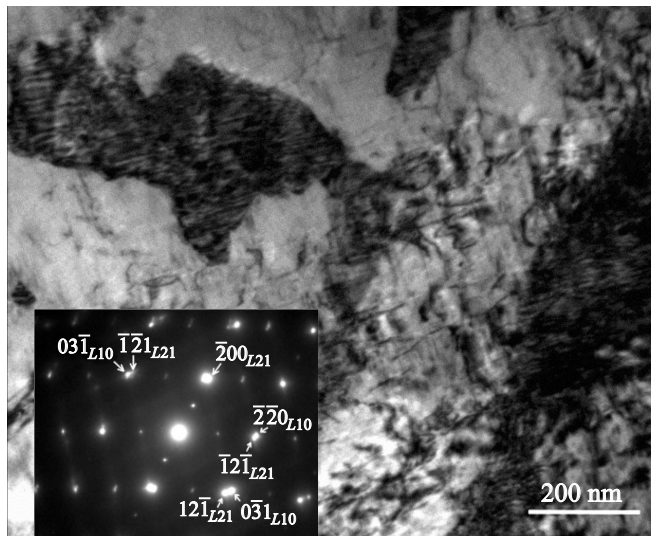


Рис. 3. Светлопольное изображение монокристаллов после деформации при $T > T_{SE2}$ и соответствующая микродифракция, ось зоны $[1\bar{1}3]_{L10} \parallel [012]_{L21}$.

текучести мартенсита $\sigma_{0,1}^M = 775(\pm 2)$ МПа (рис. 2). Таким образом, при температуре $T_{SE2} = 463$ К наблюдается последняя совершенная петля СЭ, когда при завершеном МП вся заданная деформация в цикле нагрузка/разгрузка является обратимой. При $463 \text{ К} < T < 543 \text{ К}$ при сжатии $[001]$ -монокристаллов Ni–Fe–Ga также происходит развитие термоупругих $L2_1$ – $L1_0$ МП под нагрузкой, критические напряжения которых увеличиваются с температурой с тем же коэффициентом $\alpha = d\sigma_{cr}/dT = 2.1$ МПа/К, что и при $T < T_{SE2}$. В температурном интервале $463 \text{ К} < T < 543 \text{ К}$ $\sigma_{cr}^f > \sigma_{0,1}^M$, и в процессе МП происходит микропластическая деформация и стабилизация $L1_0$ -мартенсита, и заданная деформация является частично необратимой после разгрузки. После испытаний в этом интервале температур электронно-микроскопически наблюдаются остаточный $L1_0$ -мартенсит и большая плотность дислокаций (рис. 3). При приближении к температуре $M_d \sim 550$ К вся заданная деформация необратима после разгрузки (рис. 1, кривая при 543 К). Предполагается, что при $T \sim 550$ К одновременно происходят

МП и пластическая деформация аустенита и мартенсита. Необходимо отметить, что циклические нагрузки при 543 К приводят к упрочнению материала за счет дислокационного наклепа. Как показано на рис. 1, после предварительной деформации при 543 К возникает частичная обратимость (третья кривая $\sigma(\varepsilon)$ при 543 К).

Таким образом, в [001]-кристаллах Ni–Fe–Ga при сжатии интервал развития СЭ $\Delta T_{SE} = T_{SE2} - T_{SE1}$ определяется величиной $\alpha = d\sigma_{cr}/dT$, характеризующей рост критических напряжений образования мартенсита с температурой, величиной коэффициента упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ и прочностными свойствами аустенитной и мартенситной фаз. Данный критерий представляет собой дополненный (доработанный) критерий в работе [2] и подходит для описания интервала развития СЭ в других монокристаллах с памятью формы, в том числе в [001]-кристаллах Ni–Fe–Ga при растяжении. Для развития высокотемпературной СЭ в широком интервале температур при растяжении [001]-кристаллов Ni–Fe–Ga необходимы только высокие прочностные свойства аустенита и низкие значения $\alpha = d\sigma_{cr}/dT$, поскольку уровень пластического течения мартенситной фазы $\sigma_{0,1}^M$ не достигается при развитии МП под нагрузкой, а коэффициент деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ близок к нулю на всем интервале развития СЭ.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (грант № 14-08-00946) и гранта президента (МК-8884.2016.8).

Список литературы

- [1] Nikolaev V.I., Yakushev P.N., Malygin G.A. et al. // Techn. Phys. Lett. 2016. V. 42. Iss. 4. P. 399–402.
- [2] Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Панченко Е.Ю. и др. // Изв. вузов. Физика. 2008. Т. 51. № 10. С. 19–37.
- [3] Chumlyakov Yu., Kireeva I., Panchenko E. et al. // J. Alloys Compd. 2013. V. 577. P. S393–S398.
- [4] Hamilton R.F., Sehitoglu H., Efstathiou C., Maier H.J. // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 4867–4876.
- [5] Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И., Тагильцев А.И. // Вестник Тамбовского ун-та. 2013. Т. 18. В. 4. С. 1617–1619.
- [6] Liu Y., Galvin S.P. // Acta Mater. 1997. V. 45. N 11. P. 4431–4439.
- [7] Sutou Y., Kamiya N., Omori T. et al. // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 84. P. 1275–1277.

- [8] *Kaufmann S., Roßler U.K., Heczko O.* et al. // *Phys. Rev. Lett.* 2010. V. 104. P. 145702.
- [9] *Efstathiou C., Sehitoglu H., Carroll J.* et al. // *Acta Mater.* 2008. V. 56. P. 3791–3799.
- [10] *Liu Y., Yang H.* // *Mater. Sci. Eng. A.* 1999. V. 260. P. 240–245.
- [11] *Panchenko E., Chumlyakov Y., Maier H.J.* et al. // *Intermet.* 2010. V. 18. P. 2458–2463.