НАНОТВЕРДОСТЬ И МОДУЛЬ УПРУГОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ СИСТЕМЫ СПЛАВОВ TINI-TIFE

Муслов С.А.¹, Пушин В.Г.²

1 – ГОУ ВПО Московский Государственный Медико-Стоматологический Университет (МГМСУ) им. А.И. Евдокимова Росздрава, г. Москва 2 – Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН (ИФМ УрО РАН), г. Екатеринбург

Изучение физических и механических свойств материалов всегда представляло и представляет интерес для исследователей, занимающихся проблемами фазовых превращений в твердом теле. При этом твердость и модули упругости материалов являются важными и весьма информативными характеристиками [2]. В данной работе методом инструментального наноиндентирования выполнены измерения твёрдости и модуля упругости монокристаллов сплавов $Ti_{50}Ni_{50-x}Fe_x$ (x = 50, 25, 10, 5, 2) и TiNi ($Ti_{49}Ni_{51}$), постепенно теряющих устойчивость к одному B2-R, а затем к двум мартенситным превращениям B2-R-B19' (TiNi и TiNiFe с содержанием железа менее 10%). Здесь B2 – высокотемпературная фаза с дальним порядком по типу CsCl, R и B19' – мартенситные фазы с ромбоэдрической и моноклинной структурами соответственно.

Измерение твердости и модуля упругости методом наноиндентирования трехгранной пирамидой Берковича проводилось с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-3D" [4] (рис. 2). Приборы серии "НаноСкан" основаны на принципах сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) [1]. Главным отличием "НаноСкан" в линейке подобных нанотвердомеров является применение в качестве зондового датчика пьезорезонансного кантилевера камертонной конструкции с высокой изгибной жесткостью консоли (~2×10⁴ Н/м).

Образцы представляют собой пластинки, которые помещались в формы и заливались светоотверждаемой пластмассой. Затем верхняя поверхность образцов полировалась. Для полировки была использована полировальная машина TegraPol фирмы Struers (Дания).

Использовали образцы в монокристаллическом и поликристаллическом состоянии. Зависимость твердости сплавов от ориентации монокристаллов в данной работе не изучалась. Данные по упругим постоянным *с*_{ії} монокристаллов TiNi-TiFe были взяты из наших предыдущих работ [3, 5].

На каждом образце была проведена серия не менее чем из 10 измерений. Нагрузка составляла 500 мН, время нагружения – 10 с, время поддержания максимальной нагрузки – 2 с. Расстояние между уколами – 70 мкм. На рис. 1 показаны отдельные отпечатки на поверхности образцов.

І. Данные измерений модуля упругости и твердости сплавов TiNi-TiFe с B2решеткой представлены на рис. 2.

Как видно из рисунка уровень упругих свойств монокристаллов сплавов зависит от концентрации железа и плавно снижается при уменьшении содержания Fe в сплавах и постепенной потери их устойчивости к мартенситным превращениям. Этот результат является вполне ожидаемым, поскольку у большинства сплавов приближение к точке мартенситного превращения по температуре или концентрации легирующих элементов сопровождается размягчением кристаллической решетки и модулей упругости поликристаллов и упругих постоянных уменьшением монокристаллов [7]. Наибольшее значение модуля упругости Е (190 ГПа) наблюдалось у интерметаллида TiFe, наиболее далеком от сплавов с мартенситными превращениями, наименьшее (68 ГПа) у поликристалла TiNi, испытывающего цепочку превращений B2-R-B19', среднее значение модуля Юнга сплавов TiNiFe составило 112,43 ГПа.



Рисунок 1 - Плоское и объемное изображение отпечатков на поверхности монокристаллических образцов: *a*) Ti₅₀Fe₅₀, *б*) Ti₄₉Ni₅₁.

Величина твердости H сплавов Ti₅₀Ni_{50-x}Fe_x также снижалась с уменьшением x, хотя не так монотонно. Отклонение концентрационной зависимости твердости от монотонной может быть обусловлено ориентационной зависимостью (анизотропией) физических характеристик кристаллов. Тем не менее наибольшее значение H (6,90 ГПа) отмечено у интерметаллида Ti₅₀Ni₂₅Fe₂₅, наименьшее (3,27 ГПа) у Ti₄₉Ni₅₁ в поликристаллическом состоянии, среднее значение составило 4,25 ГПа. Численные данные по твердости для сплавов на основе никелида титана TiNi достаточно хорошо согласуются с литературными данными, например значениями, полученными в [9].



Рисунок 2- Модуль упругости и твердость исследованных сплавов

Рисунок 3- Модуль упругости сплавов по результатам индентирования и расчета по Фойгту

II. Известно, что модули упругости поликристаллов могут быть вычислены из упругих характеристик монокристалла усреднением их по всем возможным ориентировкам кристаллографических осей [6]. Мы использовали этот факт для сравнения полученных при индентировании опытных данных с известными данными по монокристаллам [3, 5]. Модуль сдвига *G* согласно усреднению по Фойгту принимался

равным $G = (2C' + 3c_{44})/5$, где c_{11} , c_{12} и c_{44} – упругие постоянные монокристаллов, а их линейная комбинация $C' = (c_{11} - c_{12})/2$. Модуль Юнга *E* определялся по формуле $E = 2G(1 + \mu)$, здесь μ – коэффициент Пуассона материалов, который был принят равным 0,33 для всех сплавов. Результаты вычислений в сравнении с экспериментальными данными представлены на рис. 3. Среднее отклонение усредненных значений модулей от эмпирических данных составило 11,55%.

III. Также представляет интерес отношение H/E сплавов Ti₅₀Ni_{50-x}Fe_x с мартенситными превращениями и без них. По данным [8] это отношение у большинства металлов меньше, чем 0,02-0,1, а для NiTi равно 0,45 [10]. Эти данные достаточно хорошо согласуются с полученными нами в настоящей работе значениями, в том числе 0,055 для монокристаллов Ti₄₉Ni₅₁ и 0,06 для сплава Ti₄₉Ni₅₁ в поликристаллическом состоянии. Что касается общего вида (подъема) кривой H/E в зависимости от концентрации железа в сплавах, то, скорее всего, он связан с размягчением модулей упругости сплавов по мере приближения к точкам мартенситных превращений. Для сплавов, испытывающих мартенситные превращения H/E > 0,035.

Литература

1. Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Применение сканирующих зондовых микроскопов для анализа с субмикронным и нанометровым разрешением структуры и механических свойств материалов (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 1998. – Том 64, № 6. – С. 30-43.

2. Григорович В.К. Твердость и микротвердость материалов. М.: Наука, 1976. – 230 с.

3. С.А. Муслов, В.Н. Хачин, В.Г. Пушин, Ю.И. Чумляков. Упругие свойства и структура сплавов TiNi-TiFe накануне мартенситных превращений // Письма о материалах. – 2015. – Том 5, Выпуск 4. – С. 420-423.

4. Усеинов А.С. Измерение модуля Юнга сверхтвердых материалов с помощью сканирующего зондового микроскопа Наноскан // Приборы и техника эксперимента. – 2003. – № 6. – С. 1-5.

5. Хачин В.Н., Муслов С.А., Пушин В.Г., Кондратьев В.В. Особые упругие свойства В2-соединений титана с нестабильной решеткой // Металлофизика и новейшие технологии. – 1988. – Т. 10. – № 1. – С. 102-104.

6. Шермергор Т.Д. Теория упругости микронеоднородных сред. М.: Наука, 1977. – 400 с.

7. T.M. Brill, S. Mittelbach, W. Assmus, M. Mullner and B. Luthi. Elastic properties of NiTi // Journal of Physics: Condensed Matter, Volume 3, Number 48, 9621-7.

8. Cheng, Y.T., Cheng, C. M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements // Mater. Sci. Eng., R Rep. 44, 91–149 (2004).

9. P. Li et al. Spherical indentation of NiTi-based shape memory alloys // Journal of Alloys and Compounds 651 (2015) 724-730.

10. Yang-Tse Cheng and David S. Grummon. Indentation in Shape Memory Alloys // Micro and Nano Mechanical Testing of Materials and Devices, doi: 10.1007/978-0-387-78701-5, p. 71-86.