

Пачин Иван Михайлович

**ДЕФОРМАЦИЯ И АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ТЕРМОУПРУГИХ  
МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ  
НИКЕЛИДА ТИТАНА**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Барнаул 2008

Работа выполнена в Алтайском государственном университете

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор Плотников Владимир Александрович.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор Демьянов Борис Федорович

кандидат физико-математических наук, профессор Насонов Алексей Дмитриевич

Ведущая организация: Сибирский физико-технический институт при Томском государственном университете

Защита состоится « 14 » февраля 2008 г. в 12<sup>00</sup> час. на заседании диссертационного совета Д212.004.04 при Алтайском государственном техническом университете им. И.И. Ползунова по адресу: 656099, г. Барнаул, пр. Ленина, 46.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

Автореферат разослан « 12 » января 2008 г.

Отзывы на автореферат, заверенный гербовой печатью организаций, просим присылать в 2-х экземплярах на адрес университета.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
кандидат физико-математических наук Ро-



маненко В.В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** К настоящему моменту времени число исследований, посвященных изучению термоупругих мартенситных превращений в сплавах на основе никелида титана, очень велико. Такой интерес вызван не только наличием особых свойств данных сплавов (эффект памяти формы и сверхэластичность), но и спецификой структурных механизмов протекающих в них и обеспечивающих эти свойства. Несмотря на значительный экспериментальный и теоретический материал, накопленный в данной области исследований, до сих пор имеется ряд вопросов, требующих своего объяснения и остающихся открытыми для обсуждения. К числу таких вопросов можно отнести выяснение **природы акустической эмиссии** при термоупругих мартенситных превращениях. Изучение данного явления, заключающегося в испускании материалом упругих волн в результате локальной перестройки его структуры, при термоупругих мартенситных превращениях важно по нескольким причинам.

Во-первых, с фундаментальной точки зрения акустическая эмиссия представляет один из каналов диссипации энергии, рассеивающейся при проведении цикла мартенситного превращения. Физические аспекты акустической диссипации энергии при термоупругих мартенситных превращениях до настоящего момента изучены недостаточно. Имеется сравнительно небольшое число работ, в которых изложены представления о природе акустического излучения при структурных превращениях мартенситного типа. Все это не только подчеркивает важность и сложность рассматриваемой проблемы, но и указывает на незавершенный характер исследований в данной области.

Во-вторых, изучение эволюции параметров акустического излучения при термоупругих мартенситных превращениях важно с практической точки зрения. Это обусловлено тем, что акустическая эмиссия является структурно чувствительным методом исследования и позволяет в реальном режиме времени получать информацию о процессах, протекающих в материале. Это означает, что изменение структурного состояния материала или изменение внешних условий, при которых осуществляется мартенситное превращение, должно отразиться и на параметрах акустического излучения, регистрируемого в цикле превращения.

Факторы, оказывающие влияние на термоупругие мартенситные превращения в сплавах никелида титана, весьма разнообразны. Влияние внутренних факторов определяется особенностями физико-механических свойств, кинетических, морфологических характеристик, исследуемого материала, характером его предварительной термомеханической обработки и др. К наиболее существенным внешним факторам следует отнести механическое напряжение, прикладываемое в цикле мартенситного превращения. Внешняя нагрузка приводит к накоплению материалом **мартенситной деформации**, принципиально отличающейся от пластической деформации, осуществляемой за счет механизмов дислокационного скольжения. Более того, в зависимости от величины приложенной нагрузки, могут изменяться и сами механизмы мартенситной неупругости. Несомненно, что акустическая эмиссия должна отражать все эти изменения.

Таким образом, исследование акустической эмиссии в процессах деформации сплавов на основе никелида титана позволяет получить взаимодополняю-

щую информацию о механизмах накопления и возврата деформации и природе акустического излучения при термоупругих мартенситных превращениях.

**Цель работы.** Установить закономерности накопления и возврата деформации и акустической эмиссии в сплавах на основе интерметаллического соединения никелида титана при термоупругих мартенситных превращениях в условиях механического нагружения.

Для достижения указанной в диссертационной работе цели были определены следующие **задачи**:

1. Исследовать накопление и возврат деформации и акустическую эмиссию в условиях неизотермического термомеханического цикла в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями, склонными и несклонными к пластической релаксации напряжений.
2. Исследовать накопление и возврат деформации, и акустическую эмиссию в условиях изотермического термомеханического цикла в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями, склонными и несклонными к пластической релаксации напряжений.
3. Установить влияние смены механизмов накопления деформации в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями на характер акустической эмиссии.

### Научная новизна:

1. Обнаружен аномальный акустический эффект, заключающийся в существенном росте энергии акустической эмиссии в первом цикле мартенситных превращений, осуществляемого в условиях действия механической нагрузки.
2. Показано, что экспоненциальное снижение энергии акустической эмиссии в циклах мартенситных превращений существенно зависит от внешнего механического напряжения. Скорость снижения энергии акустической эмиссии до уровня насыщения, характеризуемая коэффициентом в показателе экспоненты, зависит от приложенного механического напряжения как функция с минимумом.
3. Для исследованных сплавов определено критическое напряжение, характеризующее переход от упрочнения за счет пластической релаксации к преимущественно стабилизации мартенситной фазы при циклировании мартенситных превращений.
4. Впервые показано, что для сплавов с термоупругими мартенситными превращениями зависимость энергии акустической эмиссии от температуры деформации имеет вид функции с максимумом вблизи температуры начала прямого мартенситного превращения. Величина мартенситной деформации, накопленной в изотермических условиях, и энергия акустической эмиссии коррелирует друг с другом в широком интервале температур превращений.
5. Показано, что изотермическое циклирование мартенситных превращений в условиях действия механических нагрузок приводит к стабилизации мартенситной фазы. Механическое нагружение стабилизированного мартенсита не сопровождается акустической эмиссией и характеризуется накоплением и возвратом только квазиупругой деформации.

**Достоверность** полученных результатов обеспечивается физической корректностью постановки и решения задач диссертации, статистической обработкой экспериментальных данных, соответствием основных экспериментальных результатов результатам других авторов.

**Практическая значимость работы.** Аномальный акустический эффект, обнаруженный в неизотермических термомеханических циклах, позволяет определять склонность сплава к фазовому наклепу, который необходимо учитывать при разработке изделий из сплавов с термоупругими мартенситными превращениями.

Обнаруженный эффект стабилизации мартенситной фазы в ходе циклирования мартенситных превращений под нагрузкой представляет собой один из методов формирования свойств материалов с термоупругими мартенситными превращениями, увеличивающий температурный интервал обратимого формоизменения. Акустическая эмиссия может рассматриваться в данном случае как один из видов контроля структурного состояния сплава.

**Вклад автора.** Участие в планировании, разработке и проведении эксперимента. Составление программ по обработке экспериментальных данных. Участие в обсуждении экспериментальных данных, а также в формулировании основных результатов и выводов.

**На защиту выносятся следующие положения:**

1. Закономерности акустической эмиссии при деформации сплавов на основе никелида титана в области фазовых превращений в широком интервале температур.
2. Фактор стабилизации мартенситной фазы и его влияние на закономерности накопления и возврата деформации и акустическую эмиссию в условиях изотермического циклирования мартенситных превращений.
3. Эффекты корреляции при накоплении и возврате деформации и акустическая эмиссия в циклах мартенситных превращений

**Апробация работы.** Основные результаты диссертационной работы доложены на следующих конференциях: VII международная школа-семинар молодых ученых физиков «Современные проблемы физики, технологии и инновационного развития», Томск 2005; IX международная школа-семинар «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах», Барнаул, 2006; IV международная конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов», Черногоровка, 2006; XVI международная конференция «Физика прочности и пластичности материалов», Самара 2006; XVII международная конференция «Петербургские чтения по проблемам прочности», Санкт-Петербург, 2007.

**Структура и объем работы:** Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и списка литературы из 115 источников.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обосновывается актуальность темы, выбор метода исследования, формулируются цели диссертационной работы, представлены защищаемые положения, даётся краткое содержание работы по главам.

## Глава 1. Акустическая эмиссия при термоупругих мартенситных превращениях

Первая глава носит обзорный характер и состоит из трех разделов. Первый раздел посвящен описанию термоупругих мартенситных превращений в рамках термодинамического и кристаллогеометрического подходов. Здесь даны основные определения и понятия, используемые при описании мартенситных превращений, а также приводятся сведения о видах кинетики мартенситных превращений и их связи со структурой образующегося мартенсита.

Вторая часть обзора посвящена рассмотрению эффектов мартенситной неупругости — эффект памяти формы и сверхэластичности, эффект пластичности превращения. Акцент сделан на анализе основных структурных механизмов, обеспечивающих обратимое формоизменение в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями. Отмечено, что в зависимости от температуры нагружения и величины деформации механизмы мартенситной неупругости могут различаться. Основными среди них являются:

1. образование предпочтительно ориентированного мартенсита под внешней нагрузкой
2. переориентация мартенсита
3. раздвойникование и монодоменизация мартенситных кристаллов.

В третьей части обзора рассматриваются основные модели акустической эмиссии при мартенситных превращениях. На основе анализа данных моделей делается вывод о возможности их ограниченного применения для объяснения реальных экспериментальных ситуаций.

## Глава 2. Материалы и методика экспериментов

Для выявления закономерностей акустической эмиссии в процессах деформации сплавов с термоупругими мартенситными превращениями были выбраны сплавы на основе интерметаллического соединения никелида титана —  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ ,  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ , а также сплав марки ТН-1В. Такой выбор обусловлен рядом причин, наиболее важной из которых является существенное различие кинетических, морфологических и механических свойств данных материалов. Вместе с тем эти сплавы достаточно хорошо изучены и находят широкое практическое применение. В таблицах 1 и 2 приведены основные физико-механические свойства этих сплавов.

Таблица 1

Сплав	$\sigma_m$ , МПа	$\sigma_s$ , МПа	$\Delta\sigma$ , МПа
$Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$	35	250	215
$Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$	290	400	110
ТН-1В	40	140	100

Таким образом, сделанный выбор позволяет эффективно изучать явление акустической эмиссии в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями, сопоставляя его особенности с известными особенностями поведения этих сплавов в условиях различных термомеханических воздействий.

Таблица 2

Сплавы	Превращения	Микрокинетика	Морфология
Ti <sub>50</sub> Ni <sub>40</sub> Cu <sub>10</sub>	1) B2→B19 2) B19→B19'	На стадии 1 микро-взрывное появление-исчезновение мартенситных кристаллов, на 2 стадии медленный процесс.	Пирамидальные мартенситные кристаллы на 1 стадии, на стадии 2 дополнительные террасы на боковых поверхностях.
Ti <sub>50</sub> Ni <sub>49,9</sub> Mo <sub>0,1</sub> ТН-1В	B2→B19'	Медленный рост-сокращение.	Пластинчатый мартенсит.

Основным методом исследования был метод акустической эмиссии, совместно используемый с методом термомеханических циклов, параметрами которого выступают температура и механическое напряжение.

В экспериментах были реализованы изотермические и неизотермические варианты циклирования. В изотермических циклах постоянной поддерживалась температура сплава, а нагрузка циклически изменялась от нуля до максимального значения. Нагружение осуществляли при разных температурах из интервала характеристических температур превращений. Каждая серия изотермических термомеханических циклов заканчивалась отжигом образца до температуры 600<sup>0</sup>С.

При неизотермическом циклировании мартенситных превращений были реализованы три схемы нагружения сплава:

1. нагрузка прикладывалась только на этапе прямого мартенситного превращения (асимметричное нагружение)
2. нагрузка прикладывалась только на этапе обратного мартенситного превращения (асимметричное нагружение)
3. нагрузка прикладывалась как при прямом, так и при обратного мартенситном превращения (симметричное нагружение).

При этом в ходе циклирования нагрев образцов осуществлялся до температур несколько больших  $A_f$ , а охлаждение до температур несколько меньших  $M_f$ . Эксперименты проведены в широком интервале нагрузок. Каждая серия неизотермических термомеханических циклов заканчивалась отжигом образца до температуры 600<sup>0</sup>С.

Кроме того, предварительно для каждого сплава было проведено циклирование мартенситных превращений с нулевой нагрузкой. Для изучения деформационных процессов и акустической эмиссии в реальном масштабе времени (in situ) использовали установку, блок-схема которой представлена на рис.2.1.

Для компоновки системы для регистрации и анализа акустической эмиссии использовали приборы, серийно выпускаемые промышленностью. Обработке потока акустических сигналов проводили с помощью линейного детектора (селективный усилитель У-28), на выходе которого измеряли среднеквадратичное напряжение. Методика регистрации обычная за исключением селективного режима усиления. Известно, что частотный диапазон акустической эмиссии простирается от единиц герц до десятков мегагерц. Однако, как следует из литературных данных, максимум спектральной плотности акустического излучения при термоупругих мартенситных превращениях лежит в диапазоне 100-300 кГц, а значение энергетических параметров акустических сигналов в килогерцовом диапазоне существенно выше, чем в мегагерцовом.

Для уменьшения уровня приводимого к входу измерительной системы шума необходимо снижать рабочий диапазон частот. Хотя при этом уменьшается спектральная плотность энергии сигнала  $G(f)=\Delta W/\Delta f$ , но одновременно снижается и спектральная плотность шума. Здесь  $\Delta W=p2S/\rho c$  – мощность акустического излучения, определяемая давлением  $p$ , площадью сечения датчика  $S$ , при известной скорости звука в нем  $c$ , плотности материала датчика  $\rho$ , частотного диапазона  $\Delta f$ . Таким образом, мощность случайного процесса определяется однозначно, если известна его спектральная плотность.

Спектральная плотность акустических сигналов определяется по среднеквадратичному значению напряжения акустической эмиссии

$$G(f) = \frac{U_{cp.kв.}^2}{(R_{вх.} \cdot \Delta f)},$$

среднеквадратичное напряжение можно представить как

$$U_{cp.kв.} = \sqrt{\overline{U^2(t)}},$$

$$\text{где } \overline{U^2(t)} = \frac{1}{\tau} \int_t^{t+\tau} U_p^2(t') dt', \quad U_p - \text{напряжение на выходе усилителя, } \tau -$$

постоянная времени, которая в нашем случае равна  $\tau = 0,1$  с.

При термомеханическом циклировании исследуемых сплавов в температурных интервалах, где протекают обратимые мартенситные превращения, акустическое излучение, температуру и деформацию регистрировали как зависимость от времени процесса, что позволяло сопоставлять их в одном временном масштабе. Акустическая эмиссия регистрировалась как зависимость от времени среднеквадратичного напряжения  $U_{cp.kв.}$ . Регистрация среднеквадратичного напряжения  $U_{cp.kв.}$  позволяла рассчитывать энергетический параметр

$J = \sum U_{icp.kв.}^2 \Delta t_i$ , где  $\Delta t_i$  – интервал разбиения времени прямого либо обратного мартенситного превращения, в течение которого среднеквадратичное напряжение примерно постоянно.

В качестве регистратора среднеквадратичного напряжения, сигналов с термопары, датчика деформации и датчика механической нагрузки был использован компьютер с аналого-цифровым преобразователем.

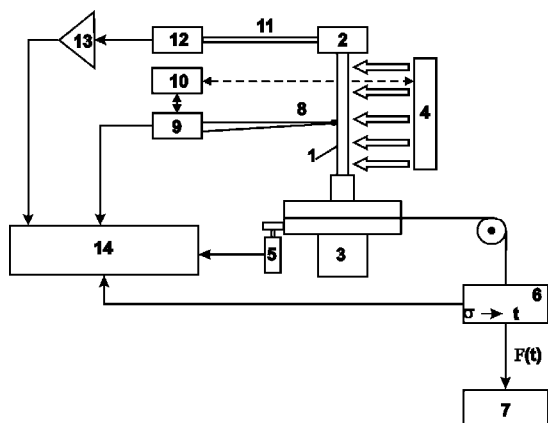


Рис.2.1 1 — образец, 2 — неподвижный держатель, 3 — подвижный держатель, 4 — нагреватель, 5 — датчик деформации, 6 — датчик механической нагрузки, 7 — система нагружения, 8 — термопара, 9 — контроллер температуры, 10 — регулятор мощности, 11 — волновод, 12 — пьезодатчик с предварительным усилителем, 13 — селективный усилитель У2-8, 14 — аналого-цифровой преобразователь, компьютер.

### Глава 3. Акустическая эмиссия и деформационное поведение сплавов на основе никелида титана в условиях сложного термомеханического нагружения

Глава посвящена исследованию и анализу закономерностей акустической эмиссии в циклах мартенситных превращений, осуществляемых в условиях действия механических нагрузок.

Известно, что в отсутствие внешнего механического напряжения при охлаждении сплавов на основе никелида титана через интервал характеристических температур в процессе прямого мартенситного превращения образуются кристаллы мартенсита 24-х возможных кристаллографических вариантов. При этом в соответствии с условием минимизации свободной энергии, образующиеся мартенситные кристаллы формируют самоаккомодационные группы. Аккомодационные процессы, отвечающие в основном за минимизацию упругой энергии в ходе мартенситного превращения, характеризуются как процессы с минимальной диссипацией энергии, обратимо запасаящие ее. Одновременно с аккомодационными процессами протекают и релаксационные процессы, характеризующиеся

максимальной диссипацией энергии. Акустическая эмиссия отражает протекание этих процессов.

На рис. 3.1 и рис. 3.2 видно, что зависимости среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии для сплавов  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  и  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  при циклировании мартенситных превращений с нулевой нагрузкой различаются.

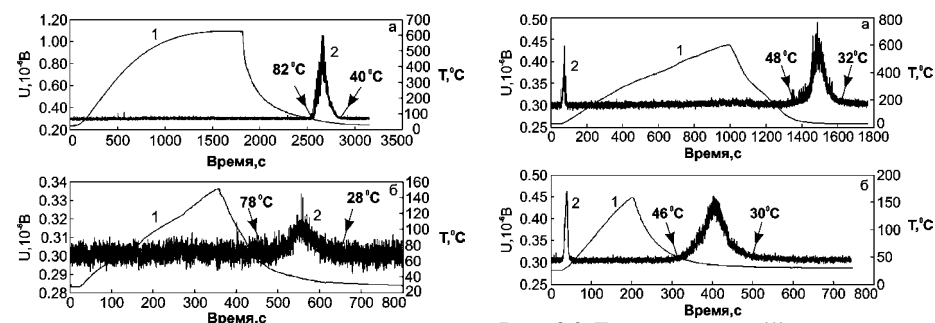


Рис. 3.1 Температурная (1) и акустическая (2) кривые сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ : а — первый после отжига цикл серии, б — последний цикл серии.

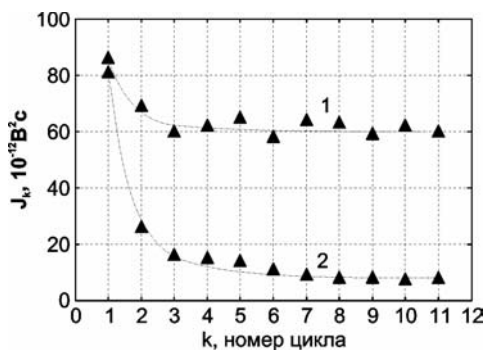
Рис. 3.2 Температурная (1) и акустическая (2) кривые сплава  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ : а — первый после отжига цикл серии, б — последний цикл серии.

В сплаве  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  акустическое излучение зафиксировано только на этапе прямого мартенситного превращения, а в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  как при прямом, так и при обратном превращении. Характерной особенностью сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  является склонность к пластической релаксации (пластической деформации, локализованной в окрестности мартенситного кристалла) и фазовому наклепу, сильное снижение параметров акустической эмиссии по мере циклирования (рис. 3.1.б) и смещение температурного интервала излучения в область более низких температур. В сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  данные эффекты выражены гораздо слабее (рис. 3.2.б).

На рис. 3.3 представлена зависимость энергии излучения  $J$  прямого мартенситного превращения от номера цикла при нулевой внешней нагрузке. Анализ экспериментов по циклированию мартенситных превращений с нулевой нагрузкой показал, что снижение энергии акустической эмиссии хорошо аппроксимируется экспоненциальной функцией вида

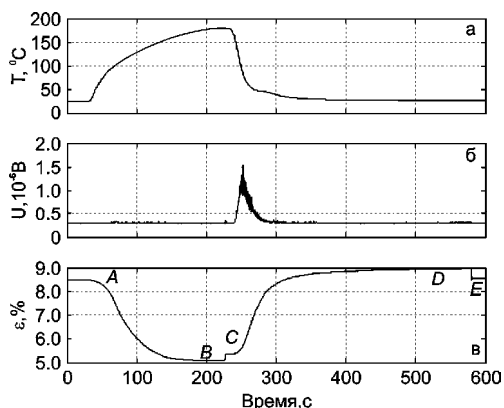
$$J_k = J_n + J_0 \cdot \exp(-\alpha k). \quad (1)$$

Здесь  $J_k$  — значение энергии акустической эмиссии  $k$ -ого цикла,  $J_n$  — значение энергии акустической эмиссии в цикле насыщения,  $J_0$  — некоторое гипотетическое значение энергии акустической эмиссии в отсутствие фазового наклепа,  $k$  — номер цикла,  $\alpha$  — коэффициент в показателе экспоненты. Основным анализируемым параметром, позволяющим проводить количественное сопоставление экспериментальных результатов, является коэффициент  $\alpha$ , определяющий скорость выхода энергии акустической эмиссии на уровень насыщения.



**Рис.3.3.** Снижение энергии акустической эмиссии при термоциклировании сплавов  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ (1) и  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ (2) с нулевой нагрузкой.

скорости выхода энергии акустической эмиссии на уровень насыщения в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  выше, чем в  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ , то есть для сплава  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  коэффициент  $\alpha$  больше, чем для сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ . Такое различие не является случайным. Как было показано ранее, коэффициент  $\alpha$  является важным структурным параметром, характеризующим склонность сплава к упрочнению за счет фазового наклепа, то есть за счет накопления полных дислокаций при локальной пластической релаксации микронапряжений в окрестности мартенситного кристалла. Следовательно, скорость выхода энергии излучения на уровень насыщения определяется скоростью насыщения фазового наклепа. Так как сплав  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  не склонен к фазовому наклепу, а для сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  фазовый наклеп ярко выражен, то в сплаве, легированном молибденом, насыщение фазового наклепа достигается при большем числе циклов мартенситных превращений, чем в сплаве легированном медью, о чем и свидетельствует соотношение между экспоненциальными коэффициентами. То есть в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  при циклировании может проявляться другой механизм снижения энергии акустической эмиссии.



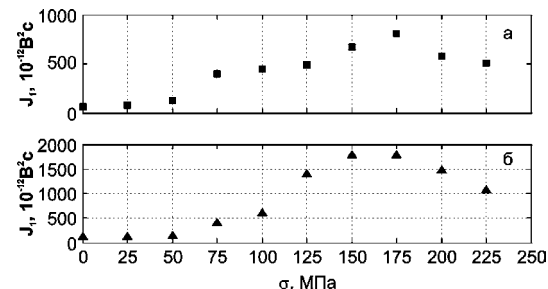
**Рис.3.4.** Акустическая эмиссия и деформация сплава ТН-1В в цикле мартенситного превращения при охлаждении с постоянной нагрузкой 200 МПа: а — зависимость температуры от времени; б — зависимость среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии от времени; в — зависимость деформации от времени.

Механическое напряжение является важным фактором на стадии зарождения мартенситной фазы, так как именно оно оказывает влияние на ориентацию вектора сдвига будущего мартенситного кристалла. Под действием напряжения растут только те варианты мартенситных кристаллов, которые наиболее благоприятно ориентированы к внешней нагрузке, следствием чего является рост упругой энергии на границе раздела фаз.

Как следует из рис. 3.3 скорость выхода энергии акустической эмиссии на уровень насыщения в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  выше, чем в  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ , то есть для сплава  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  коэффициент  $\alpha$  больше, чем для сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ . Такое различие не является случайным. Как было показано ранее, коэффициент  $\alpha$  является важным структурным параметром, характеризующим склонность сплава к упрочнению за счет фазового наклепа, то есть за счет накопления полных дислокаций при локальной пластической релаксации микронапряжений в окрестности мартенситного кристалла. Следовательно, скорость выхода энергии излучения на уровень насыщения определяется скоростью насыщения фазового наклепа. Так как сплав  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  не склонен к фазовому наклепу, а для сплава  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  фазовый наклеп ярко выражен, то в сплаве, легированном молибденом, насыщение фазового наклепа достигается при большем числе циклов мартенситных превращений, чем в сплаве легированном медью, о чем и свидетельствует соотношение между экспоненциальными коэффициентами. То есть в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  при циклировании может проявляться другой механизм снижения энергии акустической эмиссии.

Механическое напряжение является важным фактором на стадии зарождения мартенситной фазы, так как именно оно оказывает влияние на ориентацию вектора

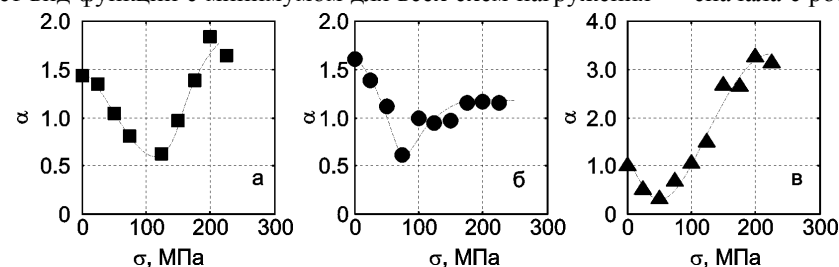
Все это позволяет предположить сложный характер влияния внешнего механического напряжения на термоупругое мартенситное превращение и акустическую эмиссию в сплавах никелида титана. Проанализируем основные экспериментальные результаты для сплава, легированного молибденом (ТН-1В). Как показано на рис. 3.4 при циклическом изменении температуры сплава, находящегося под нагрузкой, происходит накопление и возврат деформации, сопровождающиеся акустической эмиссией. При циклировании мартенситных превращений в условиях нагружения энергия акустической эмиссии снижается. Кроме того особенностью влияния механического нагружения является зависимость энергии первого цикла от величины нагрузки.



**Рис 3.5** Зависимость энергии акустической эмиссии первого цикла от величины нагрузки: а — нагружение при прямом превращении, б — нагружение при прямом и обратном превращении.

первого цикла с ростом нагрузки (рис. 3.5) и изменение скорости выхода энергии акустической эмиссии на уровень насыщения.

Проанализируем снижение энергии излучения в циклах мартенситных превращений, определив значение экспоненциального коэффициента  $\alpha$  для каждой из нагрузок, действовавшей в серии экспериментов. Как показано на рис. 3.6 зависимость коэффициента  $\alpha$  от величины нагрузки, действующей в серии, имеет вид функции с минимумом для всех схем нагружения — сначала с ростом

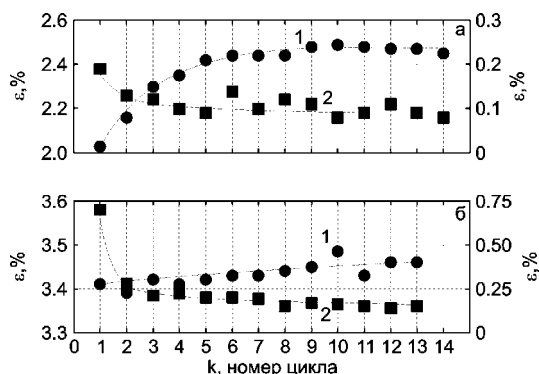


**Рис 3.6.** Зависимость экспоненциального коэффициента  $\alpha$  от величины нагрузки в серии циклов мартенситных превращений: а – нагружение при прямом превращении; б – нагружение при обратном превращении; в – нагружение при прямом и обратном превращении.

нагрузки он снижается, а затем возрастает. Напряжение, соответствующего минимуму коэффициента  $\alpha$  несколько различается, однако во всех схемах нагружения оно близко к 75 МПа.

Такое поведение коэффициента  $\alpha$  можно объяснить одновременным действием в ходе мартенситного превращения нескольких факторов, влияние которых на акустическую эмиссию в зависимости от величины механического напряжения различно. В качестве таких факторов могут выступать пластическая релаксация микронапряжений, упрочнение сплава в ходе термомеханического циклирования, разрушение сверхструктуры В2 и стабилизация мартенситной фазы.

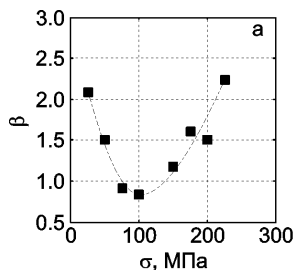
Снижение коэффициента  $\alpha$  с ростом нагрузки в сериях циклов мартенситных превращений может быть обусловлено стимулированием процессов пластической релаксации при инициировании ориентированного мартенситного превращения внешним механическим напряжением. Накапливающиеся структурные дефекты формируют поля внутренних напряжений, которые также могут оказывать влияние на мартенситное превращение. В связи с этим отметим, что достижение механического напряжения, близкого к критическому, меняет характер накопления как обратимой, так и остаточной деформации. Особенности накопления обратимой и остаточной деформации показаны на рис. 3.7. При внешнем напряжении меньшем 75 МПа величина обратимой деформации увеличивается в



**Рис.3.7.** Зависимость обратимой (1) и остаточной (2) деформации от номера цикла при нагружении прямого мартенситного превращения постоянной нагрузкой: а –  $\sigma=75$  МПа, б –  $\sigma=200$  МПа. Обратимая деформация отложена по левой оси, остаточная – по правой.

каждом цикле серии, постепенно выходя на уровень насыщения. Вместе с обратимой деформацией в цикле превращения накапливается и остаточная деформация. Однако ее величина при таких нагрузках примерно на порядок меньше, чем при механических напряжениях больших, чем 75 МПа.

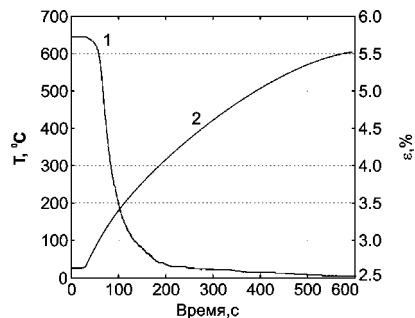
Увеличение нагрузки свыше 75 МПа приводит к быстрому насыщению обратимой деформации, фактически, в двух-трех первых циклах серии. Характерным при этом становится накопление значительной остаточной деформации в первом после отжига цикле. Аппроксимировав снижение остаточной деформации формулой



**Рис 3.8.** Зависимость экспоненциального коэффициента  $\beta$  от величины нагрузки в серии циклов мартенситных превращений: а – нагружение при прямом превращении; б – нагружение при прямом и обратном превращении

Увеличение нагрузки свыше 75 МПа приводит к быстрому насыщению обратимой деформации, фактически, в двух-трех первых циклах серии. Характерным при этом становится накопление значительной остаточной деформации в первом после отжига цикле. Аппроксимировав снижение остаточной деформации формулой

$\varepsilon_k = \varepsilon_n + \varepsilon_0 \cdot \exp(-\beta k)$ , определили значение экспоненциального коэффициента  $\beta$  для каждой из нагрузок, действовавшей в серии (рис.3.8). Сравнивая поведение коэффициентов  $\alpha$  и  $\beta$  с ростом нагрузки в сериях циклов мартенситных превращений, можно сделать вывод о похожем характере зависимостей  $\alpha(\sigma)$  и  $\beta(\sigma)$ , то есть скорость снижения энергии акустической определяется скоростью накопления остаточной деформации. Причем при малых нагрузках остаточная деформация выступает в качестве фактора стимулирующего продуцирование акустического излучения, а при высоких нагрузках, наоборот, накопление остаточной деформации приводит к быстрому снижению энергии излучения до уровня насыщения.



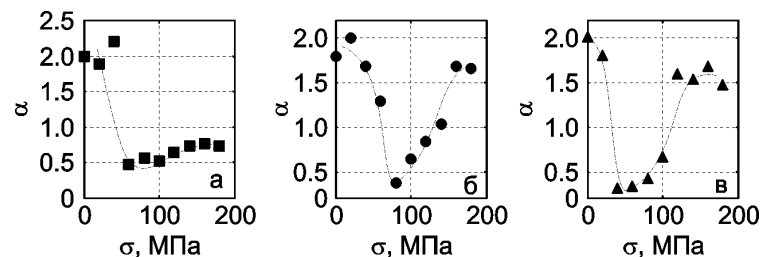
**Рис.3.9.** Высокотемпературный возврат деформации после серии термомеханических циклов при нагружении прямого мартенситного превращения нагрузкой 125 МПа: 1 – деформационная кривая; 2 – температурная кривая

При отжиге сплава, циклированного под нагрузкой большей 75 МПа, наблюдается возврат остаточной деформации при более высоких температур по сравнению с температурой  $A_f$  (рис 3.9), то есть наблюдается высокотемпературный эффект памяти формы. Следовательно, фактором роста экспоненциального коэффициента  $\alpha$  может выступать стабилизация мартенситной фазы в локальных полях высоких внутренних напряжений.

При отжиге сплава, циклированного под нагрузкой большей 75 МПа, наблюдается возврат остаточной деформации при более высоких температур по сравнению с температурой  $A_f$  (рис 3.9), то есть наблюдается высокотемпературный эффект памяти формы. Следовательно, фактором роста экспоненциального коэффициента  $\alpha$  может выступать стабилизация мартенситной фазы в локальных полях высоких внутренних напряжений.

В ходе экспериментов по циклированию мартенситных превращений в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  также было установлено влияние внешнего механического напряжения на акустическую эмиссию. Анализ экспериментальных данных показывает, что для данного сплава внешнее механическое напряжение, приложенное к образцу в цикле превращения, оказывает влияние на скорость снижения энергии акустической эмиссии до уровня насыщения, то есть на величину коэффициента  $\alpha$  (рис.3.10). Также как и в сплаве легированном молибденом значения

коэффициента  $\alpha$  сначала сильно снижаются, а затем начинают расти. Такая реак-



**Рис 3.10.** Зависимость экспоненциального коэффициента  $\alpha$  от величины нагрузки в серии циклов мартенситных превращений: а – нагружение при прямом превращении; б – нагружение при обратном превращении; в – нагружение при прямом и обратном превращении.

коэффициента  $\alpha$  сначала сильно снижаются, а затем начинают расти. Такая реак-

ция акустической эмиссии на внешнее механическое напряжение проходит на фоне накопления в циклах мартенситных превращений не только обратимой, но и остаточной деформации, доля которой увеличивается с ростом нагрузки в сериях циклов мартенситных превращений.

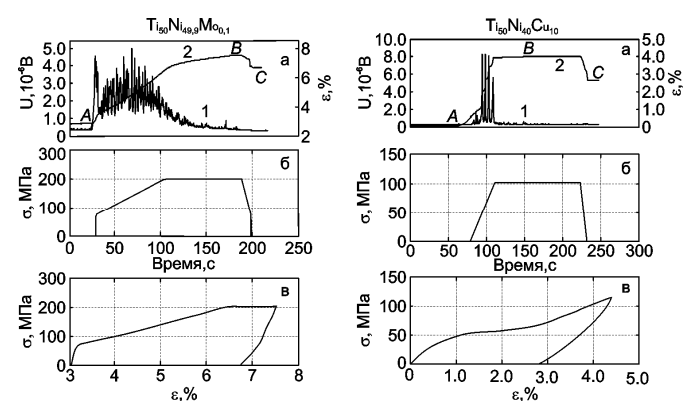
**Глава 4. Закономерности акустической эмиссии и деформации в условиях изотермического нагружения сплавов на основе никелида титана**

Глава посвящена исследованию и анализу закономерностей акустической эмиссии в процессе изотермического деформирования сплавов на основе никелида титана.

В сплавах с термоупругими мартенситными превращениями механизмы накопления деформации различны в зависимости от температуры. В интервале температур от  $M_f$  и ниже образцы содержат только мартенситную фазу, и неупругая деформация обеспечивается смещением междоменных (двойниковых) границ внутри кристаллов мартенситной фазы. В состоянии двухфазности, т.е. при  $M_f < T < M_s$ , процесс накопления деформации для сплавов на основе TiNi осуществляется как за счет образования новых кристаллов мартенсита, так и за счет роста ранее образовавшейся мартенситной фазы. В интервале температур  $M_s < T < A_f$  неупругая деформация накапливается за счет ориентированного роста мартенситных кристаллов с максимальными значениями факторов Шмидта.

Таким образом, если к образцу, находящемуся в изотермических условиях, приложить механическую нагрузку, то внешнее механическое напряжение обеспечит накопление материалом деформации в результате действия одного из указанных механизмов неупругости в зависимости от температуры сплава. Акустическая эмиссия, являясь структурночувствительным методом исследования, должна отражать эти особенности деформационного поведения сплавов с термоупругими мартенситными превращениями.

Как показано на рис.4.1. накопление деформации в изотермических условиях сопровождается акустической эмиссией, а наблюдающийся при раз-

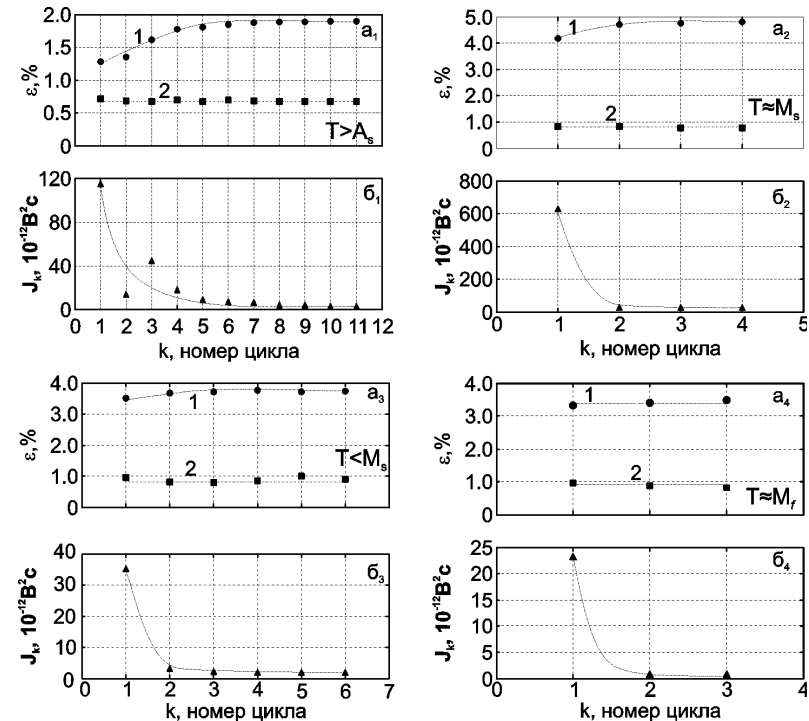


**Рис.4.1.** Первый изотермический термомеханический цикл серии при температуре деформации  $T \approx M_s$ : а — акустическая эмиссия (1) и деформация (2), регистрируемые в цикле (AB — накопление деформации, BC — возврат деформации); б — механическое напряжение, прикладываемое к образцу; в — зависимость напряжения от деформации в цикле.

грузке небольшой деформационный возврат происходит в отсутствие акустического излучения (точнее акустическая эмиссия на уровне фона).

Сопоставляя экспериментальные данные для различных температур деформации из интервала  $(M_d - M_f)$ , отметим (рис. 4.2 б), что многократное воспроизведение

изотермических циклов нагрузка-разгрузка приводит к снижению энергии акустического излучения до уровня насыщения, а значение энергии акустической эмиссии первого цикла существенно зависит от температуры деформации.



**Рис 4.2.** Накопление и возврат деформации (а), значение энергии акустической эмиссии (б) в сериях изотермических циклов при различных температурах испытания: 1 — остаточная деформация в цикле, 2 — обратимая деформация при разгрузке.

Характерной особенностью деформационного поведения исследованных сплавов является значительная остаточная деформация, накапливающаяся в основном в первом цикле нагружения и сохраняющаяся после изотермической разгрузки (рис. 4.2 а). Однако, эта остаточная деформация не является необратимой, так как большая ее часть испытывает возврат при нагреве до температуры 250-300<sup>0</sup>С, что существенно превышает температуру  $A_f$ , то есть наблюдается высоко-температурный эффект памяти формы (рис.4.3). Обратимая же деформация первого цикла нагружения достигает значений около 0,7 – 0,9 % и остается практически постоянной при многократном воспроизведении изотермических термомеханических циклов (рис. 4.2 а). Очевидно, что эта деформация носит квазиупругий характер и не связана с мартенситным механизмом.



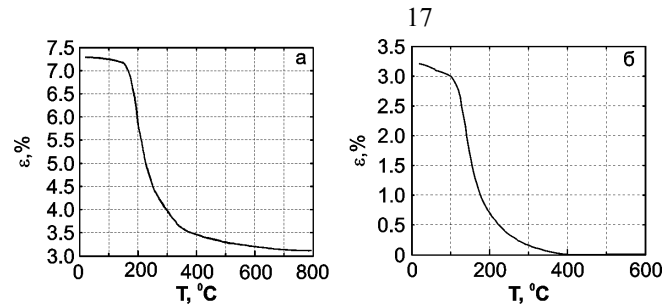


Рис.4.3. Возврат деформации в процессе отжига никелида титана, претерпевшего серию изотермических термомеханических циклов: а – сплав  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ , б –  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$

ситной фазы в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями при их многократном термомеханическом циклировании в изотермических условиях.

Как показано на рис. 4.4 зависимость энергии акустической эмиссии и деформации первого цикла нагружения от температуры для сплавов  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  и  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$  имеет характерный вид функции с максимумом вблизи температуры  $M_s$ .

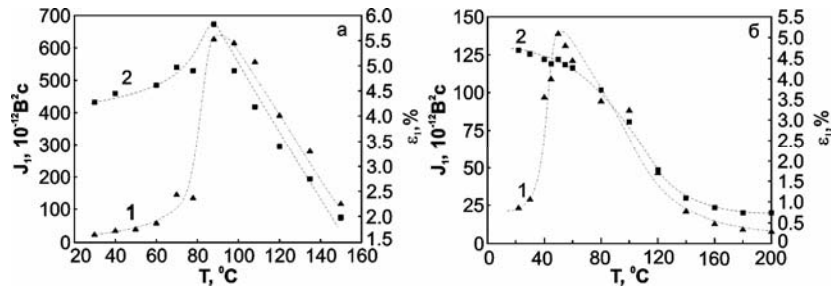


Рис.4.4. Зависимость энергии акустической эмиссии первого изотермического цикла (1) и прироста деформации в первом цикле (2) от температуры: а – сплав  $Ti_{50}Ni_{49.9}Mo_{0.1}$ , б –  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$

Из данных, представленных на рис. 4.4, следует, что независимо от типа сплава, энергия акустической эмиссии в первом изотермическом цикле имеет максимум вблизи температуры  $M_s$ . Этой же температуре нагружения соответствуют максимальные или близкие к ним значения деформации, накопленной в изотермических условиях. При температурах нагружения ниже  $M_s$  накапливаемые деформации также велики, однако энергия акустической эмиссии низка. Такая зависимость указывает на то, что накопление деформации за счет ориентированного появления мартенситных кристаллов характеризуется максимальной диссипацией упругой энергии, а накопление деформации за счет движения междоменных (двойниковых) границ является аккомодационным деформационным процессом, то есть консервативным процессом с низкой диссипацией энергии.

Как показано на рис. 4.5 зависимость между энергией акустической эмиссии первого цикла и величиной деформации в этом цикле с высокой точно-

Таким образом, такое деформационное поведение в совокупности с высокотемпературным эффектом памяти формы свидетельствуют о накоплении и стабилизации мартен-

стью (коэффициент корреляции около 0,98) можно аппроксимировать линейной функцией как в интервале температур ( $A_f - M_s$ ) (рис. 4.5а), так и в интервале температур ( $M_s - M_f$ ) (рис. 4.5б).

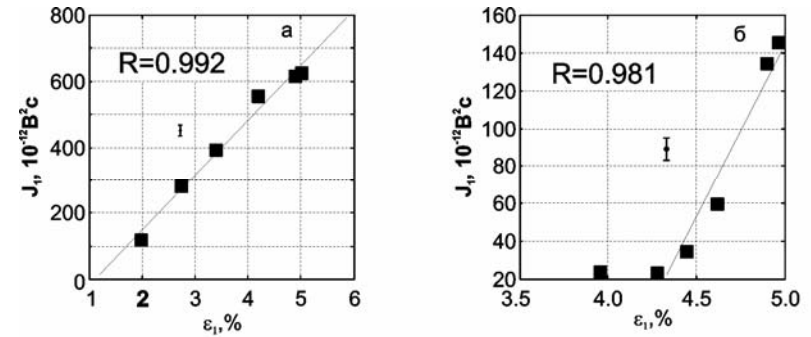


Рис.4.5. Корреляция между энергией акустической эмиссии и величиной прироста деформации в первом изотермическом цикле: а — для интервала температур  $88^{\circ}C - 150^{\circ}C$ , б — для интервала температур  $25^{\circ}C - 78^{\circ}C$ .

Высокая степень корреляции указывает на существование причинно-следственной связи между механизмами накопления деформации в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями и акустической эмиссией. На качественном уровне такую связь с учетом полученных результатов можно объяснить следующим образом.

Известно, что с понижением температуры до температуры  $M_s$  напряжение мартенситного сдвига ( $\sigma_m$ ) уменьшается, а напряжение дислокационного предела текучести ( $\sigma_s$ ) растет. Чем больше разность  $\Delta\sigma = \sigma_s - \sigma_m$ , тем меньше вклад пластической деформации и тем большая обратимая деформация может быть накоплена материалом при одном и том же уровне внешнего механического напряжения. Следовательно, рост энергии акустической эмиссии при понижении температуры изотермических циклов до температуры  $M_s$  связан именно с приростом обратимой, а не пластической составляющей деформации. Следует отметить, что накопление деформации в этом случае сопровождается сигналами акустической эмиссии аномально высокой амплитуды. Возрастание амплитуд акустических сигналов может быть обусловлено увеличением общего числа, образующихся мартенситных кристаллов, и повышением степени коррелированности их появления. Коррелированный характер появления мартенситных кристаллов находит наиболее четкое подтверждение в экспериментах по изотермическому деформированию сплава  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  вблизи температуры  $M_s$  (рис 4.1 а). Здесь каждому высокоамплитудному пику акустической эмиссии соответствует макроскопический скачок деформации. С учетом микровзрывной кинетики, автокаталитичного характера превращения в этом сплаве и отсутствием пластической составляющей в накопленной деформации, данные деформационные скачки можно расценивать как проявление коррелированного формирования некоторой совокупности мартенситных кристаллов во внешнем механическом поле напряжений, по крайней мере, в мезоскопическом объеме материала. Данный вывод не

противоречит известным экспериментальным данным о взаимосвязи между амплитудой акустического сигнала и объемом образующейся мартенситной фазы. Так в работах Иевлева И.Ю. показано, что квадрат амплитуды акустического сигнала пропорционален превращенному объему материала, являющемуся системой когерентных излучателей, а мерой когерентности является амплитуда акустических импульсов.

Таким образом, накопление деформации за счет коррелированного роста мартенситных кристаллов во внешнем механическом поле напряжений приводит к возрастанию амплитуд акустических сигналов, а снижение температуры деформации до температуры близкой к  $M_s$  приводит к увеличению числа, образующихся мартенситных кристаллов. Совокупное действие этих факторов обеспечивает существенный рост энергии акустической эмиссии при снижении температуры изотермических термомеханических циклов до температуры  $M_s$ .

При температурах деформации ниже  $M_s$  в условии уже сформированных мартенситных границ преобладающим механизмом деформации постепенно становится движение междоменных (двойниковых) границ, имеющее преимущественно консервативный характер, и как следствие наблюдается снижение амплитуд акустических сигналов и энергии акустического излучения.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Установлено, что в сплавах на основе никелида титана, склонных к фазовому наклепу, механическая нагрузка, приложенная на этапе прямого мартенситного превращения, приводит к аномальному росту энергии акустической эмиссии.

2. Показано, что многократное термоциклирование сплавов на основе никелида титана в условиях нагружения приводит к экспоненциальному снижению энергии акустической эмиссии. Скорость выхода энергии акустической эмиссии до уровня насыщения, характеризуемая коэффициентом в показателе экспоненты, зависит от приложенного механического напряжения как функция с минимумом, что может свидетельствовать о смене роли факторов, влияющих на снижение энергии излучения в цикле мартенситного превращения.

3. Установлено, что фактором, определяющим уменьшение экспоненциального коэффициента с ростом нагрузки в сериях неизотермических циклов мартенситных превращений, является пластическая релаксация микронапряжений, а рост экспоненциального коэффициента преимущественно связан со стабилизацией мартенситной фазы.

4. Показано, что между величиной деформации, накапливаемой в изотермических условиях, и энергией акустической эмиссии существует сильная корреляция, что может свидетельствовать о наличии причинно-следственной связи между механизмами накопления деформации в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями и акустической эмиссией.

5. Установлено, что для сплавов с термоупругими мартенситными превращениями энергия акустической эмиссии зависит от температуры изотермического термомеханического цикла как функция с максимумом вблизи температуры начала прямого мартенситного превращения. Такая зависимость объясняется

сменой механизмов накопления деформации — при температурах выше  $M_s$  основным механизмом деформации является ориентированный рост мартенситных кристаллов, а при температурах ниже  $M_s$  деформация накапливается преимущественно за счет движения уже сформированных междоменных (двойниковых) границ.

6. Показано, что скачкообразный характер накопления деформации в сплаве  $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$  в изотермическом термомеханическом цикле является проявлением коррелированного роста мартенситных кристаллов во внешнем механическом поле напряжений. Скачкообразные деформационные акты сопровождаются импульсами акустической эмиссии аномально высокой амплитуды

7. Установлено, что многократное воспроизведение изотермических термомеханических циклов приводит к формированию в сплавах на основе никелида титана высокотемпературного эффекта памяти формы, что свидетельствует о стабилизации мартенситной фазы. Деформация стабилизированного мартенсита не сопровождается акустической эмиссией и характеризуется накоплением только квазиупругой деформации.

### ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Плотников В.А., Коханенко Д.В. Пачин И.М. Инверсия асимметрии акустической эмиссии при термоупругих мартенситных превращениях под нагрузкой в сплавах на основе никелида титана // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.*— 2005.— №3.— С. 55 – 61.

2. Плотников В.А., Пачин И.М., Протопопов Р.С. Роль пластической релаксации напряжений в формировании потока акустических сигналов при термоупругих мартенситных превращениях в сплавах на основе никелида титана // *Вестник ТГУ. Бюллетень оперативной научной информации. Физика и химия неравновесных процессов.* – 2005.— №44.— С. 85–89.

3. Плотников В.А., Пачин И.М., Грязнов А.С. Акустическая эмиссия и релаксационные процессы при термоупругих мартенситных превращениях // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.*— 2006.— №1.— С. 41 – 48.

4. Плотников В.А., Пачин И.М. Акустическая эмиссия при термоупругих мартенситных превращениях в сплаве на основе никелида титана в условиях нагружения // *Вестник ТГУ. Бюллетень оперативной научной информации. Современные методы экспериментальных исследований.* – 2006.— №64.— С. 36–43.

5. Плотников В.А., Пачин И.М., Грязнов А.С. Акустическая эмиссия в процессе изотермического накопления и возврата деформации в сплавах на основе никелида титана // *Тезисы докладов IV международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов».*— Черноголовка. 2006.—С. 144.

6. Плотников В.А., Пачин И.М., Грязнов А.С. Закономерности акустической эмиссии и процессов накопления и возврата деформации при термо-

упругих мартенситных превращениях // Тезисы докладов IV международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов». – Черногловка. 2006. – С. 144-145.

7. Плотников В.А., Пачин И.М. Закономерности акустической эмиссии при термоупругих мартенситных превращениях в сплавах в условиях механического нагружения // Тезисы докладов XVI международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов». – Самара. 2006. – С. 25.

8. Плотников В.А., Пачин И.М., Грязнов А.С. Релаксационные процессы и акустическая эмиссия при мартенситных превращениях в никелиде титана // Тезисы докладов XVI международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов». – Самара. 2006. – С. 26.

9. Плотников В.А., Пачин И.М., Акустическая эмиссия при изотермической деформации никелида титана // Тезисы докладов XVII Международной конференции «Петербургские чтения по проблемам прочности». – Санкт-Петербург 2007. – С. 275-277.

10. Плотников В.А., Пачин И.М., Акустическая эмиссия при термоупругих мартенситных превращениях в никелиде титана в условиях изотермического нагружения // Изв. вузов. Физика. – 2007.-№ .-С. - .

Подписано в печать 11.01.08. Формат 60×84/16.  
Усл. печ. л. 1,0. Тираж 100 экз. Заказ \_\_\_\_\_  
Типография Алтайского государственного университета  
656049, Барнаул, ул. Димитрова, 66.