

# **Влияние ударно-волнового нагружения на механические и термомеханические характеристики сплавов с памятью формы 45Ti–45Ni–10Nb и 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr**

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

*Изучено поведение сплавов с памятью формы систем 45Ti–45Ni–10Nb и 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr в условиях воздействия высокоинтенсивной динамической деформации с целью дальнейшего использования полученных результатов в разработке технологий на основе сплавов с памятью формы. Определен элементный и фазовый состав литых сплавов в исходном состоянии, а также фазовый состав, кинетика и температуры фазовых превращений после термообработки (отжиг в вакууме 4 ч при 850 °С, охлаждение с печью). Определены механические и термомеханические характеристики сплавов до и после ударно-волнового нагружения.*

## ***Введение***

Сплавы, обладающие эффектом памяти формы (ЭПФ), благодаря своим уникальным свойствам в настоящее время находят широкое применение в промышленности и медицине [1–3]. В ряде случаев сплавы с ЭПФ могут применяться для изготовления элементов конструкций, испытывающих в процессе эксплуатации нагрузки ударно-волнового типа. Данные исследования проводили с целью получения сведений о поведении сплавов с памятью формы (СПФ) систем Ti–Ni–Nb и Ti–Ni–Nb–Zr в условиях воздействия высокоинтенсивной динамической деформации. Результаты этих исследований могут быть использованы для разработки технологий на основе СПФ.

### Материал и методики исследования

Для проведения испытаний использовали прутки литых сплавов 45Ti–45Ni–10Nb (ат. %) партий № 101 и № 101.1 (в дальнейшем партии № 1 и № 2 соответственно) и 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr (ат. %) партии № 101.3п (в дальнейшем партия № 3) диаметром 50 мм, из которых сначала изготавливали диски диаметром 48 мм и толщиной 20 мм. Диски подвергали термообработке (отжиг в вакууме при температуре 850 °С в течение 4 ч, охлаждение с печью). Затем часть дисков подвергали ударно-волновому нагружению (УВН). Из дисков до и после ударно-волнового нагружения изготавливали цилиндрические образцы длиной 20 мм, диаметром и длиной рабочей части 3 и 8 мм соответственно.

Ударно-волновое нагружение дисков проводили при комнатной температуре в баллистической ударной трубе БУТ-76 [4] по схеме, представленной на рис. 1. Диски запрессовывали в стальные обоймы наружным диаметром 95 мм и нагружали стальными ударниками диаметром 75 мм и высотой 22 мм со скоростью нагружения (скоростью полета ударника)  $W_0 = 103,5$  м/с.

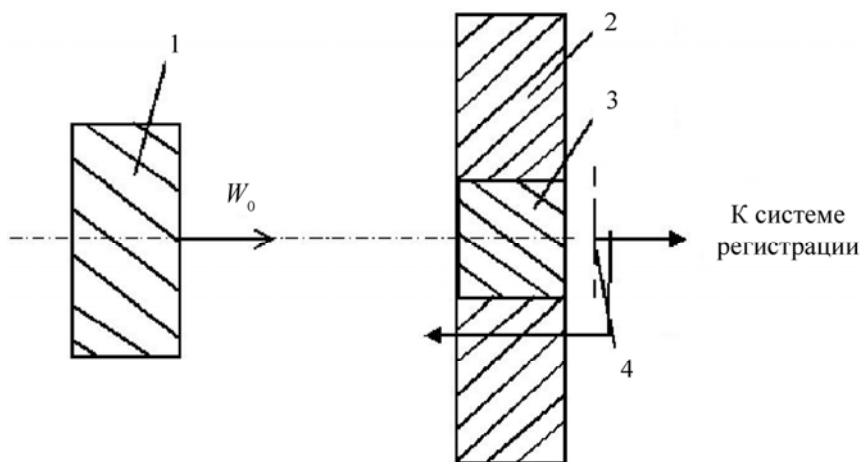


Рис. 1. Схема проведения экспериментов по УВН: 1 – ударник; 2 – обойма с диском; 3 – исследуемый диск; 4 – датчики регистрации подлетной скорости ударника и скорости свободной поверхности образца

Определение элементного качественного и количественного состава сплавов систем Ti–Ni–Nb партий № 1, 2 и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 в исходном состоянии до УВН проводили на электронно-зондовом микроанализаторе при следующих условиях: напряжение на аноде 20 кВ, ток  $3 \cdot 10^{-8}$  А, диаметр электронного зонда 40 мкм. В качестве эталонов использовали стандарты чистых металлов Ti, Ni, Nb и Zr.

Количественный состав сплавов определяли по результатам 11–14 измерений. В качестве погрешности определения средней концентрации элементов (Ti, Ni, Nb) приведена ошибка  $\Delta = \pm t_{N-1} \cdot s / \sqrt{N}$ , где  $t_{N-1}$  – табличное значение коэффициента Стьюдента при доверительной вероятности 0,95,  $s$  – среднее квадратическое отклонение выборки,  $N$  – число измерений в выборке.

Идентификацию фаз, наблюдаемых в режиме контраста по атомному номеру (рис. 2), проводили при напряжении на аноде 20 кВ, токе  $3 \cdot 10^{-8}$  А и сфокусированном электронном зонде, что соответствовало объему единичного измерения  $\sim 1\text{--}2$  мкм<sup>3</sup>. Для каждой фазы количество измерений равнялось трем.

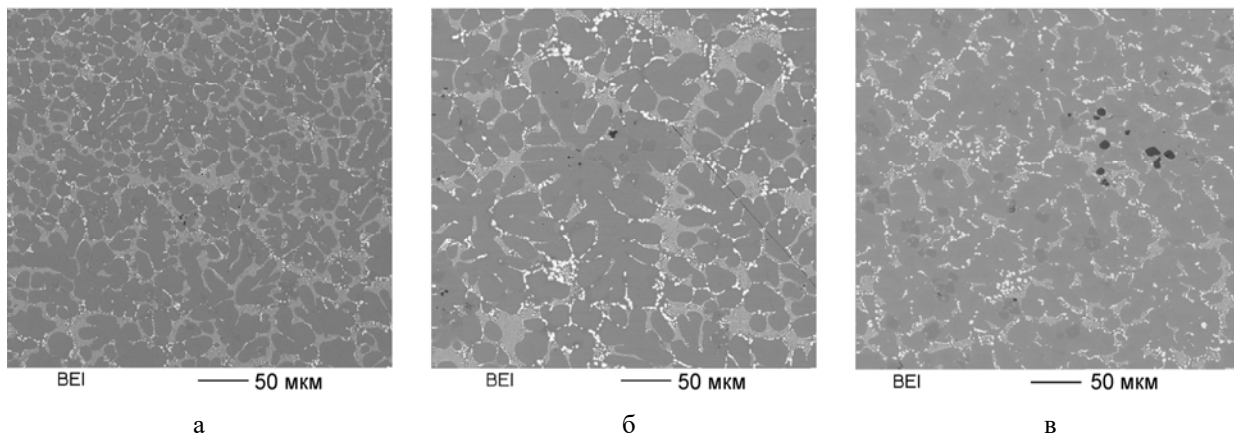


Рис. 2. Микроструктура сплавов систем Ti–Ni–Nb партий № 1 (а), № 2 (б) и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 (в) в исходном состоянии

Исследование фазового состава выполняли на дифрактометре с широкоугловым гониометром при комнатной температуре в излучении медного анода при напряжении на аноде трубки 40 кВ, токе трубки 100 мА. Исследование кинетики мартенситных превращений с определением температур фазовых переходов проводили на низкотемпературной приставке дифрактометра при температуре от 30 °С до –180 °С.

Механические испытания на растяжение образцов исследуемых сплавов, изготовленных из дисков до и после УВН, осуществляли на испытательной машине UTS-100K в диапазоне температур  $T = -60 \dots -70$  °С, который соответствует температурному интервалу  $M_s - M_f$  прямого мартенситного превращения, со скоростью передвижения траверсы 1 мм/мин (скорость деформации во время растяжения образцов  $\dot{\epsilon} \approx 2,1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ). По диаграммам растяжения образцов исследуемых сплавов Ti–Ni–Nb партии № 1 (аналогично для партии № 2) и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 в координатах  $\sigma - \epsilon$  (рис. 3, см. также цв. вкл.) определяли предел фазовой текучести  $\sigma_{\text{ф}}$ , предел деформационной текучести СПФ  $\sigma_{\text{Т}}^{\text{СПФ}}$ , предел прочности  $\sigma_{\text{в}}$  и максимальную деформацию образца перед разрывом  $\epsilon_0^{\text{max}}$ , соответствующую напряжению предела прочности; по результатам измерения длины рабочей части образцов до и после разрушения определяли относительное остаточное удлинение  $\delta_{\text{ост}}$ . На диаграммах растяжения буква У перед номером партии сплава означает состояние исследуемого образца после УВН (отсутствие буквы У – состояние исследуемого образца до УВН); последняя цифра обозначает порядковый номер образца.

Для определения термомеханических характеристик (ТМХ) на испытательной машине UTS-100K при температуре  $T = -60 \dots -70$  °С образцам навели деформацию растяжением со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при заданной общей деформации  $\epsilon_0 = 11$  %. По диаграммам наведения деформации растяжением, представленным на рис. 4 (см. также цв. вкл.), определяли наведенную деформацию  $\epsilon_{\text{р}}$  (остаточную деформацию после разгрузки).

Сразу же после наведения деформации при температуре  $T = -60 \dots -70$  °С исследуемые образцы при отрицательной температуре устанавливали поочередно в предварительно охлажденную до такой же температуры термокамеру устройства P1084 для исследования ТМХ материалов с памятью формы [5]. Затем образцы нагревали до  $T = 90$  °С со скоростью 4 °С/мин и охлаждали до  $T = -150$  °С (сначала образец остывал вместе с печью примерно до температуры  $T = 40 - 50$  °С,

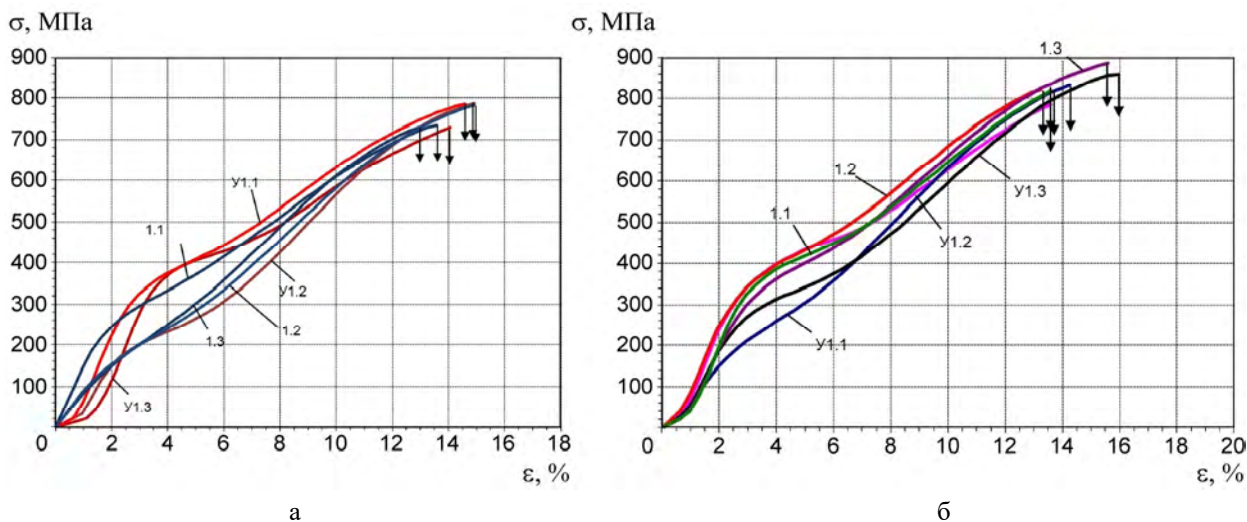


Рис. 3. Диаграммы растяжения образцов литых сплавов систем Ti–Ni–Nb партии № 1 (а) и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 (б), полученные по результатам испытаний на машине UTS-100K, до и после УВН при комнатной температуре со скоростью подлета ударника  $W_0 = 103,5$  м/с (↓ – начало разрушения образца)

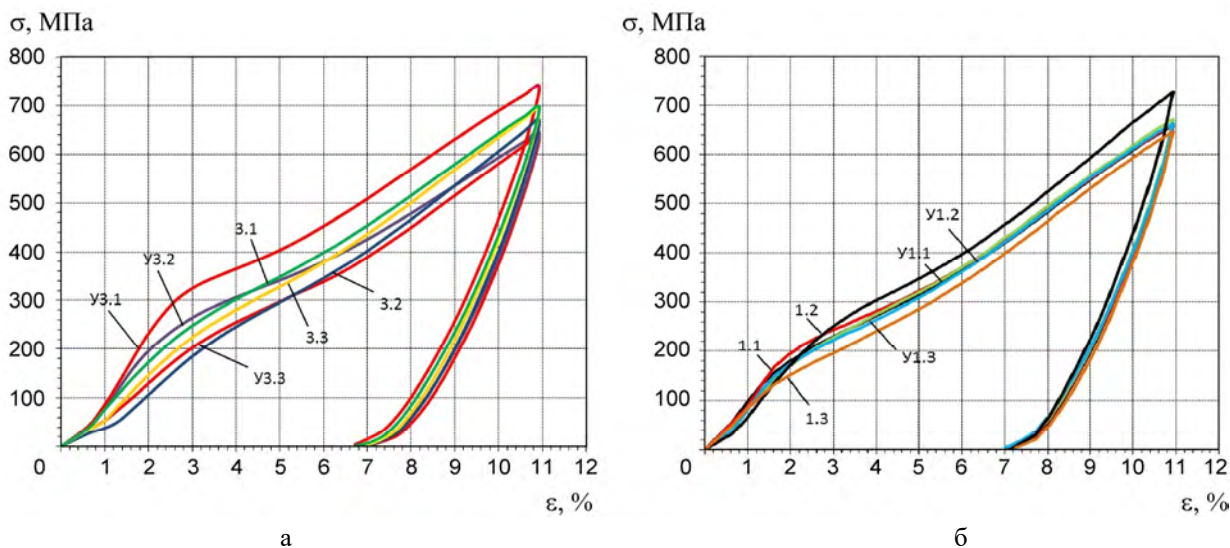


Рис. 4. Диаграммы наведения деформации растяжением при  $\epsilon_0 = 11$  % образцам литых сплавов систем Ti–Ni–Nb партии № 1 (а) и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 (б) при  $T = -60 \dots -70$  °С со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 1,2 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> до и после УВН со скоростью подлета ударника  $W_0 = 103,5$  м/с

дальнейшее охлаждение осуществлялось с помощью паров жидкого азота). При нагреве образец укорачивался – наблюдалось проявление эффекта памяти формы.

По диаграммам формовосстановления (рис. 5, см. также цв. вкл.) определяли характеристические температуры  $A_s^{ЭПФн}$ ,  $A_f^{ЭПФк}$ , соответственно, на начальной и конечной стадиях всего этапа формовосстановления при проявлении ЭПФ. Методом касательных определяли температуры

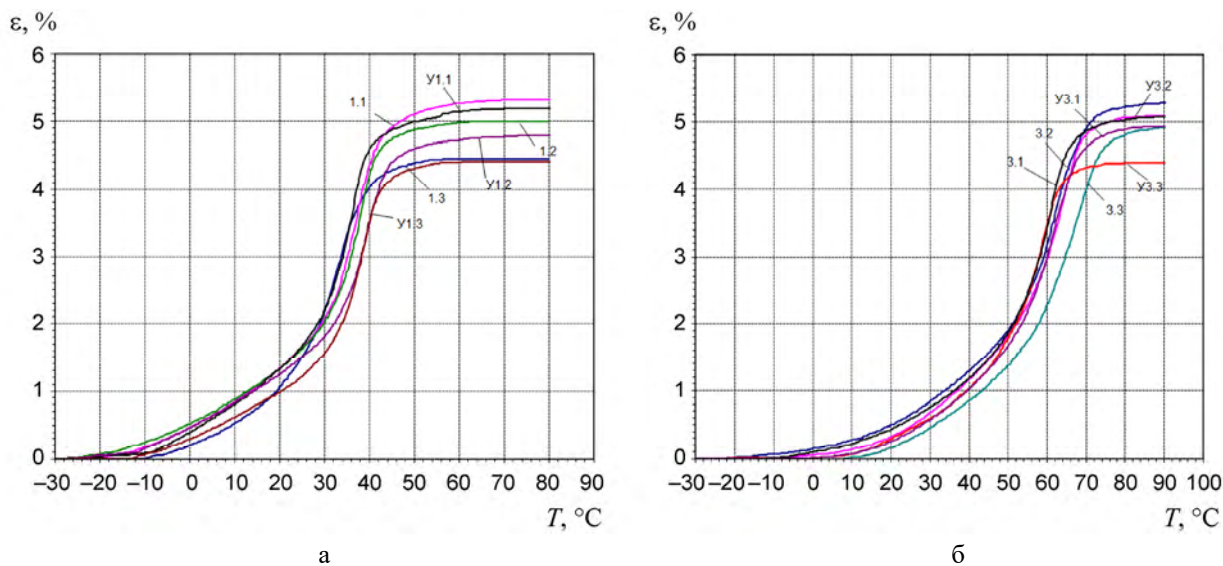


Рис. 5. Диаграммы формовосстановления образцов при проявлении ЭПФ в литых сплавах Ti–Ni–Nb партии № 1 (а) и Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 (б) при  $T = -60 \dots -70$  °С со скоростью деформации  $\dot{\varepsilon} = 1.2 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> до и после УВН со скоростью полета ударника  $W_0 = 103,5$  м/с

начала  $A_s^{\text{ЭПФ}}$  и окончания  $A_f^{\text{ЭПФ}}$  основного этапа формовосстановления при проявлении ЭПФ. Также по диаграммам определяли термически обратимую деформацию восстановления  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ . Степень восстановления формы  $\eta_{\text{ЭПФ}}$  определяли по формуле  $\eta_{\text{ЭПФ}} = \varepsilon_{\text{ЭПФ}} / \varepsilon_p$ .

Статистическую обработку значений параметров механических и термомеханических характеристик до и после УВН проводили с помощью программы для расчета и статистической обработки экспериментальных данных «Автоматизация», а также встроенных в приложение Excel статистических и математических функций. Перед проведением статистических расчетов значения для каждой механической и термомеханической характеристики объединяли в выборки. Каждую выборку проверяли на соответствие распределения нормальному по критерию Колмогорова [6, 7]; некоторые значения выборок отбраковывали в результате проверки по критерию Смирнова для отбрасывания резко выделяющихся результатов испытаний [8]; для каждой выборки рассчитывали среднее значение, среднее квадратическое отклонение (СКО), коэффициент вариации  $K_{\text{вар}}$ . Дополнительно проверку на однородность дисперсий выборок проводили по критерию Фишера, проверку на однородность средних значений выборок – по критерию Стьюдента и приближенному t-критерию (при неоднородности дисперсий выборок), допустимых для статистической обработки выборок малых объемов, при уровне значимости  $\alpha = 0,05$  и числе степеней свободы  $k$ , рассчитанном в зависимости от условий критериев [8].

## Результаты и обсуждение

Результаты определения элементного состава сплавов систем Ti–Ni–Nb и Ti–Ni–Nb–Zr в исходном состоянии приведены в табл. 1.

Таблица 1

Средняя концентрация элементов в образцах сплавов систем Ti–Ni–Nb (партии № 1, № 2) и Ti–Ni–Nb–Zr (партия № 3) в исходном состоянии, определенных микрорентгеноспектральным методом

№ партии	Массовое содержание, %				Атомная концентрация, %			
	Ti	Ni	Nb	Zr	Ti	Ni	Nb	Zr
1	38,2 ± 0,9	45,7 ± 0,8	16,1 ± 1,4	–	45,6 ± 1,1	44,5 ± 0,8	9,9 ± 0,9	–
2	39,0 ± 0,5	45,5 ± 1,6	15,2 ± 1,9	–	46,5 ± 0,6	44,2 ± 1,6	9,3 ± 1,2	–
3	36,2 ± 1,1	45,2 ± 1,9	14,6 ± 3,0	4,9 ± 0,4	43,6 ± 1,3	44,3 ± 1,9	9,0 ± 1,8	3,1 ± 0,3

На рис. 2 показаны микроструктуры образцов, вырезанных из литых прутков сплавов систем Ti–Ni–Nb и Ti–Ni–Nb–Zr в исходном состоянии, по которым по насыщенности серого цвета выделяли области равного элементного и фазового состояния и проводили идентификацию фаз.

Анализ рис. 2 показал, что микроструктура сплавов системы Ti–Ni–Nb партий № 1, № 2 в исходном состоянии практически одинакова и состоит из зерен фазы TiNi. В межзеренном пространстве расположена эвтектика, представляющая собой чередование прослоек интерметаллида TiNi и твердого раствора на основе ниобия. В структуре также присутствуют (преимущественно по границам зерен TiNi) отдельные кристаллиты твердого раствора на основе ниобия, а также отдельные включения Ti<sub>2</sub>Ni, легированные ниобием, и отдельные включения карбида титана TiC, содержащие Nb и Ni.

Микрорентгеноспектральным методом определено, что структура литого сплава системы Ti–Ni–Nb–Zr партии № 3 при комнатной температуре в исходном состоянии состоит из следующих фаз: никелид титана, легированный ниобием и цирконием; ниобий, легированный титаном, никелем и цирконием; Ti<sub>2</sub>Ni, легированный ниобием; карбид титана, легированный ниобием. Никелид титана и ниобий существуют в виде отдельных зерен (границы зерен никелида титана четко не выявляются), а также в виде эвтектических колоний TiNi и Nb, окаймляющих границы зерен никелида титана. Частицы ниобия расположены в основном по границам зерен никелида титана. Карбиды расположены преимущественно внутри частиц Ti<sub>2</sub>Ni. Цирконий распределен равномерно в твердом растворе TiNi и входит в состав Nb и Ti<sub>2</sub>Ni; каких-либо фаз на своей основе он не образует.

По результатам рентгеноструктурного анализа сплавов систем Ti–Ni–Nb и Ti–Ni–Nb–Zr были определены температуры начала и окончания прямого ( $M_s$ ,  $M_f$ ) при охлаждении и обратного ( $A_s$ ,  $A_f$ ) при нагреве фазовых превращений (погрешность измерения ±5 °C) после отжига при температуре 850 °C в течение 4 ч (табл. 2).

Таблица 2

Температуры фазовых превращений сплавов систем Ti–Ni–Nb (партии № 1, № 2) и Ti–Ni–Nb–Zr (партия № 3) после отжига (850 °C, 4 ч)

№ партии	Температуры фазовых превращений, °C				
	$M_s$	$M_f$	$A_s$	$A_f$	Гистерезис $ A_s - M_f $
1	–55	–105	–30	20	75
2	–55	–95	–45	–5	50
3	–35	–65	–15	15	50

Результаты определения механических и термомеханических характеристик до и после ударно-волнового нагружения представлены в табл. 3 и 4.

Таблица 3

Результаты статистической обработки значений основных механических характеристик сплавов Ti–Ni–Nb (партии № 1, № 2) и Ti–Ni–Nb–Zr (партия № 3) после отжига (850 °С, 4 ч) до и после УВН

№ партии	Режим	Параметры статистической обработки	$\sigma_{\phi}$ , МПа	$\sigma_{\Gamma}^{\text{СПФ}}$ , МПа	$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	$\epsilon_0^{\text{max}}$ , %	$\delta_{\text{ост}}$ , %
1	До УВН	Среднее значение	180	714	760	14,0	9,2
		СКО	49	34	34	0,9	0,2
		$K_{\text{вар}}$ , %	27	5	4	6	2
		Объем выборки	4	4	4	4	3
	После УВН	Среднее значение	290	700	787	14,5	11,0
		СКО	99	44	1	0,5	0,8
		$K_{\text{вар}}$ , %	34	6	<1	3	7
		Объем выборки	3	3	2*	3	3
2	До УВН	Среднее значение	190	823	895	15,8	12,9
		СКО	53	15	18	0,8	0,1
		$K_{\text{вар}}$ , %	28	2	2	5	1
		Объем выборки	3	3	3	3	2
	После УВН	Среднее значение	230	770	825	15,9	10,6
		СКО	50	46	43	0,8	0,1
		$K_{\text{вар}}$ , %	22	6	5	5	1
		Объем выборки	3	3	3	3	2*
3	До УВН	Среднее значение	335	790	843	14,0	10,7
		СКО	15	35	40	1,3	1,3
		$K_{\text{вар}}$ , %	5	4	5	9	12
		Объем выборки	3	3	3	3	3
	После УВН	Среднее значение	275	760	830	14,5	13,0
		СКО	105	27	38	1,2	1,3
		$K_{\text{вар}}$ , %	38	4	5	8	10
		Объем выборки	3	3	3	3	3

Примечание: \* – уменьшение объема выборки связано с тем, что значения  $\sigma_{\text{в}} = 729$  МПа (после УВН) для партии № 1,  $\delta_{\text{ост}} = 13,1$  % (после УВН) для партии № 2 отбракованы по критерию Смирнова как резко выделяющиеся результаты испытаний [8].

Таблица 4

Результаты статистической обработки значений основных термомеханических характеристик сплавов Ti–Ni–Nb (партии № 1, № 2) и Ti–Ni–Nb–Zr (партия № 3) после отжига (850 °С, 4 ч) до и после УВН

№ партии	Режим	Параметры статистической обработки	$\varepsilon_p$ , %	$A_s^{\text{ЭПФн}}$ , °С	$A_f^{\text{ЭПФк}}$ , °С	$A_s^{\text{ЭПФ}}$ , °С	$A_f^{\text{ЭПФ}}$ , °С	$\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ , %	$\eta_{\text{ЭПФ}}$	$\left  A_s^{\text{ЭПФ}} - A_f^{\text{ЭПФ}} \right $ , °С
1	До УВН	Среднее значение	7,1	-20	64	24	42	4,9	0,69	18
		СКО	0,1	10	7	3	2	0,5	0,06	2
		$K_{\text{вар}}$ , %	2	50	11	13	5	10	9	11
		Объем выборки	3	3	3	3	3	3	3	3
	После УВН	Среднее значение	7,1	-28	68	26	43	4,8	0,68	17
		СКО	0,1	1	7	2	2	0,4	0,06	2
		$K_{\text{вар}}$ , %	1	4	10	8	5	8	9	12
		Объем выборки	3	2*	3	3	3	3	3	3
2	До УВН	Среднее значение	7,1	7	80	50	62	4,6	0,64	12
		СКО	0,1	2	3	4	2	0,5	0,08	3
		$K_{\text{вар}}$ , %	1	29	4	8	3	11	13	25
		Объем выборки	3	2*	3	3	3	3	3	3
	После УВН	Среднее значение	7,0	-19	86	42	63	4,9	0,70	21
		СКО	0,2	5	3	4	2	0,3	0,03	2
		$K_{\text{вар}}$ , %	3	26	3	10	3	6	4	10
		Объем выборки	3	3	3	3	3	3	3	3
3	До УВН	Среднее значение	6,9	-1,0	83	45	66	4,8	0,730	20
		СКО	0,2	0,7	4	1	3	0,4	0,001	0,1
		$K_{\text{вар}}$ , %	3	70	5	2	5	8	<1	<1
		Объем выборки	3	2*	3	3	3	3	2*	2*
	После УВН	Среднее значение	7,1	-8	87	47	71	5,1	0,72	24
		СКО	0,1	15	2	1	3	0,2	0,02	3
		$K_{\text{вар}}$ , %	1	190	2	2	5	4	3	13
		Объем выборки	3	3	3	3	3	3	3	3

Примечание: \* – уменьшение объема выборки связано с тем, что значения  $A_s^{\text{ЭПФн}} = -14$  °С (после УВН) для партии № 1,  $A_s^{\text{ЭПФн}} = -36$  °С (до УВН) для партии № 2,  $A_s^{\text{ЭПФн}} = -22$  °С,  $\eta_{\text{ЭПФ}} = 0,62$ ,  $\left| A_s^{\text{ЭПФ}} - A_f^{\text{ЭПФ}} \right| = 24$  °С (до УВН) для партии № 3 отбракованы в результате проверки по критерию Смирнова как резко выделяющиеся результаты испытаний [8].

В результате проведенных экспериментов и статистической обработки данных установлено, что для отожженных в вакууме сплавов 45Ti–45Ni–10Nb партий № 1, № 2 и 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr партии № 3 ударно-волновое нагружение при комнатной температуре со скоростью подлета ударника  $W_0 = 103,5$  м/с не оказывает статистически значимого влияния на значения основных механических характеристик и характеристических температур формовосстановления  $A_s^{\text{ЭПФ}}$ ,  $A_f^{\text{ЭПФ}}$ ,  $A_s^{\text{ЭПФн}}$ ,  $A_f^{\text{ЭПФк}}$ , кроме  $\delta_{\text{ост}}$ ,  $A_s^{\text{ЭПФн}}$  и  $\left| A_s^{\text{ЭПФ}} - A_f^{\text{ЭПФ}} \right|$  для сплава 45Ti–45Ni–10Nb партии № 2.



Отметим, что ранее [2] при исследовании сплава системы Ti–Ni–Fe (марка ТН1К) нами также было установлено, что предварительное УВН со скоростью до 150 м/с не приводит к существенному изменению термомеханических характеристик данного сплава.

### **Заключение**

Исследования показали, что ударно-волновое нагружение не влияет на большинство механических и термомеханических характеристик сплавов на основе никелида титана, легированных ниобием и цирконием. Это означает, что сплавы с памятью формы систем Ti–Ni–Nb и Ti–Ni–Nb–Zr можно использовать в конструкциях, подвергаемых ударно-волновому нагружению со скоростями до 100 м/с без изменения их основных механических и термомеханических характеристик.

### **Список литературы**

1. Журавлев В. Н., Пушин В. Г. Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине. – Екатеринбург: УрО РАН, 2000.
2. Попов Н. Н. Разработка прогрессивных технологий на основе материалов, обладающих эффектом памяти формы. – Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2008.
3. Пушин В. Г., Коуров Н. И., Куранова Н. Н. и др. Особенности структуры и фазовых превращений в тройных сплавах на основе TiNiFe, подвергнутых пластической деформации кручением под высоким давлением и термообработки // Физика металлов и металловедение. 2014. Т. 115, № 12. С. 391–405.
4. Минеев В. Н., Погорелов В. П., Иванов А. Г. и др. Установка для исследования поведения материалов и конструкций при динамических нагрузках // Физика горения и взрыва. 1978. Т. 14, № 3. С. 129–133.
5. Попов Н. Н., Ларькин В. Ф., Пресняков Д. В. и др. Исследование термомеханических характеристик сплавов системы Ti–Ni–Nb с памятью формы и влияния термической обработки на них // Физика металлов и металловедение. 2013. Т. 114, № 4. С. 1–11.
6. Кулаичев А. П. Универсальный программный статистический пакет STADIA (версия 7.0) для Windows. – М.: НПО «Информатика и компьютеры», 2007.
7. Кулаичев А. П. Методы и средства комплексного анализа данных. – М.: Форум-Инфра-М, 2006.
8. Степнов М. Н. Статистические методы обработки результатов механических испытаний. – М.: Машиностроение, 1985.

## **Effects of Shock-Wave Loading on Mechanical and Thermomechanical Characteristics of Shape Memory Alloys 45Ti–45Ni–10Nb and 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr**

N. N. Popov, V. F. Lar'kin, V. A. Ogorodnikov, D. V. Presnyakov, Yu. A. Lar'kina,  
A. A. Aushev, T. I. Sysoeva, Ye. B. Suvorova, A. A. Kostyleva

*Our goal was to study behavior of shape memory alloys (SMA) belonging to 45Ti–45Ni–10Nb and 43Ti–46Ni–8Nb–3Zr systems subject to high-intensive dynamic strain in order to use the results of the study in development of SMA-based technologies at follow-up stages. Test procedures involved cast alloys. Elementary and phase compositions of the alloys were identified in their initial state as well as phase composition, kinetics and temperature of phase transformations after thermal treatment (annealing in vacuum at 850 °C within 4 hours with subsequent cooling together with the furnace). Mechanical and thermomechanical characteristics of the alloys before and after shock-wave loading were specified.*