

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 61.72.Ff, 62.20.fg, 62.20.fk, 62.20.Qp, 68.70.+w, 81.30.Kf, 81.40.Ef

О влиянии скорости охлаждения отливки на механические характеристики сплава $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$

С. Н. Кедровский, Ю. Н. Коваль, В. Н. Слипченко, Е. В. Слипченко*,
А. В. Филатов*

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03680, ГСП, Киев, Украина*
**Национальный технический университет Украины
«Киевский политехнический институт»,
просп. Победы, 37,
03056 Киев, Украина*

Методом индентирования были изучены характеристики твёрдости и пластичности сплава с эффектом памяти формы $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ в литом состоянии. Объектом исследования служили образцы, изготовленные в виде специальной отливки с переменным поперечным сечением со ступенчатым переходом диаметров, что позволило достичь различных скоростей охлаждения в одном литом образце. Обнаружено, что при высоких скоростях охлаждения происходит изменение картины деформации при индентировании, вызванное протеканием мартенситного превращения под нагрузкой. Данная особенность может значительно влиять на механические свойства сплава, в результате чего возможно изменение механизма деформации сплавов под нагрузкой.

Методом індентування було вивчено характеристики твердості та пластичності стопу з ефектом пам'яті форми $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ у литому стані. Об'єктом досліджень були зразки, виготовлені у вигляді спеціального вилівка зі змінним поперечним перерізом із східчастим переходом діаметрів, що уможливило досягти різних швидкостей охолодження в одному литому зразку. Виявлено, що при високих швидкостях охолодження відбувається зміна картини деформації при індентуванні, викликана перебігом мартенситного перетворення під навантаженням. Дана особливість може істотно впливати на механічні властивості стопу, внаслідок чого можлива зміна механізму деформації стопів під навантаженням.

Indentation method is used to study characteristics of hardness and ductility of the $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ alloy with shape-memory effect in as cast condition. The objects of the study are samples prepared in the form of special castings

with a variable cross-section with stepped diameters that gives an opportunity to obtain different cooling rates in one cast sample. As found at high cooling rates, a change of the deformation pattern during indentation caused by martensitic transformation under load takes place. This feature can significantly affect the mechanical properties of the alloy that potentially results in change of deformation mechanism for alloys under load.

Ключевые слова: твёрдость, пластичность, эффект памяти формы, индентирование, скорость охлаждения, нитинол.

(Получено 09 сентября 2014 г.; окончат. вариант — 30 декабря 2014 г.)

1. ВСТУПЛЕНИЕ

Для прогнозирования возможных областей применения новых функциональных материалов необходимо иметь информацию не только об особенностях протекания в них фазовых превращений, но также и обладать знаниями о механических свойствах этих материалов. Например, твёрдость характеризует свойства материала сопротивляться внедрению в него другого, более твёрдого тела — индентора, а пластичность — способность материала без разрушения получать большие остаточные деформации [1]. Такая информация важна и для определения режимов термомеханической обработки, вопрос о которых встаёт перед конкретным применением материала. Эти характеристики являются очень важными при конструировании термомеханических фитингов (тонкостенный пустотелый цилиндр переменного сечения) из сплавов с эффектом памяти формы (ЭПФ), получаемых методом прецизионного литья, где скорость охлаждения влияет не только на формирование структуры отливки, но и на параметры мартенситного превращения (МП) сплава, и, как следствие, на механические свойства изделия [2–4].

Существуют различные подходы к методам определения твёрдости и пластичности. Наиболее распространённые методы измерения твёрдости: метод Бринелля, метод Роквелла, метод Виккерса, методы Шора, шкала Мооса [1]. Для определения пластичности Ю. В. Мильман и другие в работах [5–10] показали возможность довольно простого подхода, с, тем не менее, вполне достаточной для практики точностью. Метод заключается в следующем. Анализ кривых нагружения при индентировании позволяет разделить вклад упругой и пластической составляющей отпечатков при непрерывном вдавливании. Полная работа деформации определяется как площадь под всей кривой, работа пластической деформации с одной стороны ограничена кривой нагрузки, а с другой — кривой разгрузки. Имея экспериментальные кривые индентирования легко определить отношение между этими площадями, которое, согласно работам Мильмана, является мерой пластичности δ . Другим воз-

возможным вариантом расчёта параметров пластичности по результатам эксперимента на непрерывное вдавливание является использование формулы, связывающей твёрдость и упругие характеристики материала с мерой пластичности δ_H [5]. Учитывая известную склонность и чувствительность нитинолов к химической неоднородности, целью настоящей работы являлись прогноз и оценка зависимости твёрдости и пластичности сплава $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ в литых изделиях сложных конфигураций, что позволит учесть работу различных узлов изделия на практике.

2. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы сплава $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ были изготовлены методом вакуумно-дугового переплава из йодидного титана (99,99%), электролитического никеля (99,99%), ниобия (99,99%) и тантала (99,99%). Плавку выполняли в среде аргона под постоянным давлением $P = 0,5$ атм. нерасходуемым электродом на медном водоохлаждаемом поддоне. В одной из лунок поддона, предварительно, для очистки атмосферы Ar расплавлялся геттер Ti-Zr (50/50% вес.). Вес слитков составлял 30 г, отклонение которых от веса шихты не превышало 0,01%.

С целью получения различной скорости охлаждения (от 10^2 °C/с до 10^3 °C/с) и, соответственно, различной структуры металла в одном образце использовали литейную форму с переменным поперечным сечением со ступенчатым переходом диаметров (16, 8, 4 и 2 мм, ступени — 4, 3, 2, 1 соответственно, рис. 1). Разливку металла производили путём плазменно-дугового однократного переплава 30-граммовых образцов на стоматологической установке «Титан» [2, 11]. Образцы для исследования твёрдости и пластичности были вырезаны из центральной части каждой ступени.

Микроиндентирование выполняли «УПМ-11» при комнатной температуре четырёхгранным алмазным индентором с углом между противоположными гранями $\alpha = 136^\circ$. Нагружение и разгружение производились автоматически со скоростью 0,01 мкм/с на протяжении 4 с. Одновременно выполнялась запись диаграммы нагружения, выдержки и разгружения в координатах $P-h$ (нагрузка – глубина внедрения). Глубину внедрения определяли по величине отклонения положения внедряемого индентора по отношению к «нулевому указателю». Точность определения нагрузки P составляла 10^{-3} Н, глубины внедрения h индентора $\pm 2,5$ нм. Данные измерения глубины внедрения усреднялись по трём отпечаткам. Для корректности эксперимента измерения выполняли в центре каждой ступени. Размер диагонали отпечатка составлял порядка 10–20 мкм, что значительно больше размеров дендритов, т.е. измерялись суммарные характеристики дендритов и междендритных участков.

Твёрдость определялась по методу Виккерса. Первичными данными, которые использовались для анализа поведения характеристик индентирования, являлась нагрузка P и глубина внедрения h , взятые из автоматически записанных диаграмм нагружения–разгружения образцов. По этим диаграммам определяли значения глубины внедрения индентора. Твёрдость определяли делением приложенной нагрузки на проекцию площади отпечатка индентора, выраженную через диагональ отпечатка d по формуле (1), расчёт диагонали отпечатка производился по формуле (2):

$$HV = 1,854P/d^2, \quad (1)$$

$$h = 0,14d, \quad (2)$$

где HV — твёрдость по Виккерсу, P — нагрузка, d — диагональ отпечатка, h — глубина внедрения.

Расчёт меры пластичности δ_H по результатам эксперимента выполнялся по формуле, предложенной Ю. В. Мильманом [5]:

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu_1 - 2\nu_1^2) HV/E_1, \quad (3)$$

где HV — твёрдость по Виккерсу, ν_1 — коэффициент Пуассона, E_1 — модуль Юнга.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Литейная проба (рис. 1), которую мы использовали в своей работе, позволила нам смоделировать процессы структурообразования, которые могут происходить в отливке с переменным сечением (фитинг) в процессе кристаллизации. В ходе исследований было обнаружено, что в зоне, где толщина отливки составляет 2–4 мм, кристаллизация происходит при больших скоростях охлаждения, образуется мелкозернистая структура (рис. 2, а) с дендритным параметром (средний размер поперечных сечений стволов и ветвей дендритов или дендритной ячейки (для однофазных твёрдых растворов) в литом металле или сплаве) порядка 2 мкм. При увеличении толщины отливки до 8–16 мм, где скорость охлаждения на порядок ниже, наблюдается тенденция к увеличению дендритного параметра до 8 мкм (рис. 2, б).

Такие различия в микроструктурном состоянии очень интересно изучить с точки зрения механических свойств, что позволит ответить на возникающие вопросы о прогнозировании механического поведения сплава $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ в изделиях. Результат механических исследований методом индентирования с непрерывным вдавливанием индентора для второй ступени представлен на рис. 3 в ви-

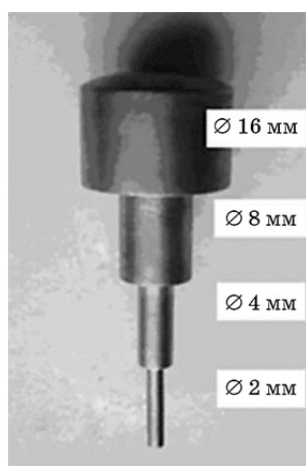


Рис. 1. Отливка с переменным поперечным сечением со ступенчатым переходом диаметров.

де кривой зависимости глубины внедрения индентора от нагрузки.

В идеальном случае, когда кривая индентирования описывается параболой (т.е., когда при всех усилиях величина нагрузки пропорциональна квадрату диагонали), расчётные значения параметров δ и δ_H должны совпадать. Сопоставление экспериментальных результатов (см. табл.) показывает достаточно хорошее согласие этих величин для 3 и 4 ступеней и некоторое различие для первой и второй ступеней, что может свидетельствовать о том, что для этих двух структурных состояний может происходить фазовое превращение под нагрузкой. Дополнительным подтверждением этому предположению служит необычный характер кривых нагружения ступеньки 2 (рис. 3), где проявляется два независимых участка параболы для разных интервалов нагрузки. При нагрузке $P = 0,04$ Н

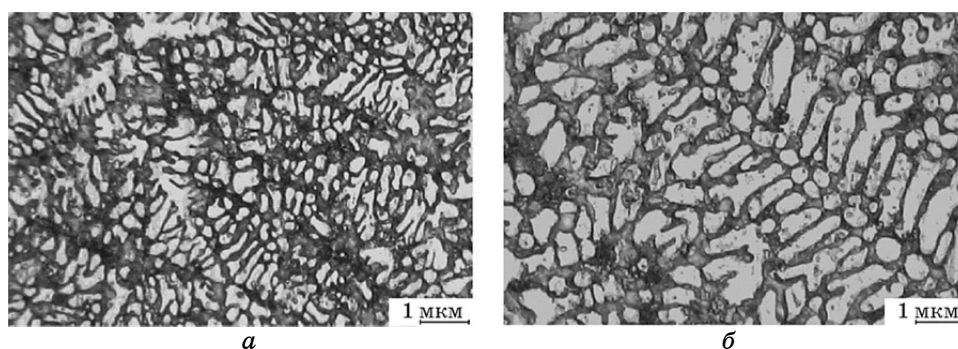


Рис. 2. Микроструктура отливки в сечениях: \varnothing 4 мм (а) и \varnothing 16 мм (б).

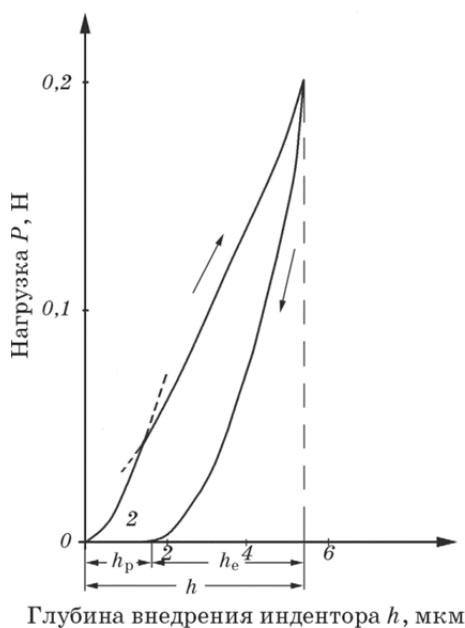


Рис. 3. Глубина внедрения индентора в зависимости от приложенной нагрузки для 2-й ступени образца (здесь h — полная глубина внедрения, h_p — остаточная деформация, h_e — упругая деформация).

происходит смена характера кривой, соответствующая смене механизма деформации.

Используя литературные данные для сплавов на основе интерметаллида на основе TiNi [12], нами были выбраны значения модуля упругости $E_1 = 40$ ГПа и коэффициента Пуассона $\nu_1 = 0,3$. Результаты расчёта параметров твёрдости и пластичности по формуле (3) для образцов с каждой ступени представлены в таблице. В таблице приведены также данные об абсолютных значениях твёрдости для всех ступенек.

Из представленных данных видно, что для второй ступеньки наблюдается наибольшее значение твёрдости и наименьшее значение меры пластичности. Величина меры пластичности, измеренная по площади отпечатка, $\delta = 0,48$ является очень низкой и, согласно данным Ю. В. Мильмана, характерна только для хрупких и твёрдых керамик. У всех остальных ступеней значение твёрдости несколько ниже, а мера пластичности заметно выше и находится на уровне 0,66–0,69, что, согласно Ю. В. Мильману, характерно для класса пластичных интерметаллидов.

Таким образом, разная скорость охлаждения может привести к формированию различных структур в отливке, отличающихся характеристиками твёрдости и пластичности, что может способство-

ТАБЛИЦА. Экспериментальные данные исследований образцов, их твёрдость и пластичность.

Величина \varnothing отливки, мм	№ опыта	Нагрузка P , Н	Глубина h , мкм	Диаметр отпечатка d , мкм	Твёрдость, HV , ГПа	Пластичность, δ	Пластичность, δ_H
2	1	0,201	1,85	13,2	2,13	0,70	
	2	0,205	1,93	13,7	2,02	0,68	
	3	0,230	2,05	14,6	1,99	0,69	
	Среднее значение				2,05	0,69	0,62
	4	0,770	0,9	6,4	3,44	0,40	
4	2	0,106	1,3	9,2	2,27	0,52	
	3	0,147	1,6	11,4	2,08	0,52	
	4	0,202	1,7	12,14	2,54	0,51	
	5	0,203	1,7	12,14	2,55	0,47	
	Среднее значение				2,58	0,48	0,52
8	1	0,930	1,48	10,6	1,54	0,71	
	2	0,930	1,42	10,14	1,67	0,71	
	3	0,103	1,56	11,14	1,53	0,72	
	4	0,130	1,82	13,0	1,42	0,68	
	5	0,227	1,93	13,7	2,21	0,71	
Среднее значение				1,67	0,71	0,69	
16	1	0,720	1,36	9,7	1,41	0,69	
	2	0,138	1,70	12,1	1,73	0,63	
	3	0,158	1,70	12,1	1,98	0,66	
	4	0,182	1,70	12,1	2,28	0,64	
	Среднее значение				1,85	0,66	0,66

вать изменению механизма деформации сплавов под нагрузкой.

Учитывая, что данные материалы целесообразно использовать для фитингов, где сжимающие нагрузки приводят к взаимодей-

ствию между элементами конструкции подобно индентированию, обнаруженный эффект необходимо принимать во внимание при разработке материала на основе $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$.

Этот эффект может иметь как положительную сторону, учитывая проявления эффектов сверхупругости под напряжением, так и отрицательную, поскольку разная толщина фитинга может привести к разному проявлению этого эффекта в различных участках и, как следствие, к неустойчивой работе изделия.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполненные исследования твёрдости и характеристик пластичности литого сплава $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ методом индентирования с непрерывным вдавливанием в зависимости от скорости кристаллизации металла выявили интересную закономерность:

– если кристаллизация происходит при больших скоростях охлаждения (\varnothing отливки 2–4 мм), образуется структура с дендритным параметром 2–4 мкм, при этом наблюдаются аномалии в экспериментальной кривой индентирования, пластичность сплава резко снижается и соответствует таковой, как в хрупких и твёрдых керамиках;

– при увеличении толщины отливки до 8–16 мм, где скорость охлаждения на порядок ниже, наблюдается тенденция к увеличению дендритного параметра, мера пластичности увеличивается и становится характерной для класса интерметаллидов.

Учитывая, что сплав $Ti_{50}Ni_{41}Nb_8Ta_1$ с ЭПФ целесообразно использовать для конструирования термомеханических фитингов, получаемых методом прецизионного литья, необходимо принять во внимание, что конструкция фитингов содержит элементы малого размера, в которых может возникнуть вышеописанный эффект (значительное увеличение скорости кристаллизации и изменение механических свойств на отдельных участках конструкции), что может привести к неустойчивой работе изделия.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. М. Л. Бернштейн, В. А. Займовский, *Механические свойства металлов* (Москва: Металлургия: 1979).
2. В. Н. Слипченко, *Влияние серебра, тантала и технологических факторов на структуру и свойства сплавов с памятью формы на основе Ti–Ni* (Дис. ... канд. техн. наук) (Киев: ИМФ им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 2013).
3. Ю. М. Коваль, В. М. Слипченко, З. Ю. Христинч, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 12: 1721 (2002).
4. V. M. Slipchenko, Yu. N. Koval, and O. V. Koshovy, *International Conference*

- on Martensitic Transformations ICOMAT-2002 (June 10–14, 2002, Espoo, Finland)*, p. 717.
5. Yu. V. Milman, B. A. Galanov, and S. I. Chugunova, *Acta Met. Mater.*, **41**, No. 9: 2523 (1993).
 6. B. A. Galanov, Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, and I. V. Goncharova, *Superhard Materials*, No. 3: 23 (1999).
 7. Yu. V. Milman, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **41**: 074013 (2008).
 8. Yu. V. Milman, S. Dub, and A. Golubenko, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **1049**: 123 (2008).
 9. I. V. Gridneva, Yu. V. Milman, and V. I. Trefilov, *phys. status solidi (a)*, **14**: 177 (1972).
 10. Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова, И. В. Гончарова, *Электронная микроскопия и прочность материалов: Сб. научн. трудов* (Киев: ИПМ НАН Украины: 2008), вып. 15, с. 3.
 11. А. В. Кузьменко, А. М. Шумейко, В. В. Кравченко, *Зубное протезирование*, № 2: 42 (2009).
 12. К. Ооцука, К. Симидзу, Ю. Судзуки, *Сплавы с эффектом памяти формы* (Москва: Металлургия: 1990) (пер. с япон.).

REFERENCES

1. M. L. Bernshtein and V. A. Zaymovskiy, *Mekhanicheskie Svoystva Metallov (Mechanical Properties of Metals)* (Moscow: Metallurgiya: 1979) (in Russian).
2. V. M. Slipchenko, *Vliyanie Serebra, Tantalata i Tekhnologicheskikh Faktorov na Strukturu i Svoystva Splavov s Pamyat'yu Formy na Osnove Ti–Ni (Effect of Silver, Tantalum, and Technological Factors on Structure and Properties of Ti–Ni-Based Shape-Memory Alloys)* (Thesis of Dissert. ... for the Degree of Cand. Techn. Sci.) (Kiev: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine: 2013) (in Russian).
3. Yu. M. Koval', V. M. Slipchenko, V. M. Slipchenko, T. G. Sych, and Z. Yu. Khrystych, *Metallofiz. Noveyshie Tekhnol.*, **24**, No. 12: 1721 (2002) (in Ukrainian).
4. V. M. Slipchenko, Yu. N. Koval, and O. V. Koshovy, *International Conference on Martensitic Transformations ICOMAT-2002 (June 10–14, 2002, Espoo, Finland)*, p. 717.
5. Yu. V. Milman, B. A. Galanov, and S. I. Chugunova, *Acta Met. Mater.*, **41**, No. 9: 2523 (1993).
6. B. A. Galanov, Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, and I. V. Goncharova, *Superhard Materials*, No. 3: 23 (1999).
7. Yu. V. Milman, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **41**: 074013 (2008).
8. Yu. V. Milman, S. Dub, and A. Golubenko, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **1049**: 123 (2008).
9. I. V. Gridneva, Yu. V. Milman, and V. I. Trefilov, *phys. status solidi (a)*, **14**: 177 (1972).
10. Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, and I. V. Goncharova, *Elektronnaya Mikroskopiya i Prochnost' Materialov: Sb. Nauchn. Trudov (Electron Microscopy and Toughness of Materials: Collected Scientific Transactions)* (Kiev: IPM NANU: 2008), Iss. 15, p. 3 (in Russian).

11. A. V. Kuz'menko, A. M. Shumeyko, and V. V. Kravchenko, *Zubnoe Protezirovanie*, No. 2: 42 (2009) (in Russian).
12. K. Otsuka, K. Shimizu, and Y. Suzuki, *Splavy s Effektom Pamyati Formy (Shape-Memory Alloys)* (Moscow: Metallurgiya: 1990) (Russian translation).