

УДК 699.295'24'293:539.214

# Исследование термомеханических характеристик сплавов системы Ti – Ni – Nb с памятью формы и влияния термической обработки на них

Н. Н. Попов, В. Ф. Ларькин,  
Д. В. Пресняков, А. А. Аушев,  
Т. И. Сысоева, А. А. Костылева,  
Е. Б. Суворова

*В данной работе исследованы свойства сплавов с памятью формы на основе никелида титана, легированного ниобием, с целью использования их при разработке прогрессивной технологии термомеханического соединения трубопроводов и цилиндрических элементов конструкций муфтами, изготовленными из этих сплавов. В процессе работы определены элементный и фазовый состав сплавов системы Ti–Ni–Nb в литом и прессованном состояниях, исследована их микроструктура, кинетика и температуры фазовых превращений, определены основные механические характеристики, исследованы термомеханические характеристики и влияние различных видов и режимов термической обработки на них. Результатами проведенных исследований подтверждена пригодность данных сплавов для использования в термомеханических соединениях трубопроводов. При этом муфты можно хранить при температурах до 40 °С без потери или наведенной деформации. Изменяя определенные механические и термомеханические характеристики сплавов системы Ti–Ni–Nb в литом или в прессованном состояниях с помощью различных видов и режимов термообработки, можно расширить область применения этих материалов.*

## Введение

Одно из первых применений сплавов с памятью формы (СПФ) заключалось в изготовлении из них муфт, предназначенных для термомеханического соединения (ТМС) трубопроводов. В традиционной технологии ТМС используются СПФ системы Ti–Ni–Fe. Однако муфты, изготовленные из этих сплавов, необходимо деформировать, хранить и устанавливать при криогенных температурах, что технологически неудобно.

Для преодоления этих недостатков было предложено, с целью расширения мартенситного гистерезиса, использовать дополнительное легирование никелида титана ниобием, о чем ранее подробно говорилось в работах [1, 2]. Подробный список зарубежных работ на эту тему приведен в работе [3].

При подготовке нами проекта МНТЦ № 2147, посвященного разработке технологии ТМС, проф. С. Д. Прокошкин предложил использовать для изготовления термомеханических муфт сплавы системы Ti–Ni–Nb, подвергнутые термомеханической обработке с целью улучшения их эксплуатационных характеристик. Результаты, полученные в ходе выполнения данного проекта, опубликованы в работах [3–7].

В вышеуказанных работах мы исследовали сплавы в литом состоянии. Поскольку выяснилось, что в этом случае они имеют невысокие деформационные характеристики, то в дальнейшем мы предложили ввести операцию прессования в технологию получения сплавов системы Ti–Ni–Nb.

В данной статье представлены результаты наших дальнейших исследований термомеханических характеристик (ТМХ) сплавов системы Ti–Ni–Nb с памятью формы в литом и прессованном состояниях и влияния различных видов и режимов термической обработки на них с целью использования их при разработке прогрессивной технологии термомеханического соединения трубопроводов и цилиндрических элементов конструкций муфтами, изготовленными из этих сплавов.

## *Материалы и методики исследований*

На основе литературных данных и по результатам предыдущих работ [3–7] для исследования свойств сплава системы Ti–Ni–Nb с памятью формы и дальнейшего изготовления муфт, предназначенных для ТМС трубопроводов, использовали 2 партии сплава на основе никелида титана, легированного ниобием, состава 45Ti–45Ni–10Nb (ат. %), изготовитель ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ», г. Москва):

1. Сплав системы Ti–Ni–Nb (партия № 1) в виде литого прутка диаметром 50 мм.

2. Сплав системы Ti–Ni–Nb (партия № 2) в виде двух литых прутков диаметром 50 мм каждый и прессованного прутка диаметром 25 мм. Прессованный пруток изготавливали по технологии ВИАМ посредством продавливания в горячем состоянии литого прутка диаметром 50 мм через матрицу с выходным отверстием диаметром 25 мм; при этом длина прутка увеличивается почти в 4 раза.

Заказанные сплавы 45Ti–45Ni–10Nb (ат. %) в масс. % имеют следующий состав: 37,6Ti–46,1Ni–16,2Nb. При заказе допускались следующие отклонения по химическому составу сплавов (масс. %): по никелю и титану на  $\pm 0,5$  %; по ниобию на  $\pm 0,3$  %; содержание углерода не более 0,1 %.

Были выбраны следующие виды и режимы термической обработки (ТО) образцов:

– исходное состояние без термообработки (режим ТО № 1);

– 20 °С, закалка от 800 °С, 0,5 ч, охлаждение в воду (режим ТО № 2) – для сплава партии № 2;

– (–196) °С, закалка от 800 °С, 0,5 ч, охлаждение в воду (режим ТО № 3) – для сплава партии № 1;

– 20 °С, отжиг в вакууме при температуре 850 °С в течение 4 ч, охлаждение с печью (режим ТО № 4).

Термическую обработку СПФ проводили в лабораторной печи (закалка) или в шахтной вакуумной печи СШВ 1.2,5/25И1 с целью устранения неоднородности, снятия внутренних напряжений и, следовательно, возможного улучшения свойств сплавов системы Ti–Ni–Nb.

Для исследования элементного состава и проведения микрорентгеноспектральных исследований сплавов Ti–Ni–Nb в исходном состоянии (ТО № 1) от различных частей каждого из прутков на токарном станке модели SCHAUBLIN-150 отрезали заготовки в виде цилиндров диамет-

ром 20 мм и высотой 15 мм, из которых затем изготавливали шлифы. Для выявления микроструктуры полированные металлографические шлифы подвергали химико-механической обработке в растворе коллоидного кремнезема (водного раствора белой сажи) на установке MINIMET 1000 ( $t = 30$  мин,  $v = 50$  об./мин,  $F = 2$  Н) и ионному травлению на установке PECS-682 ионами аргона ( $U = 5$  кэВ,  $I = 180$  мА,  $t = 10$  мин). Исследование элементного и локального фазового состава проводили на электронно-зондовом рентгеновском микроанализаторе. В качестве эталонов использовали стандарты чистых металлов Ti, Ni и Nb. Фазы, наблюдаемые в режиме атомного контраста, идентифицировали микрорентгеноспектральным методом. Для характеристики распределения элементов в плоскости на электронном сканирующем микроскопе MIRA LMU в режиме атомного контраста (отраженных электронов) снимали электронные изображения, при анализе которых проводили идентификацию фаз исследуемых сплавов, а также включений, образовавшихся в процессе плавки.

Для проведения рентгеноструктурных исследований использовали образцы цилиндрической формы с резьбовыми головками М4, общей длиной 26 мм, длиной и диаметром рабочей части 14 и 3 мм соответственно (аналогично изображенному на рис. 1); на всей рабочей части образца диаметром 3 мм выполняли две симметричные лыски, расстояние между которыми 2 мм. Снятие наклёпа поверхностного слоя, возникающего в процессе изготовления образцов, производилось глубоким химическим травлением в растворе кислот ( $1/3\text{HNO}_3 + 1/3\text{HF} + 1/3\text{H}_2\text{O}$ ). Рентгеноструктурные исследования проводили на рентгеновском дифрактометре; использовали  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение. Фазовый анализ образцов проводили с использованием широкоугольной приставки и на основе библиотеки стандартных данных [8]. Температуры фазовых превращений определяли на низкотемпературной приставке, фиксируя изменение интенсивностей наиболее сильных отражений аустенита и мартенсита.

Исследования основных механических и термомеханических характеристик сплавов проводили на цилиндрических образцах длиной 26 мм и с длиной и диаметром рабочей части 14 и 2 мм соответственно. От каждого из прутков сплавов на электроискровом станке модели 4A731 вырезали заготовки, затем на токарном станке модели SCHAUBLIN-150 изготавливали образцы, которые затем подвергали различным видам и режимам термической обработки (ТО № 1, № 2 (№ 3), № 4). Эскиз образца приведен на рис. 1.

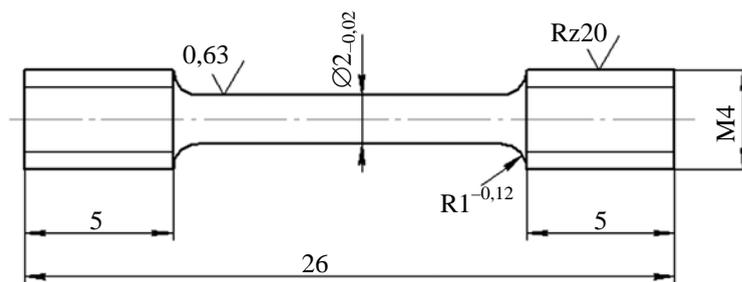


Рис. 1. Эскиз образца для исследования механических и термомеханических характеристик сплавов

Для определения механических характеристик сплавов системы Ti–Ni–Nb на испытательной машине UTS-100K при температурах  $T = (-55 \dots -70)$  °C образцы подвергали испытаниям на растяжение со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (скоростью передвижения траверсы 1 мм/мин). По диаграммам растяжения в координатах «напряжение  $\sigma$  – деформация  $\epsilon$ » определяли основные механические характеристики.

При проведении исследований термомеханических характеристик сплавов системы Ti–Ni–Nb сначала на испытательной машине UTS-100K при температурах  $T = (-55 \dots -70) \text{ } ^\circ\text{C}$  образцам навели деформацию растяжением со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (скоростью передвижения траверсы 1 мм/мин) при заданной одинаковой общей деформации  $\epsilon_0 = 11 \%$ . Сразу же после наведения деформации исследуемые образцы при отрицательных температурах поочередно устанавливали в предварительно охлажденную до такой же температуры термокамеру устройства для исследования термомеханических характеристик материалов с памятью формы (рис. 2); производили нагрев образцов до температуры  $T \sim 110 \text{ } ^\circ\text{C}$  с темпом нагрева  $4 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{мин}$  и их охлаждение до температуры  $T \approx -160 \text{ } ^\circ\text{C}$  (охлаждение образцов, вырезанных из прессованного сплава, – до температуры  $T \approx -100 \text{ } ^\circ\text{C}$ ). При этом сначала образцы остывали вместе с печью примерно до температуры  $T = 40-45 \text{ } ^\circ\text{C}$ , дальнейшее охлаждение производилось с помощью паров жидкого азота. При нагреве образцы укорачивались – наблюдалось проявление эффекта памяти формы (ЭПФ). При охлаждении образцы незначительно удлинялись – наблюдалось проявление эффекта обратимой памяти формы (ЭОПФ). В ходе проведения экспериментов с помощью цифровой растровой системы линейных измерений (модель 19801-3) и программного обеспечения устройства происходила регистрация изменения длины образцов при их нагреве и охлаждении. Регистрацию температуры осуществляли при помощи термопары хромель-копель. По результатам исследований были построены диаграммы формовосстановления и в ряде случаев формоизменения образцов сплава при проявлении ЭПФ и ЭОПФ соответственно, которые использовали для определения различных термомеханических характеристик сплавов Ti–Ni–Nb в литом и прессованном состояниях после различных видов и режимов термической обработки.



Рис. 2. Устройство для исследования термомеханических характеристик СПФ при температурах от  $-180$  до  $200 \text{ } ^\circ\text{C}$

## *Результаты экспериментов и их обсуждение*

**Микроструктурные исследования.** Результаты определения элементного состава (ат. %) сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в исходном состоянии приведены в табл. 1.

Средние значения концентраций (ат. %) элементов в образцах сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в исходном состоянии

№ партии сплава	Элементный состав, ат. %		
	Ti	Ni	Nb
№ 1 литой	46,5	44,2	9,3
№ 2 литой	45,2	44,5	10,3
№ 2 прессованный	45,7	44,4	10,0

На рис. 3 приведены изображения микроструктуры участков шлифованных образцов, вырезанных из литых и прессованного прутков сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2, по которым по уровню серого цвета выделяли области равного элементного и фазового состояния и проводили идентификацию фаз.

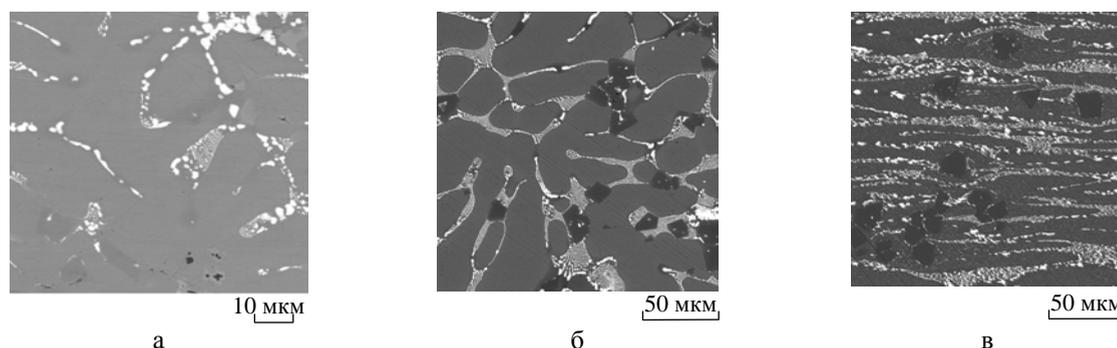


Рис. 3. Микроструктура шлифованных образцов сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 (в литом и прессованном состояниях) в режиме отраженных электронов: а – сплав партии № 1, литое состояние; б – сплав партии № 2, литое состояние; в – сплав партии № 2, прессованное состояние

В результате исследований, проведенных микрорентгеноструктурным методом, установлено, что в образцах сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом и прессованном состояниях регистрируются две основные фазы: никелид титана, легированный ниобием, и ниобий, легированный титаном и никелем. Кроме того, обнаружено присутствие «паразитной» фазы  $Ti_2Ni$ , легированный ниобием, а также содержащего ниобий карбида титана  $(Ti, Nb)C$  в сплавах обеих партий в литом состоянии (в прессованном состоянии не зафиксирован).

Микроструктура сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом исходном состоянии имеет четко выраженный гетерофазный характер. Основная фаза интерметаллида  $TiNi$  ( $B2$ -фаза) с примесью ниобия представляет собой крупные зерна округлой или дендритной формы (в литых сплавах) и сильно вытянутой формы вдоль оси прессования (в прессованном сплаве). В межзеренном пространстве наблюдается эвтектика  $(TiNi, Nb)$  пластинчатой или скелетообразной формы; границы зерен окаймлены включениями чистого ниобия округлой формы размером до 3 мкм (партия № 1) и до 6 мкм (партия № 2). В некоторых случаях вблизи границ зерен происходит формирование обширных конгломератов включений ниобия. В эвтектике присутствуют отдельные включения  $Ti_2Ni$ , легированные ниобием, размером до 10 мкм (партия № 1) и до 20 мкм (партия № 2). В исходном литом состоянии: внутри включений  $Ti_2Ni$  обнаружены единичные микронные вкрапления карбидов  $(Ti, Nb)C$ , а в зернах основной фазы  $TiNi$  ( $B2$ ) четко фиксируется наличие крупноигльчатой мартенситной структуры  $TiNi$  ( $B19'$ ) (в исходном прессованном состоянии мартенсит не зарегистрирован).

При исследовании поверхности шлифов сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом исходном состоянии были обнаружены дефекты структуры в виде отдельных пор или их крупных разветвлений, которые сконцентрированы в областях с высоким содержанием карбидных включений.

**Рентгеноструктурные исследования.** На дифрактограммах, снятых при комнатной температуре  $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  в интервале брэгговских углов  $2\theta = 36\text{--}48^{\circ}$ , зафиксированы следующие результаты исследований фазового состава сплавов системы Ti–Ni–Nb:

– для сплавов партий № 1 в литом состоянии (ТО № 4), № 2 в литом (ТО № 4) и в прессованном (ТО № 1, № 2, № 4) состояниях присутствуют три фазы: основная фаза никелид титана TiNi (B2), имеющий оцк-решетку, упорядоченную по типу CsCl; в значительном количестве другая фаза – ниобий Nb, имеющий оцк-решетку; слабая линия «паразитной» фазы Ti<sub>2</sub>Ni с гцк-решеткой (эта фаза образуется в условиях неравновесной плавки и мало изменяется при дальнейшей обработке);

– для сплава партии № 2 в литом исходном состоянии (ТО № 1) основная фаза никелид титана TiNi находится в двух состояниях – B2-аустенит (упорядоченная кристаллическая оцк-решетка) и B19'-мартенсит (моноклинно искаженная орторомбическая решетка); ниобий Nb (оцк-решетка); в небольшом количестве «паразитная» фаза Ti<sub>2</sub>Ni (гцк-решетка).

Следует отметить, что результаты определения фазового состава сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в исходном литом и прессованном состояниях, полученные микро-рентгеноспектральным методом и рентгеноструктурным методом, качественно совпадают.

Исследование кинетики мартенситного превращения в сплавах системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 показало следующее. В сплаве партий № 1 в литом состоянии (ТО № 4) и № 2 в литом и прессованном состояниях (ТО № 4) происходит одностадийное B2→B19' превращение, при нагреве – обратное мартенситное превращение B19'→B2. В сплаве партии № 2 в литом и прессованном состояниях (ТО № 1) нет мартенситного превращения вплоть до температуры  $T = -180\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В сплаве партии № 2 в литом состоянии (ТО № 1, ТО № 2) происходит неполное мартенситное превращение вплоть до  $T = -180\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Температуры начала и окончания обратного ( $A_s, A_f$ ) при нагреве и прямого ( $M_s, M_f$ ) при охлаждении мартенситного превращения приведены в табл. 2.

Таблица 2

Температуры фазовых превращений образцов сплавов системы Ti–Ni–Nb в исходном состоянии (ТО № 1) и после термообработки

№ партии сплава	Вид и режим ТО	Температуры фазовых превращений, °C				Гистерезис превращения $ A_s - M_f $
		$M_s$	$M_f$	$A_s$	$A_f$	
№ 1 литой	ТО № 1	*	*	*	*	–
	ТО № 3	*	*	*	*	–
	ТО № 4	–55	–95	–45	–5	50
№ 2 литой	ТО № 1	*	*	*	*	–
	ТО № 2	*	*	*	*	–
	ТО № 4	–55	–110	–50	5	60
№ 2 прессованный	ТО № 1	–70	–130	–60	5	70
	ТО № 2	–35	–90	–25	20	65
	ТО № 4	–40	–80	–20	20	60

\* В данных образцах температуры фазовых превращений методом рентгеноструктурного анализа вплоть до температуры  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  зарегистрировать не удалось.

Погрешность измерения температур фазовых превращений составляет  $\pm 5$  °С. Из табл. 2 видно, что обработка сплава Ti–Ni–Nb партии № 2 в прессованном состоянии по режимам закали (ТО № 2) и вакуумного отжига (ТО № 4) повышает температуры прямого  $M_s$ ,  $M_f$  и обратного  $A_s$ ,  $A_f$  мартенситного превращения, а также немного понижает гистерезис температур фазового превращения  $|A_s - M_f|$  по сравнению с исходным состоянием.

**Определение механических характеристик.** По диаграммам растяжения в координатах «напряжение  $\sigma$  – деформация  $\varepsilon$ », полученным на испытательной машине UTS-100K, на первом участке упругого деформирования методом касательных определяли фазовый предел текучести  $\sigma_\phi$ , а на втором участке – предел текучести материала с памятью формы  $\sigma_T^{\text{МПФ}}$ . По диаграммам определяли также предел прочности  $\sigma_B$  и максимальную деформацию образца перед разрывом (под нагрузкой)  $\varepsilon_0^{\text{max}}$ , соответствующую напряжению предела прочности. Относительное остаточное удлинение  $\delta$  определяли по результатам измерения при комнатной температуре первоначальной длины рабочей части образцов и длины рабочей части после разрушения. Средние значения основных механических характеристик (с учетом инструментальных погрешностей для прочностных характеристик: до 300 МПа –  $\pm 5$  МПа, свыше 300 МПа –  $\pm 10$  МПа; для пластических характеристик:  $\varepsilon_0^{\text{max}}$  –  $\pm 0,5$  %,  $\delta_{\text{ост}}$  –  $\pm 1$  %) сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом и прессованном состояниях после различных видов и режимов термообработки представлены в табл. 3.

Таблица 3

Средние значения основных механических характеристик, полученных при растяжении на испытательной машине UTS-100K ( $T = -55 \dots -70$  °С,  $\dot{\varepsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом и прессованном состояниях после различных видов и режимов термообработки

Режим ТО	$\sigma_\phi$ , МПа	$\sigma_T^{\text{МПФ}}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\varepsilon_0^{\text{max}}$ , %	$\delta_{\text{ост}}$ , %
№ 1 литой					
ТО № 1	*	*	950	19,5	10
ТО № 3	270	880	910	18,0	10
ТО № 4	265	900	930	21,5	12
№ 2 литой					
ТО № 1	200	640	680	15,5	10
ТО № 2	165	640	680	14,5	9
ТО № 4	155	640	680	14,5	9
№ 2 прессованный					
ТО № 1	260	830	860	26,5	18
ТО № 2	255	840	870	34,0	26
ТО № 4	255	810	880	43,0	31

Из табл. 3 видно, что наибольшие значения прочностных характеристик  $\sigma_\phi$ ,  $\sigma_T^{\text{МПФ}}$ ,  $\sigma_B$  имеет литой сплав системы Ti–Ni–Nb партии № 1, а наибольшие значения пластических характеристик  $\varepsilon_0^{\text{max}}$ ,  $\delta_{\text{ост}}$  – прессованный сплав партии № 2 как в исходном состоянии (ТО № 1), так и после закалки (ТО № 2) и вакуумного отжига (ТО № 4).

В результате исследования влияния термообработки на основные механические характеристики сплавов системы Ti–Ni–Nb установлено, что наиболее предпочтительным режимом ТО, предназначенной для применения в разработке технологии термомеханического соединения трубопроводов муфтами, изготовленными из данных сплавов, при котором получены максимальные или близкие к максимальным значения основных механических характеристик, является вакуумный отжиг (ТО № 4) сплава Ti–Ni–Nb в прессованном состоянии. Изменяя прочностные и пластические характеристики сплавов системы Ti–Ni–Nb с помощью различных видов и режимов термообработки, можно расширить область применения этих материалов.

**Исследование термомеханических характеристик и влияния термообработки на них.** Типичные диаграммы растяжения (наведения деформации) образцов сплава Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом и прессованном состояниях после различных видов и режимов термообработки, полученные на испытательной машине UTS-100K, приведены на рис. 4.

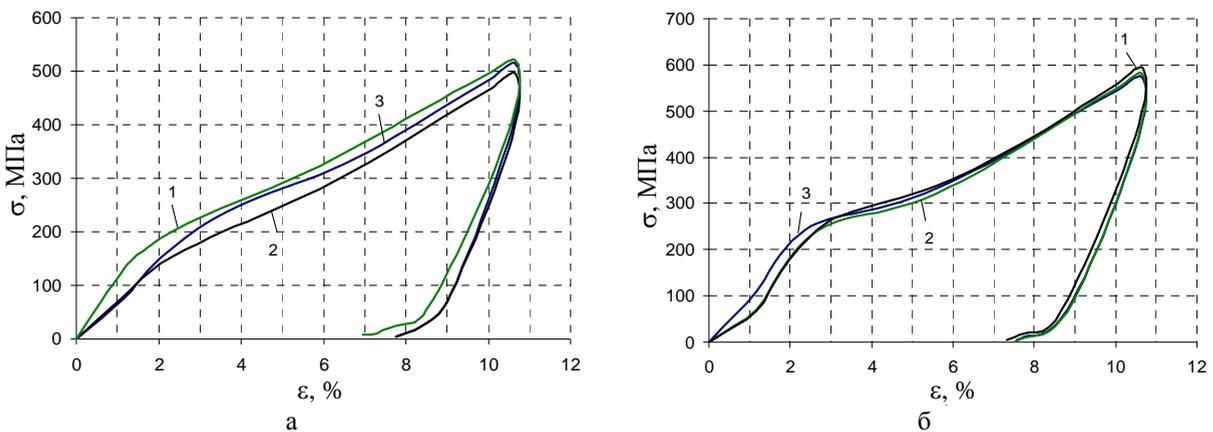
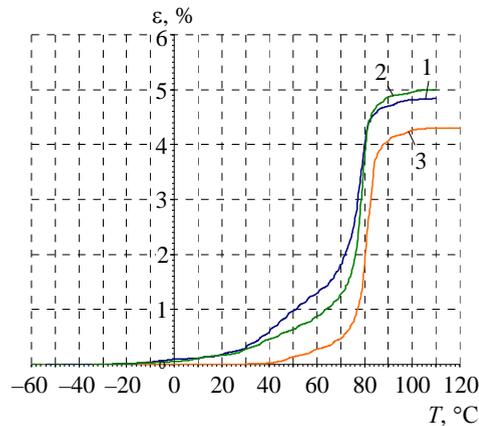


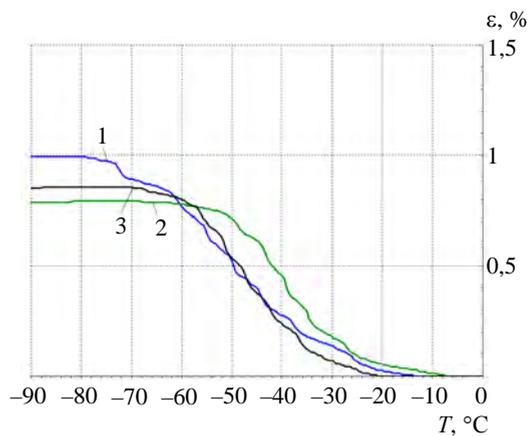
Рис. 4. Типичные диаграммы растяжения (наведения деформации) в координатах  $\sigma$ – $\epsilon$  образцов сплава Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом (а) и прессованном (б) состояниях после различных видов и режимов термообработки, полученные по результатам испытаний на машине UTS-100K при температурах  $-55 \dots -65$  °C со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ : 1 – ТО № 1; 2 – ТО № 2; 3 – ТО № 4

Типичные диаграммы формовосстановления образцов сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 при нагреве (проявлении ЭПФ) и формоизменения при охлаждении (проявлении ЭОПФ) представлены на рис. 5.

По этим диаграммам методом касательных определяли температуры начала  $A_{s\text{ЭПФ}}$  и окончания  $A_{f\text{ЭПФ}}$  формовосстановления в свободном состоянии при проявлении ЭПФ и температуры начала  $M_{s\text{ЭОПФ}}$  и окончания  $M_{f\text{ЭОПФ}}$  формоизменения при проявлении ЭОПФ в свободном состоянии во время охлаждения после проявления ЭПФ. Касательные проводили к участку наиболее интенсивного роста изменения деформации от температуры. По диаграммам также определяли значение наведенной образцу деформации растяжением  $\epsilon_p$ , значение термически обратимой деформации восстановления  $\epsilon_{\text{ЭПФ}}$  при отсутствии противодействия при проявлении ЭПФ, а также значение обратимой деформации при проявлении ЭОПФ  $\epsilon_{\text{ЭОПФ}}$  в диапазоне прямого мартенситного превращения.



а



б

Рис. 5. Типичные диаграммы формовосстановления (формоизменения) образцов сплава Ti–Ni–Nb партии № 2 в прессованном состоянии (после различных видов и режимов термообработки) после предварительной деформации растяжением при температурах  $-55\dots-65\text{ }^\circ\text{C}$  со скоростью деформации  $\dot{\varepsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3}\text{ c}^{-1}$ : а – формовосстановление при проявлении ЭПФ; б – формоизменение при проявлении ЭОПФ; 1 – ТО № 1; 2 – ТО № 2; 3 – ТО № 4

На рис. 6 приведены типичные диаграммы формовосстановления (формоизменения) образца сплава Ti–Ni–Nb (партия № 2) в прессованном состоянии при проявлении ЭПФ и ЭОПФ соответственно, на которых обозначены определяемые по ним термомеханические характеристики.

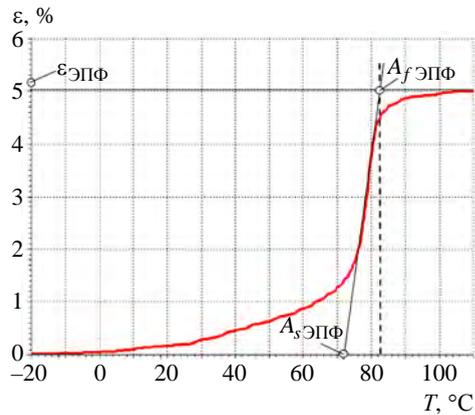
Степень восстановления формы  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  при проявлении ЭПФ в диапазоне обратного мартенситного превращения определяли по формуле

$$\eta_{\text{ЭПФ}} = \frac{\varepsilon_{\text{ЭПФ}}}{\varepsilon_p}, \quad (1)$$

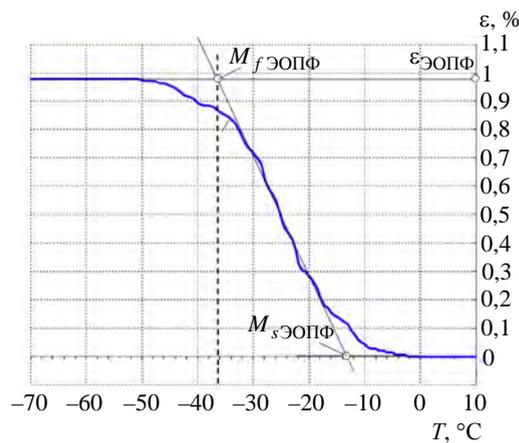
а степень проявления эффекта обратимой памяти формы  $\eta_{\text{ЭОПФ}}$  в диапазоне прямого мартенситного превращения – по формуле

$$\eta_{\text{ЭОПФ}} = \frac{\varepsilon_{\text{ЭОПФ}}}{\varepsilon_p}, \quad (2)$$

где  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  и  $\varepsilon_{\text{ЭОПФ}}$  – величины проявления ЭПФ и ЭОПФ соответственно;  $\varepsilon_p$  – наведенная деформация.



а



б

Рис. 6. Типичная диаграмма формовосстановления (а) и формоизменения (б) образца сплава системы Ti–Ni–Nb (партия № 2) в прессованном состоянии при проявлении ЭПФ и ЭОПФ после предварительной деформации растяжением при температурах  $-55...-65$  °C со скоростью деформации  $\dot{\varepsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  с указанием определяемых термомеханических характеристик: а – формовосстановление при проявлении ЭПФ; б – формоизменение при проявлении ЭОПФ

Также рассчитывали гистерезис характеристических температур формовосстановления (формоизменения) при проявлении ЭПФ (ЭОПФ)  $|A_{s\text{ЭПФ}} - M_{f\text{ЭОПФ}}|$ .

Средние значения полученных в результате проведенных экспериментов термомеханических характеристик (с учетом инструментальных погрешностей для характеристических температур и гистерезиса превращения  $\pm 1$  °C, для  $\varepsilon_p$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭОПФ}}$  –  $\pm 0,1$  %, для степеней  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  и  $\eta_{\text{ЭОПФ}}$  –  $\pm 0,01$ ) сплава системы Ti–Ni–Nb (партии № 1 и № 2) в литом и прессованном состояниях (после различных видов и режимов термообработки) при проявлении ЭПФ и ЭОПФ представлены в табл. 4.

Таблица 4

Средние значения термомеханических характеристик сплавов системы Ti – Ni – Nb партий № 1 и № 2 в литом и прессованном состояниях (после различных видов и режимов термообработки) при проявлении ЭПФ и ЭОПФ после предварительной деформации растяжением при температурах  $-55 \dots -70$  °С со скоростью  $\dot{\epsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Режим ТО	$\epsilon_0$ , %	$\epsilon_p$ , %	$A_{s\text{ЭПФ}}$ , °С	$A_{f\text{ЭПФ}}$ , °С	$\epsilon_{\text{ЭПФ}}$ , %	$\eta_{\text{ЭПФ}}$	$M_{s\text{ЭОПФ}}$ , °С	$M_{f\text{ЭОПФ}}$ , °С	$\eta_{\text{ЭОПФ}}$ , %	$\eta_{\text{ЭОПФ}}$	Гистерезис $ A_{s\text{ЭПФ}} - M_{f\text{ЭОПФ}} $ , °С
№ 1 литой											
№ 1	11	7,3	56	75	5,5	0,75	-26	-66	1,1	0,15	122
№ 3	11	7,6	67	84	5,6	0,74	-19	-59	1,3	0,18	126
№ 4	11	7,8	67	83	5,2	0,68	-33	-60	1,0	0,12	127
№ 2 литой											
№ 1	11	7,8	24	51	5,8	0,76	*	*	*	*	*
№ 2	11	8,0	47	69	5,8	0,73	-44	-106	0,6	0,08	154
№ 4	11	8,0	36	62	6,3	0,79	-49	-101	1,0	0,13	140
№ 2 прессованный											
№ 1	11	7,7	67	81	5,1	0,67	-25	-63	0,9	0,12	130
№ 2	11	7,6	70	84	4,8	0,63	-24	-47	0,8	0,11	119
№ 4	11	7,7	76	86	4,3	0,56	-33	-51	0,9	0,12	127

\* Значения не определены в связи с отсутствием проявления ЭОПФ.

Сравнение температур фазовых превращений  $A_s$  и  $A_f$  (см. табл. 2) и характеристических температур формовосстановления  $A_{sЭПФ}$  и  $A_{fЭПФ}$  при проявлении ЭПФ (см. табл. 4) образцов сплава системы Ti–Ni–Nb партий № 1 в литом состоянии и № 2 в литом и прессованном состояниях после ТО № 1, № 3 (№ 2) и № 4 показывает, что температуры  $A_{sЭПФ}$  и  $A_{fЭПФ}$  положительны и значительно выше, чем температуры  $A_s$  и  $A_f$ , что вызвано деформацией образцов.

Для исследования влияния термической обработки на термомеханические характеристики сплава системы Ti–Ni–Nb партий № 1 и № 2 в литом и прессованном состояниях были применены методы математической статистики. Проверка каждой выборки значений ТМХ при ТО по режимам № 1, № 2 (№ 3) и № 4 на соответствие распределения нормальному по критерию Колмогорова показала, что распределение не отличается от теоретического [9, 10]; для каждой выборки были рассчитаны среднее значение, среднее квадратическое отклонение, коэффициент вариации.

Дополнительно была проведена проверка на однородность выборок значений термомеханических характеристик, соответствующих режимам: ТО № 1 и ТО № 2 (№ 3), ТО № 1 и ТО № 4, ТО № 2 (№ 3) и ТО № 4. Проверку на однородность дисперсий проводили по критерию Фишера, средних – по критерию Стьюдента и приближенному  $t$ -критерию (при неоднородности дисперсий) [11].

На рис. 7 (для характеристических температур формовосстановления  $A_{sЭПФ}$  и  $A_{fЭПФ}$ ) и рис. 8 (для термически обратимой деформации восстановления  $\varepsilon_{ЭПФ}$  и степени восстановления формы  $\eta_{ЭПФ}$  при проявлении ЭПФ) для сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом и прессованном состояниях после различных видов и режимов термообработки представлены средние значения указанных ТМХ и отложенные от них интервалы, равные  $\pm 1s$  ( $s$  – выборочное среднее квадратическое (стандартное) отклонение).

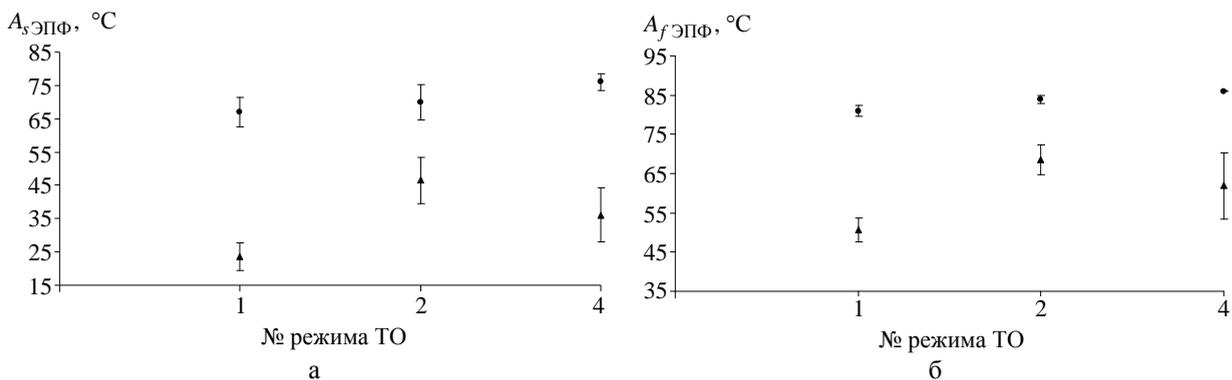


Рис. 7. Средние значения и отложенные от них интервалы, равные  $\pm 1s$ , температуры начала  $A_{sЭПФ}$  (а) и окончания  $A_{fЭПФ}$  (б) формовосстановления образцов сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом (▲) и прессованном (●) состояниях, соответствующие различным видам и режимам термообработки

Статистическая обработка экспериментальных данных показала, что закалка (ТО № 3) и вакуумный отжиг (ТО № 4) по сравнению с исходным состоянием (ТО № 1) статистически значимо влияют на температуру  $A_{sЭПФ}$  (увеличивают на 11 °C), вакуумный отжиг (ТО № 4) по сравнению с исходным состоянием (ТО № 1) статистически значимо влияет на температуру  $A_{fЭПФ}$  (увеличивает на 8 °C) сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 1 в литом состоянии. Для остальных термо-

механических характеристик данного сплава не выявлено статистически значимого влияния режимов закалки (ТО № 3) и отжига (ТО № 4) по сравнению с исходным режимом, а также статистически значимого различия между режимами закалки (ТО № 3) и вакуумного отжига (ТО № 4).

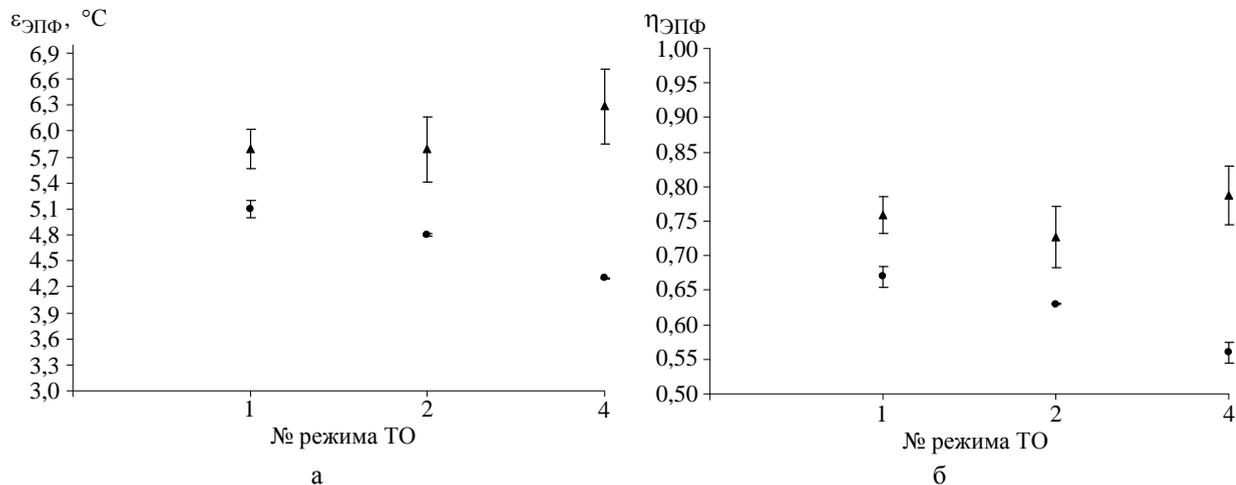


Рис. 8. Средние значения и отложенные от них интервалы, равные  $\pm 1s$ , значения термически обратимой деформации восстановления  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  (а) и степени восстановления формы  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  (б) при проявлении ЭПФ для сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом (▲) и прессованном (●) состояниях, соответствующие различным видам и режимам термообработки

Для сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 (см. табл. 4 и рис. 7, 8):

– закалка (ТО № 2) по сравнению с исходным состоянием (ТО № 1) статистически значимо влияет на температуры  $A_{s\text{ЭПФ}}$  и  $A_{f\text{ЭПФ}}$  (увеличивает на 23 и 18 °C соответственно) сплава в литом состоянии и на  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  (уменьшает на 0,3 %) – в прессованном;

– вакуумный отжиг (ТО № 4) по сравнению с исходным состоянием (ТО № 1) статистически значимо влияет на  $A_{s\text{ЭПФ}}$ ,  $A_{f\text{ЭПФ}}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  (увеличивает на 12, 11 °C и на 0,5 % соответственно) сплава в литом состоянии и на  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  (уменьшает на 0,8 %, 0,11 соответственно) – в прессованном;

– вакуумный отжиг (ТО № 4) по сравнению с закалкой (ТО № 2) статистически значимо влияет на  $A_{s\text{ЭПФ}}$  (уменьшает на 11 °C),  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭОПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭОПФ}}$  (увеличивает на 0,5 %, 0,06, 0,4 %, 0,05 соответственно), гистерезис ( $A_{s\text{ЭПФ}} - M_{f\text{ЭОПФ}}$ ) (уменьшает на 14 °C) сплава в литом состоянии и на  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  (уменьшает на 0,5 %, 0,07 соответственно),  $\varepsilon_{\text{ЭОПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭОПФ}}$  (увеличивает на 0,1 %, 0,01 соответственно) – в прессованном.

Для остальных термомеханических характеристик сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в литом и прессованном состояниях не выявлено статистически значимого влияния режимов закалки (ТО № 2) и отжига (ТО № 4) по сравнению с исходным режимом, а также статистически значимого различия между режимами закалки (ТО № 2) и вакуумного отжига (ТО № 4).

Необходимо отметить, что у сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в прессованном состоянии после различных видов и режимов термической обработки (особенно в исходном состоянии (ТО № 1) и после вакуумного отжига (ТО № 4)) по сравнению с литым состоянием значимо по-

вышаются характеристические температуры формовосстановления (формоизменения) при проявлении ЭПФ и ЭОПФ; значительно уменьшаются значения  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ ,  $\eta_{\text{ЭПФ}}$ . Например, в исходном состоянии (ТО № 1) и после вакуумного отжига (ТО № 4) у сплава в прессованном состоянии по сравнению с литым состоянием  $A_{s\text{ЭПФ}}$  повышается на 43 и 40 °С,  $A_{f\text{ЭПФ}}$  – на 30 и 24 °С;  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  уменьшается на 0,7 и 2 %,  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  – на 0,09 и на 0,23 соответственно. Гистерезис  $|A_{s\text{ЭПФ}} - M_{f\text{ЭОПФ}}|$  более существенно уменьшается после закалки (ТО № 2), чем после вакуумного отжига (ТО № 4) – на 35 и 13 °С соответственно.

Кроме того, из табл. 4 видно, что средние значения температуры начала формовосстановления при проявлении ЭПФ  $A_{s\text{ЭПФ}}$ , определенные методом касательных, более всего отличаются от комнатной температуры  $T_{\text{комн}} = 20\text{--}25$  °С для сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 в прессованном состоянии после любой термообработки (ТО № 1, 2, 4). Однако из диаграмм формовосстановления (см. рис. 5,а) видно, что только для сплава в прессованном состоянии после вакуумного отжига (ТО № 4) температура формовосстановления на начальном этапе выше  $T_{\text{комн}}$  и составляет ~40 °С, т. е. такие муфты после дорнования (наведения деформации) можно хранить при комнатной температуре без потери наведенной деформации. Во всех остальных случаях температура формовосстановления на начальном этапе ниже  $T_{\text{комн}}$  и ниже –10 °С, т. е. при комнатной температуре уже происходит частичное формовосстановление (до 1/5), и такие муфты после дорнования необходимо хранить при отрицательных температурах или сразу же использовать для сборки ТМС трубопроводов.

В дальнейшем результаты проведенных исследований были использованы при разработке прогрессивной технологии ТМС трубопроводов муфтами, изготовленными из сплава системы Ti–Ni–Nb партии № 2 и отожженными в вакууме, для трубопроводов диаметром 12 мм и определения характеристик прочности трубопроводов. При этом средние значения полученного при испытаниях максимального давления герметичности для ТМС муфтами из сплава Ti–Ni–Nb в литом состоянии составили 150 МПа, максимального давления разрушения (несущей способности) – 160 МПа. У сплава Ti–Ni–Nb в прессованном состоянии средние значения полученного при испытаниях давления герметичности составили 160 МПа, несущей способности – 165 МПа.

## Заключение

Приведены результаты исследований элементного и фазового состава сплавов системы Ti–Ni–Nb в литом и прессованном состояниях, их микроструктуры, кинетики и температур фазовых превращений, основных механических характеристик. Исследованы термомеханические характеристики данных сплавов и влияние различных видов и режимов термической обработки на них. Результатами проведенных исследований подтверждена пригодность данных сплавов для использования в качестве материала муфт, предназначенных для разработки прогрессивной технологии термомеханического соединения трубопроводов и цилиндрических элементов конструкций. Наиболее предпочтительным выбран сплав системы Ti–Ni–Nb в прессованном состоянии после отжига в вакууме, так как муфты, изготовленные из этого сплава, после дорнования (наведения деформации) можно хранить при температурах до 40 °С без потери наведенной деформации. Изменяя определенные механические и термомеханические характеристики сплавов системы

Ti–Ni–Nb в литом или в прессованном состояниях с помощью различных видов и режимов термообработки, можно расширить область применения этих материалов.

### Список литературы

1. Лихачев В. А., Шиманский С. Р. Влияние композиции Ti–Ni–Nb на ее свойства и работоспособность. Деп. в ВИНТИ, 1984, № 7865-84.
2. Удовенко В. А., Потапов П. Л., Прокошкин С. Д. и др. Исследование функциональных свойств сплава Ti–45 %Ni–10 %Nb с широким гистерезисом мартенситного превращения // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2000. № 9. С. 19–22.
3. Абрамов В. Я., Александрова Н. М., Боровков Д. В. и др. Структура и функциональные свойства термически и термомеханически обработанных сплавов на основе Ti–Ni–Nb с широким мартенситным гистерезисом. I. Тройные сплавы Ti–Ni–Nb // *Физика металлов и металловедение*. 2006. Т. 101, № 4. С. 436–446.
4. Попов Н. Н., Прокошкин С. Д., Сидоркин М. Ю. и др. Исследование влияния термомеханической обработки на структуру и функциональные свойства сплава 45Ti–45Ni–10Nb // *Металлы*. 2007. № 1. С. 71–77.
5. Абрамов В. Я., Александрова Н. М., Боровков Д. В. и др. Реализация обратимой деформации, генерация и релаксация реактивного напряжения в сплавах Ti–Ni–Nb(–Zr) с широким мартенситным гистерезисом // *Материаловедение*. 2007. № 7. С. 5–11.
6. Попов Н. Н., Сысоева Т. И., Прокошкин С. Д. и др. Исследование механических свойств и реактивных напряжений сплавов с памятью формы системы Ti–Ni–Nb // *Металлы*. 2007. № 4. С. 62–70.
7. Попов Н. Н., Прокошкин С. Д., Сысоева Т. И. и др. Исследование влияния химического и фазового состава на термомеханические свойства сплавов с памятью формы системы Ti–Ni–Nb // *Материалы XLVI Международ. конф. «Актуальные проблемы прочности»*. – Витебск: ВГТУ, 2007. С. 15–21.
8. *Alphabetical Index Inorganic Phases. Powder Diffraction File*. – U.S.A.: International Center for Diffraction Data, 1989.
9. Кулаичев А. П. Универсальный программный статистический пакет STADIA (версия 7.0) для Windows. – М.: НПО «Информатика и компьютеры», 2007.
10. Кулаичев А. П. Методы и средства комплексного анализа данных. – М.: Форум – Инфра-М, 2006.
11. Степнов М. Н. Статистические методы обработки результатов механических испытаний. – М.: Машиностроение, 1985.

## **Study of Thermomechanical Characteristics of Ti–Ni–Nb Alloy System with Shape Memory and How They Are Influenced by Thermal Treatment**

N. N. Popov, V. F. Larkin, D. V. Presnyakov, A. A. Aushev, T. I. Sysoyeva,  
A. A. Kostyleva, E. B. Suvorova

*This work presents the study of shape memory alloy properties based on titanium nickelide alloyed with niobium (Nb) in order to implement them while developing an advanced technology for thermo-mechanical connection of pipelines and cylinder structural elements with couplings made of these alloys. This study allowed us to determine the elemental and phase compositions of Ti–Ni–Nb alloy system in the cast and pressed states; to investigate its microstructure, kinetics and phase transformation temperature; to define main mechanical characteristics; to study thermo-mechanical characteristics as well as how they are influenced by different types and modes of thermal treatment. The study results proved the applicability of these alloys for thermo-mechanical connections of pipelines. Moreover, the couplings can be stored at the temperature up to 40° without a loss of induced deformation. Changing specific mechanical and thermo-mechanical characteristics of Ti–Ni–Nb alloy system in the cast and pressed states with the usage of different types and modes of thermal treatment makes it possible to expand the areas of these materials application.*