

УДК 539.3

ФАЗОВІ ПЕРЕТВОРЕННЯ ТА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ НІТИНОЛ З ПАМ'ЯТТЮ ФОРМИ

В. П. ЯСНІЙ¹, Р. ЮНГА²

¹ Тернопільський національний технічний університет імені Івана Пулюя;

² Політехніка Опольська, Польща

Досліджували сплав нітинол $Ni_{55,8}Ti_{44,2}$ у вигляді прутка діаметром 8 mm і дроту – 1,5 mm. Диференційною сканівною калориметрією встановлено температури фазових переходів, які різні для прутка і дроту. Визначено за кімнатної температури напруження початку та закінчення фазових перетворень. Проаналізовано вплив діаметра зразків на температури фазових перетворень, деформівну поведінку сплаву та його базові механічні властивості.

Ключові слова: *Ni–Ti сплав, температури фазових перетворень, діаграма деформування, масштабний чинник.*

Сплави з пам'яттю форми (СПФ) [1, 2] належать до функціональних матеріалів, яким властиві ефекти пам'яті форми і псевдопружності [1, 3, 4]. Їх застосування залежить від температур фазових перетворень, а також механічних властивостей, оскільки часто вони витримують механічні навантаження.

Особливо важливою характеристикою СПФ є температура фазових переходів, оскільки за нижчих температур матеріал знаходиться у мартенситній фазі, а за вищих – в аустенітній. Її визначають, здебільшого, методом термічного аналізу, а саме, диференційною сканівною калориметрією (ДСК) [5, 6]. Для такого аналізу достатньо лише кілька міліграмів матеріалу [7]. Через свою простоту та швидкість досліджень цей метод найпоширеніший. Він полягає у вимірюванні різниці кількості тепла, необхідного для підвищення температури в досліджуваному та еталонному зразках, як функції температури.

Мета роботи – дослідити температури фазових перетворень $Ni–Ti$ сплаву нітинол, а також визначити його базові механічні властивості за температур, наближених до кімнатної.

Особливості експериментальних методик. Досліджували $Ni–Ti$ сплав формули $Ni_{55,8}Ti_{44,2}$ (нітинол) у вигляді прутка діаметром 8 mm і дроту 1,5 mm, поставлених компанією Wuxi Xin Xin glai Steel Trade Co., LTD (Китай) [8]. Хімічний склад сплаву, заявлений у сертифікаті, такий: 55,78% Ni; 0,005% Co; 0,005% Cu; 0,005% Cr; 0,012% Fe; 0,005% Nb; 0,032% C; 0,001% H; 0,04% O; 0,001% N; 44,12% Ti, а механічні властивості за кімнатної температури такі: границя міцності 855 МПа, границя плинності 228 МПа, відносне видовження 19%.

Характеристики теплових переходів під час фазових перетворень СПФ досліджували методом ДСК за допомогою пристрою NETZSCH DSC 214 Polyma. Циліндричні зразки вагою ~ 85 mg та діаметром 4 mm, які були вирізані з прутка \varnothing 8 mm, і зразки вагою 35 mg, вирізані із дроту \varnothing 1,5 mm, поміщали на пластину тиглю з Al_2O_3 . Швидкість газового потоку 30 ml/min. Зразки нагрівали та охолоджували від -50 до $115^\circ C$ в атмосфері азоту N_2 зі швидкістю $10^\circ C/min$. Для під-

вищення достовірності отримуваних результатів кожен з циклів нагрівання і охолодження повторювали тричі.

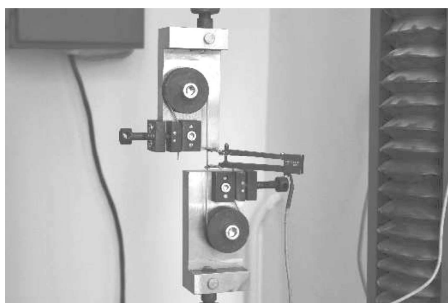


Рис. 1. Затискачі з дротом і тензометром для вимірювання поздовжньої деформації, встановлені на установці FP 100.

Fig. 1. Grips with wire and extensometer for measuring elongation installed on the set FP 100.

Механічні властивості СПФ визначали на повітрі за температури 20°C для прутка і 18°C для дроту. З прутка виготовляли циліндричні зразки діаметром робочої ділянки 5 mm та завдовжки 12,5 mm, які розтягували на машині STM-10. Дріт \varnothing 1,5 mm випробовували на модернізованій машині FP 100 з автоматизованим керуванням і системою збирання даних [8], використовуючи спеціальні затискачі дроту (рис. 1). Дріт навантажували переміщенням траверси зі швидкістю 3 mm/min, а зразки \varnothing 5 mm – штока зі швидкістю 0,25 mm/min, відповідно до вимог [9]. В обох випадках реєстрували зусилля і поздовжню деформацію з базою вимірювань 12 mm.

Результати досліджень. ДСК аналіз подано в координатах потік тепла–температура ($F-T$): криві демонструють мартенситно-аустенітні (рис. 2a, c) та аустенітно-мартенситні (рис. 2b, d) фазові перетворення, які відбуваються в СПФ під час циклів нагріву та охолодження відповідно. Зіставлення температур фазових переходів підтверджує зворотний характер зміни кристалографічної структури досліджуваного матеріалу. Під час нагрівання фазовий перехід відбувається в діапазоні температур між $-30,8^{\circ}\text{C}$ та $28,5^{\circ}\text{C}$ (екстраполяція середнього значення), а температура переходу становить $-1,2^{\circ}\text{C}$. Зворотний фазовий перехід під час охолодження відбувається між $-44,6^{\circ}\text{C}$ та $21,4^{\circ}\text{C}$, а тепловий потік досягає максимуму за температури $-9,2^{\circ}\text{C}$.

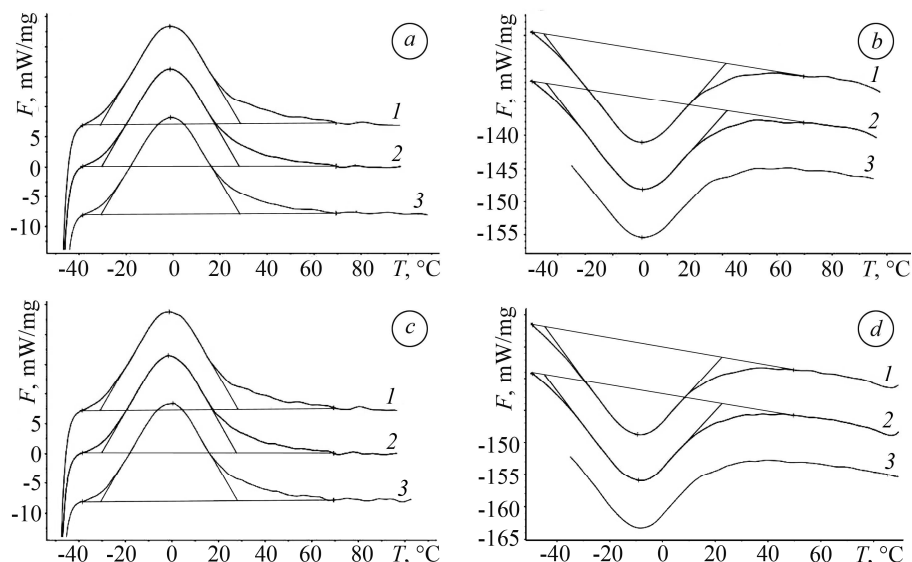


Рис. 2. ДСК аналіз прутка (a, b) і дроту (c, d) СПФ за першого (1), другого (2) і третього (3) нагрівання (a, c) та охолодження (b, d).

Fig. 2. Diffraction scanning calorimetry (DSC) analysis of the rod (a, b) and wire (c, d) of shape memory alloys (SMA) for the first (1), second (2) and third (3) heating (a, c) and cooling (b, d) mode.

Подібні температурні залежності ДСК аналізу отримано для дроту (рис. 2с, d). Зіставлення температур фазових переходів під час нагрівання та охолодження також підтверджує зворотний характер зміни кристалографічної структури досліджуваного матеріалу. Під час нагрівання фазовий перехід відбувається в діапазоні температур між $-30,5^{\circ}\text{C}$ та 28°C , а температура переходу становить $-0,7^{\circ}\text{C}$. Водночас фазовий перехід від аустеніту до мартенситу за охолодження відбувається між $-44,5^{\circ}\text{C}$ та $22,5^{\circ}\text{C}$, а тепловий потік досягає максимуму при $-9,2^{\circ}\text{C}$.

Зміна ентальпії, спричинена фазовими переходами в прутку, становила $3,547 \text{ j/g}$ під час нагрівання та $3,475 \text{ j/g}$ за охолодження (рис. 3а), а для дроту – $3,547 \text{ j/g}$ і $3,78 \text{ j/g}$ відповідно (рис. 3б).

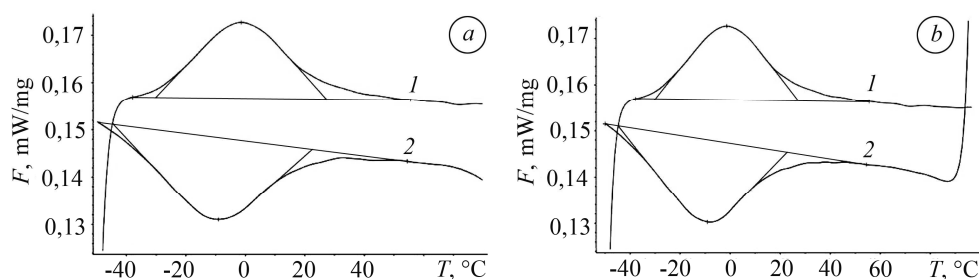


Рис. 3. Зміна ентальпії під час фазових переходів у прутку (а) та дроті (б) СПФ за нагрівання (1) та охолодження (2).

Fig. 3. Enthalpy change of SMA during phase transition in the rod (a) and wire (b) in heating (1) and cooling (2) mode.

Подано (табл. 1) узагальнені результати температур фазових перетворень досліджуваного СПФ. Тут M_s , M_f , A_s , A_f – температури початку і завершення мартенситної та аустенітної фази, відповідно. Зазначимо, що температури фазових перетворень в матеріалі дроту мають незначний розкид між окремими циклами нагрівання (охолодження) порівняно з аналогічними характеристиками для прутка. Так, максимальне відхилення від середнього значення температури завершення аустенітного перетворення A_f становить $-0,4^{\circ}\text{C}$ і $7,2^{\circ}\text{C}$ для дроту і прутка, відповідно.

Таблиця 1. Температури фазових перетворень у сплаві нітінол

СПФ	Нагрівання / охолодження	M_s	M_f	A_s	A_f
		°C			
Дріт	1-е	22,5	-44,5	-30,9	28,3
	2-е	22,5	-44,6	-30,2	27,7
	3-е	–	–	-30,6	28,2
	Усереднене значення	22,5	-44,6	-30,6	28,1
Пруток	1-е	-0,9	-32,3	–	22
	2-е	-13,7	-35,5	–	31,9
	3-е	8,0	-29,9	–	20,2
	Усереднене значення	-6,9	-32,6	–	24,7

Механічні випробування здійснювали за температур, близьких до температури завершення мартенситно-аустенітного перетворення A_f , яка відповідно дорівнює

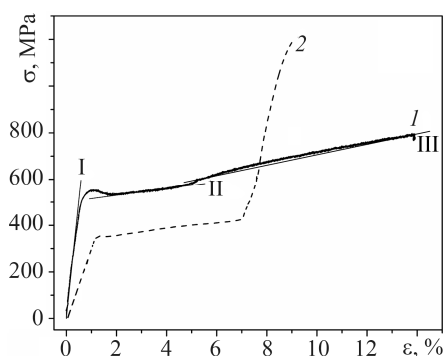


Рис. 4. Діаграми деформування циліндричного зразка діаметром робочої ділянки 5 mm (1) і дроту (2). I – аустенітна фаза; II – аустенітно-мартенситна; III – мартенситна.

Fig. 4. Stress-strain diagrams of cylindrical specimen of 5 mm in diameter (1) and wire (2). I – austenitic phase; II – austenite-martensitic; III – martensitic.

вже більша для дроту і становить 1196 МПа. Зазначимо, що визначені характеристики міцності суттєво відрізняються від заявлених в сертифікаті на постачання. Для пояснення відмінностей в значеннях характеристик СПФ, отриманих на зразках діаметром 5 і 1,5 mm, порівняно зі сертифікатом, необхідно в подальшому дослідити їх хімічний склад.

28°C і 24,7°C для дроту і прутка (табл. 1). Діаграми розтягу (рис. 4) складаються із трьох ділянок: I – пружної поведінки (аустенітна фаза); II – псевдопружної (аустенітно-мартенситна фаза), де проявляються властивості надпружності; III – пружно-пластичного деформування (мартенситна фаза), яка завершується руйнуванням зразка.

Істотно відмінні і характеристики міцності для зразків різної геометрії. Так, границя плинності (табл. 2) і плато на діаграмі деформування (рис. 4) суттєво більші для зразків Ø 5 mm. Це узгоджується з відомими результатами, наприклад [10], які свідчать, що напруження плато на діаграмі деформування збільшується зі зростанням температури випробу відповідно до відношення Клаузіса–Клайперона і може сягати 3...20 МПа/°C. Однак границя міцності

Таблиця 2. Механічні властивості нітінолу

Результати	d, mm	Температура випроб, °C	σ _{0,2}	σ _B	Модуль пружності, GPa	
			МПа		I ділянка	II ділянка
Згідно з сертифікатом	8; 1,5	–	228	855	–	–
Експерименту	8	21	523	780	102	1,39
Експерименту	1,5	18	338	1196	52,7	1,36

Більший модуль пружності прутка порівняно з дротом на першій ділянці деформування спричинений більшою відносною часткою аустенітної фази в прутку за температури випроб (табл. 2), яка майже дорівнює температурі A_f (табл. 1). На другій ділянці діаграми деформування, яка відображає перебіг аустенітно-мартенситного перетворення, модулі пружності прутка і дроту збігаються з точністю до 2%.

Відомо також, що крім хімічного складу, на деформівну поведінку СПФ впливає також товщина (діаметр), а також флуктуація температури зразка, спричинена виділенням (поглинанням) тепла внаслідок фазових перетворень під час його деформування [11].

ВИСНОВКИ

Визначено температури фазових переходів (старту і завершення аустенітного і мартенситного перетворень) нітінолу у вигляді прутка Ø 8 mm і дроту Ø 1,5 mm за кімнатних температур. Виявлено, що температура завершення аусте-

нітного перетворення у матеріалі прутка істотно нижча від аналогічного показника для дроту. Досліджено поведінку і визначено механічні властивості СПФ за деформування розтягом за кімнатних температур, які дещо нижчі від температури завершення аустенітного перетворення. Якщо початок аустенітно-мартенситного перетворення в дроті відбувається при 330 МПа, то в зразках, вирізаних із прутка – при 550 МПа. Отримані значення вищі від значень, заявлених в сертифікаті на постачання. Границя плинності більша для матеріалу прутка, однак вища границя міцності властива матеріалу дроту.

РЕЗЮМЕ. Исследовали сплав нитинол $Ni_{55,8}Ti_{44,2}$ в виде прутка $\varnothing 8$ mm и проволоки $\varnothing 1,5$ mm. Дифференциальной сканирующей калориметрией определено температуры фазовых превращений, которые различны для прутка и проволоки. Определено напряжение начала и окончания фазовых превращений при комнатной температуре. Проанализировано влияние диаметра образцов на температуры фазовых превращений, деформационное поведение сплава и его механические свойства.

SUMMARY. The $Ni_{55,8}Ti_{44,2}$ alloy in the form of a rod $\varnothing 8$ mm and a wire $\varnothing 1.5$ mm is investigated. The phase transformation temperatures that are different for the rod and wire are estimated using differential scanning calorimetry. The stresses of the beginning and end of phase transformations at room temperature are determined. The influence of diameter on the phase transformation temperatures, the deformable behavior of the alloy and its mechanical properties are analyzed.

1. *Shape memory effect and pseudoelasticity in a TiNi single crystal / S. Miyazaki, S. Kimura, F. Takei, T. Miura, K. Otsuka, and Y. Suzuki // Scr. Metall. Pergamon. – 1983. – 17, № 9. – P. 1057–1062.*
2. *Онишко О. С. Моделивання фізико-хімічної поведінки тіл, виготовлених зі сплавів з пам'яттю форми, за наявності електричного поля // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2017. – 53, № 4. – С. 107–111.*
(*Onyshko O. S. Modeling of the physicomaterial behavior of bodies made of alloys with shape memory in the presence of electric fields // Materials Science. – 2018. – 53, № 4. – P. 541–547.*)
3. *Ma H. and Cho C. Feasibility study on a superelastic SMA damper with re-centring capability // Mater. Sci. Eng. A. Elsevier. – 2008. – 473, № 1–2. – P. 290–296.*
4. *Calculation of constructive parameters of SMA damper / P. Yasniy, M. Kolisnyk, O. Kononchuk, and V. Iasnii // Sci. J. TNTU. – 2017. – 88, № 4. – P. 7–15.*
5. *Shaw J. A. and Kyriakides S. Thermomechanical aspects of NiTi // J. Mech. Phys. Solids. Pergamon. – 1995. – 43, № 8. – P. 1243–1281.*
6. *Базюк Л. В., Мецержакова Н. В. Методи визначення ентальпії металів та сплавів (огляд) // Вісник Прикарпатськ. нац. ун-ту ім. Василя Стефаника. Сер. “Хімія”. – 2011. – № 11. – С. 81–89.*
7. *Differential Scanning Calorimetry: A Review / K. V. Kodre, S. R. Attarde, P. R. Yendhe, R. Y. Patil, and V. U. Barge // Res. Rev. J. Pharm. Anal. – 2014. – 3, № 3. – P. 11–22.*
8. *Ясній В., Бревус В., Марущак П. Методика і деякі результати дослідження сповільненого деформування і руйнування теплостійкої сталі // Вісник ТНТУ. – 2013. – 69, № 1. – С. 7–13.*
9. *ASTM F2516-14. Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials. – Book of Standards, ASTM International, 2014. – 6 p.*
10. *Introduction to Nitinol. – USA: Bethel; Menlo Park; New Hartford: Memry Corporation, 2017. – 41 p.*
11. *Torra V., Casciati S., and Vece M. Shape Memory Alloys Wires: From Small to Medium Diameter // Adv. Sci. Technol. Trans Tech Publications. – 2016. – 101. – P. 79–88.*

Одержано 27.03.2018