

СВОЙСТВА СПЛАВА $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, АТ. % С ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**Попов Н.Н., Пресняков Д.В., Ларькин В.Ф.**

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ»),
г. Саров, Нижегородская обл., Россия, E-mail: NNPopov@vniief.ru*

В настоящее время в Российской Федерации создаются новые реакторные установки на быстрых нейтронах. Учитывая сложность и опасность реакторных установок, последние должны оснащаться дополнительными устройствами безопасности, в том числе основанными на применении сплавов с высокотемпературным эффектом памяти формы (ЭПФ). Одно из таких устройств, предложенное нами, описано в [1]. Отработка конструкции устройства с применением сплава с памятью формы системы Ti-Ni-Nb-Zr при температурах до 100 °С показала его хорошую работоспособность. Для проверки срабатывания устройства при высоких температурах нами выбран высокотемпературный сплав с памятью формы (ВСПФ) $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат. %.

На созданной во ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» экспериментально-методической базе проведены комплексные исследования свойств сплава. Получены сведения об элементном и фазовом составах, о температурах фазовых превращений, механических и термомеханических характеристиках (ТМХ). Исследования проводили на образцах, изготовленных из полосы толщиной 2,04 мм и прутка диаметром 5,85 мм. Подробно методики исследований описаны в [2, 3].

Термическую обработку (ТО) образцов ВСПФ $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат. % проводили по различным режимам (в течение 1 ч, охлаждение с печью):

- отжиг в вакууме при 450 °С (ТО № 1) – полоса;
- отжиг в вакууме при 600 °С (ТО № 2) – полоса, пруток;
- отжиг в вакууме при 850 °С (ТО № 3) – полоса, пруток;
- отжиг при 400 °С (ТО № 4) – пруток;
- отжиг при 600 °С (550 °С) (ТО № 5) – пруток;
- отжиг при 850 °С (ТО № 6) – пруток.

Методом электронно-зондового микрорентгеноспектрального анализа установлено, что значения концентраций (масс. %) для всех элементов в образцах полосы и прутка сплава в исходном состоянии находятся в допустимых пределах заказанных концентраций элементов: 33,1Ti-58,8Pd-8,1Ni, масс. доля по шихте, % или $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат. %. Для образцов прутка после ТО по сравнению с исходным состоянием средние значения концентраций Ti статистически значимо увеличились от 0,3 масс. % до 1 масс. %; средние значения концентраций Pd статистически значимо уменьшились от 0,3 масс. % до 1,1 масс. %; после ТО № 3, № 5 средние значения концентраций Ni статистически значимо уменьшились на 0,2 масс. % и 0,1 масс. %, соответственно. Дефекты в виде пор и трещин в микроструктуре сплава не обнаружены.

Рентгеноструктурным методом установлено, что при $T = 20$ °С сплав полосы и прутка в исходном состоянии и после ТО состоит из твердого раствора легирующего элемента Ni в TiPd в состоянии B19 с орторомбической решеткой (основная фаза). Рассчитанные значения параметров a , b , c кристаллических решеток сплавов в различных состояниях отличаются от своих стандартных значений на величину более 0,01 Å, что вызвано образованием твердого раствора на основе TiPd, а также наличием искажений и дефектов упаковки кристаллической решетки. Исследования кинетики мартенситных превращений показали, что в сплаве в исходном состоянии и после ТО № 3 в процессе нагрева и последующего охлаждения фаза TiPd (B19) претерпевает полное превращение по одностадийной схеме $B19 \leftrightarrow B2$.

Методом дифференциально-термического анализа (ДТА) для полосы и прутка сплава в исходном состоянии и после ТО определены температуры обратного (A_s , A_f) и прямого (M_s , M_f) мартенситного превращения (см. табл.), в исходном состоянии –

температуры плавления и рекристаллизации $T_{кр}$, которые необходимы для определения условий наведения деформации при определении ТМХ сплава. Выявлено в основном небольшое различие между собой соответствующих средних значений температур фазовых превращений, которые происходят в достаточно узких интервалах температур $|A_s-A_f|$, $|M_s-M_f|$ и с небольшим гистерезисом (A_s-M_f) . Температуры плавления полосы и прутка в исходном состоянии $T_{пл} = 1117,0$ °С одинаковы и различаются только в пределах погрешности измерения; температуры рекристаллизации $T_{кр}$ отличаются на 60 °С и составляют 1366,0 °С и 1306,5 °С, соответственно.

Таблица - Результаты определения методом ДТА температур фазовых превращений в полосе и прутке сплава $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат. % в исходном состоянии и после ТО

$A_s, ^\circ C$	$A_f, ^\circ C$	$M_s, ^\circ C$	$M_f, ^\circ C$	$ A_s-A_f , ^\circ C$	$ M_s-M_f , ^\circ C$	$(A_s-M_f), ^\circ C$
Полоса						
408,5÷410,0	437,0÷444,0	382,5÷397,5	371,0÷376,5	28,0÷34,5	11,0÷21,0	32,5÷38,5
Пруток						
397,5÷409,5	428,0÷439,0	374,5÷395,0	360,0÷365,5	28,5÷36,0	14,5÷31,0	32,5÷45,5

По результатам металлографических исследований установлено, что микроструктура образцов полосы и прутка сплава в исходном состоянии и после ТО состоит из зерен фазы на основе TiPd, имеющих мартенситную структуру (во всех случаях), а также дисперсных включений (кроме полосы после ТО № 1 и № 3). Среднее значение среднего условного размера зерна составляет:

– в полосе сплава в исходном состоянии и после ТО № 2 33-36 мкм, разнотерности практически не наблюдается;

– в прутке сплава в исходном состоянии по краю и в середине образца 29,9±3,0 мкм и 63,9±7,1 мкм ($K_{вар} = 21$ % и 14 %), соответственно, и статистически значимо различаются в 2 раза; после ТО № 4, № 5 в середине образцов 49,7±2,2 мкм и 46,3±3,3 мкм, соответственно; после ТО № 3 в середине образца 54,1±4,2 мкм.

Средние значения микротвердости по Виккерсу составляют:

– для полосы сплава 243±6 кгс/мм² (исходное состояние), 243±5 кгс/мм² (ТО № 1), 232±4 кгс/мм² (ТО № 2), 225±3 кгс/мм² (ТО № 3);

– для прутка сплава 256±4 кгс/мм² (исходное состояние); 310±7 кгс/мм² (ТО № 4); 295±6 кгс/мм² (ТО № 5); 271±5 кгс/мм² (ТО № 2); 251±4 кгс/мм² (ТО № 3), при этом разброс значений ($K_{вар} = (3-6)$ %) и ошибка среднего значения Δ небольшие.

По результатам механических испытаний на растяжение определены основные механические характеристики полосы и прутка исследуемого сплава в исходном состоянии и после термообработки: фазовый предел текучести σ_f , предел текучести, обусловленный дислокационным пластическим течением σ_T , предел прочности σ_B , максимальная деформация образца ε_0^{max} , относительное удлинение δ .

При температурах испытания $T = (380\div370)$ °С и скорости $\dot{\varepsilon} \approx 3,1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для образцов М2×13 мм полосы после ТО № 1, № 2, № 3 в сравнении с исходным состоянием и между собой не выявлено статистически значимого различия для характеристик σ_B , ε_0^{max} , δ ; средние значения (для объединенных выборок): $\sigma_B = 860$ МПа, $\varepsilon_0^{max} = 16,5$ %, $\delta = 9$ %.

При температуре испытания $T = 23$ °С и скорости $\dot{\varepsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для образцов М4×26 мм прутка максимальные значения $\sigma_B = 1010$ МПа и $\delta = 5$ % получены в исходном состоянии; ТО № 4 уменьшает σ_B на 180 МПа и δ в 1,7 раза, ТО № 6 – σ_B на 220 МПа и δ в 2,5 раза по сравнению с исходным состоянием. При температуре испытания $T = (170\div175)$ °С максимальные значения $\sigma_B = 920$ МПа и $\delta = 6$ % получены в исходном состоянии; ТО № 4 уменьшает σ_B на 90 МПа и δ в 1,5 раза, ТО № 6 – σ_B на 210 МПа и δ в 1,2 раза по сравнению с исходным состоянием. При температуре испытания $T = 325$ °С при увеличении температуры отжига от 400 °С до 850 °С σ_B уменьшается на 50 МПа, а δ увеличивается в 1,3 раза.

Определены термомеханические характеристики полосы и прутка исследуемого сплава в исходном состоянии и после термообработки при различных температурах при нагреве до различных температур (проявлении ЭПФ) после предварительно наведенной деформации растяжением при различных температурах T_d и общей наводимой деформации ε_0 с различными скоростями наведения деформации $\dot{\varepsilon}$ (в зависимости от размера образца): характеристические температуры начала и окончания формовосстановления $A_{s \text{ ЭПФ}}^H$, $A_{f \text{ ЭПФ}}^K$, $A_{s \text{ ЭПФ}}$, $A_{f \text{ ЭПФ}}$; температурные интервалы

$|A_{s \text{ ЭПФ}}^H - A_{f \text{ ЭПФ}}^K|$, $|A_{s \text{ ЭПФ}} - A_{f \text{ ЭПФ}}|$; величина термически обратимой деформации $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ и степень восстановления формы $\eta_{\text{ЭПФ}}$ при проявлении ЭПФ.

Для образцов М2×13 мм полосы сплава при $T_d = (380 \div 370) \text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon_0 = 11 \text{ } \%$ и $\dot{\varepsilon} \approx 3,1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ наилучшие средние значения характеристик памяти формы $\varepsilon_{\text{ЭПФ}} = 4,3 \text{ } \%$ и $\eta_{\text{ЭПФ}} = 0,57$ получены после ТО № 2; при этом средние значения температур $A_{s \text{ ЭПФ}} = 418 \text{ }^\circ\text{C}$, $A_{f \text{ ЭПФ}} = 435 \text{ }^\circ\text{C}$, основное превращение происходит в узком интервале температур $|A_{s \text{ ЭПФ}} - A_{f \text{ ЭПФ}}| = 18 \text{ }^\circ\text{C}$. Для образцов М4×26 мм прутка сплава при $T_d = (170 \div 175) \text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon_0 = 9 \text{ } \%$ и $\dot{\varepsilon} \approx 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ максимальные значения $\varepsilon_{\text{ЭПФ}} = 2,4 \text{ } \%$, $\eta_{\text{ЭПФ}} = 0,43$ получены после ТО № 6 (что почти в два раза превышает эти характеристики в исходном состоянии и после ТО № 4); при этом $A_{s \text{ ЭПФ}} = 414 \text{ }^\circ\text{C}$, $A_{f \text{ ЭПФ}} = 422 \text{ }^\circ\text{C}$, $|A_{s \text{ ЭПФ}} - A_{f \text{ ЭПФ}}| = 8 \text{ }^\circ\text{C}$.

Результаты проведенных исследований механических и термомеханических характеристик ВСПФ $\text{Ti}_{50}\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{10}$, ат.% на образцах, вырезанных из прутка, показали, что в исходном состоянии и после различной термообработки они обладают недостаточными пластическими свойствами и характеристиками памяти формы для использования в качестве материала рабочего элемента устройства безопасности электрической системы, для которого желательны значения относительного удлинения δ не менее 10 % и значения термически восстановленной деформации $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ не менее 3,0 %. Вместе с тем, результаты, полученные на образцах, изготовленных из полосы, имеют приемлемые значения и будут использованы нами для создания устройств безопасности применительно к объектам атомной энергетики.

Список литературы

1. Попов Н.Н., Ларькин В.Ф. Устройство пассивной защиты ядерного реактора на быстрых нейтронах. Патент РФ № 2541515 МПК G21C 9/00. Оpubл. 20.02.2015, Бюлл. № 5.
2. Попов Н.Н., Ларькин, В.Ф. Пресняков Д.В., Гришин Е.Н., Сысоева Т.И., Морозова Т.А., Потемкин Г.А, Костылева А.А. Исследование свойств сплава 50Ti-40Pd-10Ni с высокотемпературным эффектом памяти формы // ФММ. 2018. Т. 119. № 3. С. 303-316.
3. Попов Н.Н, Пресняков Д.В., Морозова Т.А., Гришин Е.Н. Исследование структуры и свойств высокотемпературных сплавов с памятью формы систем Ti-Pd-Ni и Ni-Ti-Hf // Материаловедение. 2018. №11. С.10-21.