УДК 620.193.81:620.197.6

ФРАКТОГРАФІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ВТОМНОГО РУЙНУВАННЯ СПЛАВУ НІТИНОЛ

В. П. ЯСНІЙ¹, Г. М. НИКИФОРЧИН², О. 3. СТУДЕНТ², Л. М. СВІРСЬКА²

¹ Тернопільський національний технічний університет ім. Івана Пулюя; ² Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів

Розглянуто макро- та мікрофрактографічні особливості механізму зародження та поширення втомних тріщин у сплаві нітинол за його випроб в області малоциклової втоми. Проаналізовано можливий вплив структурно-фазових перетворень, спричинених циклічним деформуванням нітинолу, на фрактографічні особливості втомного руйнування. Так, у межах окремих зерен (насамперед на ранніх етапах руйнування) спостерігали практично паралельні крізькристалічні фасетки крихких відколів, розташовані у практично взаємоперпендикулярних площинах вздовж всієї довжини кристалів мартенситу. У зоні стабільного росту втомної тріщини рідко, але виявляли ознаки дрібних втомних борозенок, із кроком, який приблизно відповідав швидкості росту тріщини $8 \cdot 10^7$ m/cycle. Зроблено припущення, що деформаційне перетворення аустеніту в мартенсит може спотворювати також класичний деформаційний механізм формування втомних борозенок. У зоні зламів з неконтрольованим ростом тріщини переважали елементи в'язкого ямкового рельєфу, характерного зламам зразків, зруйнованих активним навантаженням.

Ключові слова: сплав з ефектом пам'яті форми, мартенситне перетворення, фрактографія, вплив водню, пластична деформація.

Сплави з такими властивостями, як псевдопружність [1] та ефект пам'яті форми [2], все частіше використовують в інженерних галузях [3–6]. До них належить нітинол (Ni–Ti сплав), а його здатність чинити опір циклічним навантаженням відносять до однієї з головних механічних характеристик [7], що визначає його роботоздатність як функціонального матеріалу з ефектом надпружності.

Встановлено низку особливостей псевдопружного нітинолу під дією малоциклового навантаження [8]. Зокрема, стрімке зменшення розмаху деформації та збільшення залишкової деформації, яке спостерігаємо упродовж приблизно десяти циклів навантаження та яке завершується ділянкою стабілізації цих показників. Зазначимо, що псевдопружна поведінка таких сплавів зумовлена прямим та зворотним аустенітно-мартенситним перетвореннями. Під впливом деформації під час навантаження відбувається пряме фазове перетворення, а під час розвантаження спостерігаємо подальше відновлення деформації металу, причому навіть за температури, вищої за температуру завершення аустенітного перетворення. Завдяки таким структурно-фазовим перетворенням Ni–Ti сплав може відновлювати до 6...8% деформації.

Ознаки окрихчення нітинолу пов'язані, насамперед, зі зниженням енергоємності руйнування і фрактографічний аналіз зламів відображає ці особливості. Зокрема, це показано на прикладі впливу наводнювання на характер руйнування зразків за їх активного розтягування [9]. Очевидно, що за циклічного деформування, яке не тільки вичерпує пластичність, але й інтенсифікує структурно-фазові перетворення у нітинолі, слід очікувати появи фрактографічних ознак окрих-

Контактна особа: В. П. ЯСНІЙ, e-mail: v.iasnii@gmail.com

чування. Їх виявлення сприяло би з'ясуванню механізму руйнування нітинолу. І це дослідження спрямоване на вивчення фрактографічних ознак його втомного руйнування.

Методика випробувань. Для досліджень використали сплав нітинол Ni_{55.8}Ti_{44,2} у вигляді прутка Ø 8 mm, з якого виготовили гладкі циліндричні зразки, діаметр та довжина робочої частини яких становили 4 та 12,5 mm, відповідно. Зразки циклічно навантажували осьовим розтягом за частоти 0,5 Hz та коефіцієнта асиметрії циклу R = 0. Під час випробувань навантаження в циклі контролювали переміщенням тримачів. Зразки випробовували за температури 0°C, яку забезпечили, розташувавши їх у камері з дистильованою водою з кусочками льоду [8]. Характеристики міцності нітинолу за цієї температури: $\sigma_{0.2} = 447$ MPa, $\sigma_B = 869$ MPa.

Фрактографічні особливості зламів зразків досліджували на сканівному електронному мікроскопі EVO-40XVP. Для цього вибрали злами двох зразків, випробуваних за різного початкового розмаху циклічної деформації ($\Delta \varepsilon = 6,5$ і 3,1%), які зруйнувалися після 773 і 2053 циклів навантаження, відповідно [10, 11], що відповідає малоцикловій утомі. Надалі ці зразки позначені як *A* і *B*.

Результати фрактографічних досліджень. Для макрозламів обох аналізованих зразків характерна нормальна орієнтація площини руйнування, яке розпочиналося від їх бічних поверхонь. Зазначили, що на зламі зразка B, зруйнованого за нижчого розмаху деформування в циклі навантаження $\Delta \varepsilon$, ніж зразок A, виявили практично суцільний фронт від поверхневої втомної тріщини, а рельєф зламу при цьому мав типові ознаки крихкого руйнування (рис. 1*a*).



Рис. 1. Мікрофрактограми зламів зразків *A* (*a*, *c*, *d*) і *B* (*b*) у зоні зародження втомного руйнування.

Fig. 1. Microfractograms of fracture surfaces of the A(a, c, d) and B(b) specimens in the zones of fatigue fracture initiation.

Чітка межа розділяла серпоподібну зону зародження руйнування та наступну за нею зону його подальшого швидкого поширення з явними ознаками окрихчення на макрорівні. Окрихчення проявилося у вигляді фестонів, розділених між собою гребенями відриву. Вони віялом розходилися від зони зародження руйнування (рис. 1*a*, *b*). Подібний рельєф на макрорівні є типовим для зламів зразків тривало експлуатованих деградованих сталей, зокрема, після випроб ударом. Зазначимо, що контакт берегів тріщини в кожному з циклів навантаження зразків пошкодив їх злами. Здебільшого це стосувалося зламу зразка B, що пов'язали з меншим розкриттям тріщини в ньому (через нижчий розмах $\Delta \varepsilon$ під час випроб). Тому, детальніше проаналізувавши злам зразка A за вищої роздільної здатності, встановили зв'язок рельєфу руйнування зі структурою зерен у сплаві. Саме розміри фасеток втомного руйнування виявилися сумірними зі зернами у структурі сплаву (рис. 1c, d). Причому на зламі зразка A, випробуваного за вищого розмаху деформування, ця особливість ще очевидніша. Досить рельєфні гребені відриву чітко окантовували фасетки руйнування в межах окремих зерен, що ε ознакою істотної орієнтаційної невідповідності площин з мінімальним опором поширенню руйнування у суміжних зернах.

Втомним зламам нітинолу властива радіальна (стосовно зони зародження руйнування) орієнтованість елементів (рис. 2), які за виглядом нагадують фестони, що зазвичай формуються на втомних зламах більшості конструкційних матеріалів [12–14]. За високих швидкостей росту тріщини (практично від початку 2-ї ділянки кінетичної діаграми втомного руйнування) поперек таких фестонів переважно розташовуються втомні борозенки, крок яких визначає швидкість поширення руйнування в кожному з циклів навантаження.



Рис. 2. Мікрофрактограми зламів зразків *A* (*a*–*c*) і *B* (*d*) у зоні сталого росту втомної тріщини.

Проте на втомних зламах нітинолу їх спостерігали скоріше як виняток. І це пов'язали з тим, що формуючись на поверхні під час утомного руйнування, вони імовірніше пошкоджуються через закриття тріщини під час контакту її берегів в циклі навантаження. Адже глибина втомних борозенок на поверхні зламу досягає 30 nm [15]. Розкриття берегів тріщини за осьового розтягу також невелике. За таких умов уникнути контакту берегів тріщини важко і тому низький рельєф борозенок практично знищується. Поодинокі невеликі ділянки зламу зі слідами дуже дрібних борозенок все ж виявляли на окремих фестонах втомних зламів (рис. 2c, в межах обведеної ділянки). Їх крок в середньому становив 0,8 µm, що відповідає

Fig. 2. Microfractograms of fracture surfaces of the A(a-c) and B(d) specimens within zones of stable fatigue cracks growth.

швидкості росту тріщини $8 \cdot 10^{-7}$ m/cycle (традиційно це швидкість середини другої ділянки кінетичної діаграми втомного руйнування для конструкційних матеріалів). Враховували також можливість, що циклічне деформування нітинолу у зоні передруйнування втомної тріщини інтенсифікує деформаційно обумовлене фазове перетворення аустеніту в мартенсит. Завдяки цьому класичний деформаційний механізм утворення борозенок міг також спотворюватися в окрихченому мартенситі і набувати нетипових ознак неглибоких крихких борозенок.

На етапі стабільного втомного росту обом зразкам властиві подібні фрактографічні ознаки у вигляді практично паралельних гребенів, орієнтація яких змінювалася за переходу через межі зерен. Водночас, якщо на зразку A ці гребені добре окреслені і не завжди прямолінійні (рис. 2a), то на зразку B вони завжди прямолінійні і менш рельєфні (рис. 2d), на що, очевидно, вплинув нижчий рівень циклічного навантаження.

Зазначимо, що раніше практично паралельні в межах окремих зерен гребені відриву спостерігали після випроб розтягом попередньо наводненого зразка за температури 0°C [16]. За статичного навантаження висота такого рельєфу суттєво більша, ніж за циклічного, що пояснили нижчим рівнем навантаження останнього. Оскільки на зламі ненаводненого зразка після його активного розтягу подібних гребенів не виявляли, то їх появу в наводненому нітинолі пов'язали з полегшенням фазового перетворення в ньому під впливом водню. Звідси подібні елементи у вигляді паралельних гребенів відриву, які спостерігали на зламах утомних зразків (рис. 2b, d), логічно також пов'язати зі структурно-фазовим перетворенням аустеніту в мартенсит та з формуванням паралельних фасеток відколювання вздовж меж кристалів мартенситу. Причому саме циклічні навантаження можуть сприяти такому перетворенню з характерними ознаками окрихчення нітинолу.

Щодо особливостей руйнування в центральній зоні обох зламів, яке відповідає етапу неконтрольованого поширення тріщини (рис. 3), то в обох випадках переважали елементи в'язкого ямкового руйнування, характерного для зламів зразків, випробуваних за активного навантаження. Відзначили лише меншу рельєфність гребенів відриву, які розділяють між собою суміжні ямки, в зразку *A* порівняно зі зразком *B*. Це може бути ознакою вищої швидкості руйнування зразка *A* за більшого розмаху деформацій у циклі навантаження.

Крім того, в зразку *А* виявили значну кількість великих ямок, сумірних за розмірами з виявленими раніше у структурі сплаву включеннями титану [9], яких, проте, в цих ямках не спостерігали (рис. *За*). Можливо більший розмах деформацій сприяв їх декогезії від матриці з формуванням великих ямок, які, створюючи додаткову концентрацію напружень, могли слугувати додатковим чинником окрихчення матеріалу.



Рис. 3. Мікрофрактограми зламів зразків A (a) і B (b) у зоні спонтанного руйнування.

Fig. 3. Microfractograms of the fracture surfaces of A(a) and B(b) specimens in the zones of spontaneous fracture.

висновки

Незалежно від початкового розмаху циклічного деформування осьовим розтягом зразків нітинолу вони починали руйнуватися від зовнішньої поверхні шляхом формування сегментоподібних ділянок від різних місць вздовж периметра зламу, які, зливаючись, утворювали суцільний фронт руйнування. У межах зон зародження виявили паралельні фасетки, окреслені рельєфними гребенями відриву, орієнтація яких змінювалася від зерна до зерна. Це ознака істотної орієнтаційної невідповідності площин з мінімальним опором поширенню втомного руйнування у суміжних зернах сплаву нітинол. У межах окремих зерен (особливо на ранніх етапах руйнування) виявили також практично паралельні крізькристалічні фасетки крихких відколів (вздовж мартенситних кристалів), які відмежовувалися один від одного гребенями відриву, утвореними також за механізмом відколу. Їх появу пов'язали з окрихченням нітинолу внаслідок структурно-фазового перетворення аустеніту в мартенсит, спричиненого циклічним деформуванням металу у вершині тріщини.

У зоні стабільного втомного руйнування рідко, але все ж виявляли на поверхні витягнутих у напрямі поширення тріщини фестонів сліди дуже дрібних втомних борозенок, орієнтованих перпендикулярно до них. Їх крок відповідав приблизно швидкості росту тріщини $8 \cdot 10^{-7}$ m/cycle. Але загалом ефект закриття тріщини, якого неможливо уникнути за невеликого її розкриття під час циклічного навантаження зразків осьовим розтягом, нівелює і без того низький рельєф поверхонь зламу, знищуючи насамперед сліди борозенок. Зроблено припущення, що деформаційне перетворення аустеніту в мартенсит може також спотворювати класичний деформаційний механізм формування втомних борозенок.

У зоні зламів з неконтрольованим ростом тріщини переважали елементи в'язкого ямкового рельєфу, характерного зразкам, зруйнованим активним навантаженням.

РЕЗЮМЕ. Рассмотрены макро- и микрофрактографические особенности механизма зарождения та распространения усталостных трещин в сплаве нитинол при его испытаниях в области малоцикловой усталости. Проанализировано возможное влияние структурно-фазовых превращений, вызванных циклическим деформированием нитинола, на фрактографические особенности усталостного разрушения. Так, в пределах отдельных зерен (преимущественно на ранних этапах разрушения) наблюдали практически параллельные транскристаллические фасетки хрупких сколов, размещенных в практически взаимно перпендикулярных плоскостях вдоль всей длины кристаллов мартенсита. В зоне стабильного роста усталостной трещины редко, но выявляли признаки мелких усталостных бороздок, шаг которых приблизительно соответствовал скорости роста трещины 8·10⁷ m/cycle. Сделано предположение, что деформационное превращение аустенита в мартенсит может также искажать классический деформационный механизм формирования усталостных бороздок. В зоне изломов с неконтролируемым ростом трещины доминировали элементы вязкого ямочного рельефа, характерного изломам образцов, разрушенных активным нагружением.

Ключевые слова: сплав с эффектом памяти формы, мартенситное превращение, фрактография, влияние водорода, пластическая деформация.

SUMMARY. Macro- and microfractography features of the mechanism of initiation and propagation of fatigue cracks in the nitinol alloy after its testing on low-cycle fatigue are considered. A possible influence of the structural-phase transformations caused by cyclic deformation of nitinol on the fractogray features of fatigue fracture is analyzed. Thus, the practically parallel transcrystalline facets of brittle cleavages located practically in inter-perpendicular planes along the overall length of martensite crystals are observed within the boundaries of separate grains (foremost at the early stages of fracture initiation). Rarely the signs of shallow fatigue striations are found in the area of stable fatigue crack growth with a spacing which approximately corresponds to the crack growth rate $8 \cdot 10^7$ m/cycle. Suggestion is done, that deformation transforma-

tion of austenite into martensite can also distort the classic deformation mechanism of fatigue striation formation. In the fracture area with an uncontrolled crack growth the elements of ductile dimple relief dominated, what is typical of the fracture surface of specimens fractured by active tension.

Keywords: shape memory alloy, maternsitic transformation, fractography, hydrogen effect, plastic deformation.

- 1. Kang G. and Song D. Review on structural fatigue of NiTi shape memory alloys: Pure mechanical and thermo-mechanical ones // Theor. Appl. Mech. – 2015. – 5, № 6. – P. 245–254.
- Shape memory effect and pseudoelasticity in a TiNi single crystal / S. Miyazaki, S. Kimura, F. Takei, T. Miura, K. Otsuka, Y. Suzuki // Scr. Metall. – 1983. – 17, № 9. – P. 1057–1062.
- Auricchio F., Boatti E., and Conti M. SMA Biomedical Applications // Shape Mem. Alloy Eng. – 2015. – P. 307–341.
- The SMA: An Effective Damper in Civil Engineering that Smoothes Oscillations / V. Torra, C. Auguet, G. Carreras, L. Dieng, F. C. Lovey, and P. Terriault // Mater. Sci. Forum. – 2012. – 706–709. – P. 2020–2025.
- 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.
- Hartl D. J. and Lagoudas D. C. Aerospace applications of shape memory alloys // Proc. Inst. Mech. Eng. Part G J. Aerosp. Eng. – 2007. – 221, № 4. – P. 535–552.
- Robertson S. W., Pelton A. R., and Ritchie R. O. Mechanical fatigue and fracture of Nitinol // Int. Mat. Reviews. – 2012. – 57, № 1. – P. 1–36.
- 8. *Experimental* study of pseudoelastic NiTi alloy under cyclic loading / V. Iasnii, P. Yasniy, Yu. Lapusta, and T. Shnitsar // Sci. J. TNTU. 2018. 92, № 4. P. 7–12.
- Особливості деформування сплаву нітинол після електролітичного наводнювання / В. П. Ясній, Г. М. Никифорчин, О. Т. Цирульник, О. З. Студент // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2018. – 54, № 4. – С. 124–130.
 (Specific features of deformation of the nitinol alloy after electrolytic hydrogenation / V. P. Iasnii, H. M. Nukuforschum, O. T. Tsurul'nuk, O. Z. Student // Materials Science. 2019. 54.

nii, H. M. Nykyforchyn, O. T. Tsyrul'nyk, O. Z. Student // Materials Science. – 2019. – 54, № 4. – P. 582–588.)

- Iasnii V. and Yasniy P. Influence of stress ratio on functional fatigue of psudoelastic NiTi alloy // Procedia Structural Integrity. 2019. 16. P. 67–72.
- Iasnii V. and Yasniy P. Degradation of functional properties of pseudoelastic niti alloy under cyclic loading: an experimental study // Acta Mechanica et Automatica. – 2019. – 13, № 2. – P. 95–100.
- 12. *Effect* of high-temperature degradation of heat-resistant steel on mechanical and fractographic peculiarities of fatigue crack growth / O. Z. Student, W. Dudzinski, H. M. Nykyforchyn, A. Kaminska // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 1999. **34**, № 4. С. 49–58.

(*Effect* of high-temperature degradation of heat-resistant steel on the mechanical and fractographic characteristics of fatigue crack growth / O. Z. Student, W. Dudziński, H. M. Nykyforchyn, A. Kamińska // Materials Science. – 1999. – **35**, № 4. – P. 499–508.)

- Cyclic crack resistance and micromechanisms of fracture of steel 25Kh1M1F / P. O. Maruschak, D. Ya. Baran, A. P. Sorochak, R. T. Bishchak, V. P. Yasnii // Strength of Materials. 2012. 44, № 4. P. 410–418.
- 14. *Fatigue* and failure of steel of offshore gas pipeline after the laying operation / L. Poberezhnyi, P. Maruschak, O. Prentkovskis, I. Danyliuk, T. Pyrig, J. Brezinová // Archives of Civil and Mech. Eng. 2016. **16**, № 3. P. 524–536.
- 15. *Murakami Y. and Ritchie R. O.* Effects of hydrogen on fatigue-crack propagation in steels // Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies: The Problem, its Characterisation and Effects on Particular Alloy Classes. 2012. **2**. P. 379–417.
- 16. *Ясній В. П., Студент О. З., Никифорчин Г. М.* Вплив наводнювання на характер руйнування сплаву нітинол за розтягу // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 2019. **54**, № 3. С. 80–85.

Одержано 17.04.2019