

## Электросопротивление никелида титана при нестационарном нагреве

Рубаник В.В.<sup>1,2,†</sup>, Рубаник В.В. мл.<sup>1,2</sup>, Петрова-Буркина О.А.<sup>1</sup>

<sup>†</sup>ita@vitebsk.by

<sup>1</sup>Институт технической акустики НАН Беларуси, пр. Людникова 13, 210023 Витебск, Беларусь

<sup>2</sup>Витебский государственный технологический университет, Московский пр-т 72, 210035 Витебск, Беларусь

## Electrical resistance in titanium nickelide upon non-stationary heating

V.V. Rubanik<sup>1,2</sup>, V.V. Jr. Rubanik<sup>1,2</sup>, O.A. Petrova-Burkina<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institute of Technical Acoustics of NAS of Belarus, Lyudnikova St. 13, 210023 Vitebsk, Belarus

<sup>2</sup>Vitebsk State Technological University, Moskovsky St. 72, 210035 Vitebsk, Belarus

Приведены результаты исследований электросопротивления никелида титана в условиях его нестационарного нагрева. Установлены особенности изменения электросопротивления, в том числе при термоциклировании в процессе многократного нестационарного нагрева.

The results of the electrical resistance investigation in titanium nickelide upon non-stationary heating are presented. The changes of the electrical resistance under thermal cycling have been determined.

**Ключевые слова:** эффект памяти формы, никелид титана, электросопротивление, термоЭДС.

**Keywords:** shape memory effect, titanium nickelide, electrical resistance, thermal EMF.

### 1. Введение

Никелид титана обладает комплексом уникальных свойств: псевдоупругостью, сверхэластичностью, антикоррозионной стойкостью и т.п. Из них наибольший интерес представляет эффект запоминания формы – самопроизвольное восстановление образца, деформированном при температуре ниже температуры прямого мартенситного превращения, своей исходной геометрической формы при нагреве. Этот эффект обнаружен во многих металлах и сплавах, но наиболее ярко он проявляется в никелиде титана.

Ранее было установлено, что в случае нестационарного нагрева проволоки из никелида титана при движении зоны нагрева вдоль образца, возникает постоянная по величине и направлению термоЭДС [1], называемая термокинетической [2]. Наведение такой ЭДС в никелиде титана, обладающем эффектом памяти формы, обусловлено протеканием термоупругих фазовых переходов в зоне нагрева.

Еще одной кинетической характеристикой, чувствительной к фазовым переходам, исследованию которой посвящена данная работа, является электросопротивле-

ние, по изменению которого в процессе фазовых переходов можно с достаточной степенью точности судить о кинетике и характеристических температурах превращений, а так же о кинетике изменения термоЭДС.

### 2. Методика и результаты исследований

Исследования проводили на проволочных образцах никелида титана эквиаомного состава диаметром 0,6 мм. Предварительно образцы подвергались отжигу при температуре 700°C в течение получаса на воздухе. Характеристические температуры мартенситных переходов определяли по температурным зависимостям теплового потока и электросопротивлению образцов.

Температуры, определенные методом дифференциальной сканирующей калориметрии на DSC822e (METTLER TOLEDO), составили:  $M_n = 45^\circ\text{C}$ ,  $M_s = 33^\circ\text{C}$ ,  $A_n = 59^\circ\text{C}$ ,  $A_s = 76^\circ\text{C}$ , при этом переход реализуется по схеме  $B2 \rightarrow B19' \rightarrow B2$  (рис. 1).

При определении характеристических температур фазовых переходов по изменению удельного сопротивления использовали двухзондовый метод. Проволочный образец из никелида титана помещался в нагревательное

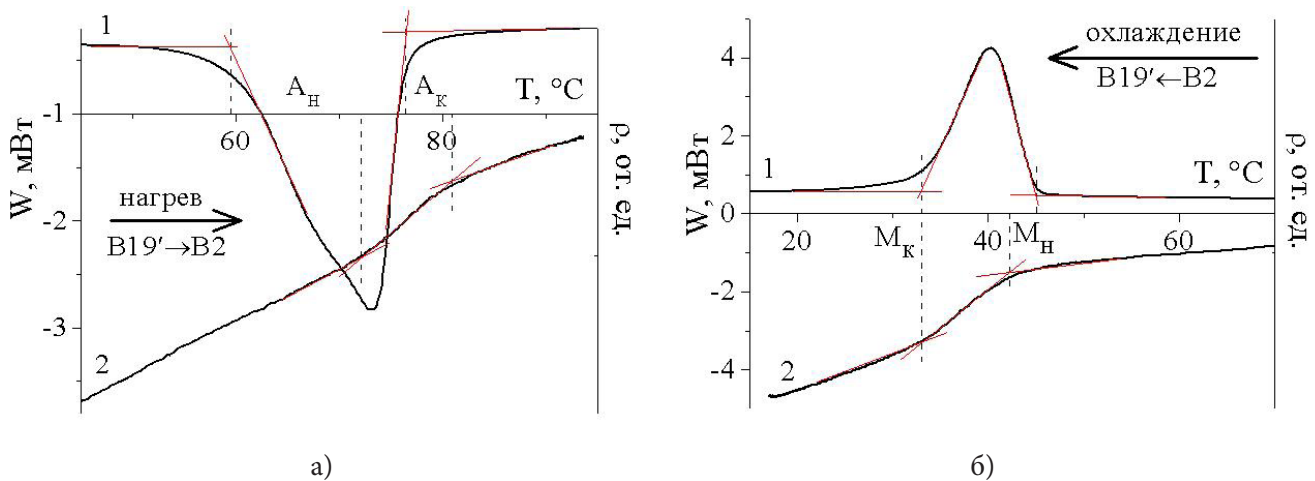


Рис. 1. Зависимости теплового потока (1) и электросопротивления (2) Ti-50%Ni от температуры при нагреве (1) и при охлаждении (б).

устройство, в котором скорость нагрева и охлаждения составляла  $1^\circ\text{C}$  в минуту и непрерывно контролировалась с помощью хромель-копелевой термопары, сигнал с которой выводили непосредственно на персональный компьютер. В качестве измеряемой величины служило падение напряжения на участке образца, подвергаемого нагреву. Характеристические температуры начала и конца прямых и обратных переходов определяли по точкам пересечения двух касательных (рис. 1). Анализ зависимости электросопротивления от температуры указывает, что в образцах прямой фазовый переход осуществляется по схеме  $B2 \rightarrow B19'$  при температурах  $M_H = 42^\circ\text{C}$ ,  $M_K = 33^\circ\text{C}$ . Обратный фазовый переход идет по схеме  $B19' \rightarrow B2$  при температурах  $A_H = 72^\circ\text{C}$ ,  $A_K = 81^\circ\text{C}$ . При комнатной температуре материал находится в низкотемпературном мартенситном состоянии.

Таким образом, используя эти две методики определения характеристических температур, установлено, что температуры прямого фазового перехода практически одинаковы, тогда как температуры обратного перехода отличаются примерно на  $10^\circ\text{C}$ .

Исследования поведения электросопротивления при нестационарном нагреве в никелиде титана (Ti-50%Ni) проводили на экспериментальной установке [3], конструкция которой позволяла перемещать зону нагрева по образцу с заданной скоростью (в нашем случае скорость составляла  $0,4 \text{ см/с}$ ). Измерение электросопротивления проводили двухзондовым методом с выводом данных на персональный компьютер. Места контакта Ti-50%Ni образца с подводящими проводами термоизолировали. Длина образцов, по которой перемещали зону нагрева, составляла  $30 \text{ см}$ . Для снятия с поверхности окисного слоя применяли химическое травление в растворе  $\text{HF} + 3\text{HNO}_3 + 6\text{H}_2\text{O}$ . Температуру на поверхности образца контролировали тепловизором NEC9100 с точностью  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Предварительно производили чернение поверхности проволоки. В процессе измерения зона нагрева перемещалась вдоль образца только в одну сторону. На каждом образце измерения повторяли 100 раз, фактически, таким образом, подвергая материал термоциклированию.

Установлено, что характер поведения электросопротивления при нестационарном нагреве (рис. 2,а) схож

с поведением термокинетической ЭДС [3]. Существует зона уменьшения электросопротивления до некоторого установившегося значения, что связывается с инерционностью процесса нагрева (участок АБ (рис. 2,б)). При дальнейшем движении зоны нагрева образца с температурой равной или выше температуры обратного фазового перехода в материале (участок ВС), величина электросопротивления возрастает и стабилизируется по абсолютному значению, порядка  $60 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$  для первого термоцикла (рис. 2,а). На участке СД образец остывает, соответственно значение электросопротивления увеличивается до некоторого установившегося значения, порядка  $75 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$  для первого термоцикла. Участок ДЕ – участок стабильных температуры и величины электросопротивления, после прекращения нагрева образца.

Термоциклирование образца, как и в случае с термокинетической ЭДС [3], приводит к появлению двух экстремумов значений электросопротивления (рис. 2,б, участки АБ и СД), соответствующих началу и окончанию процесса нагрева образца (рис. 2,а, для 10-го термоцикла). Однако, в отличие от поведения термокинетической ЭДС, термоциклирование образца приводит к изменению не только значения электросопротивления с

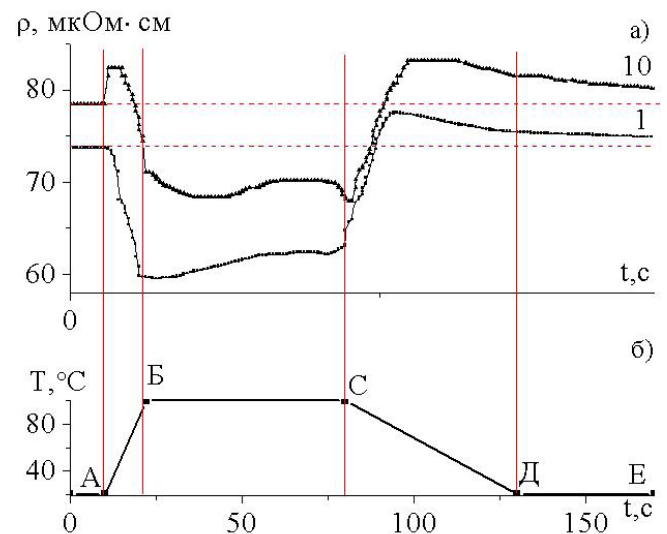


Рис. 2. Изменение электросопротивления для 1 и 10 термоциклов (а) и максимальной температуры образца (б) от времени (сбоку количество термоциклов).

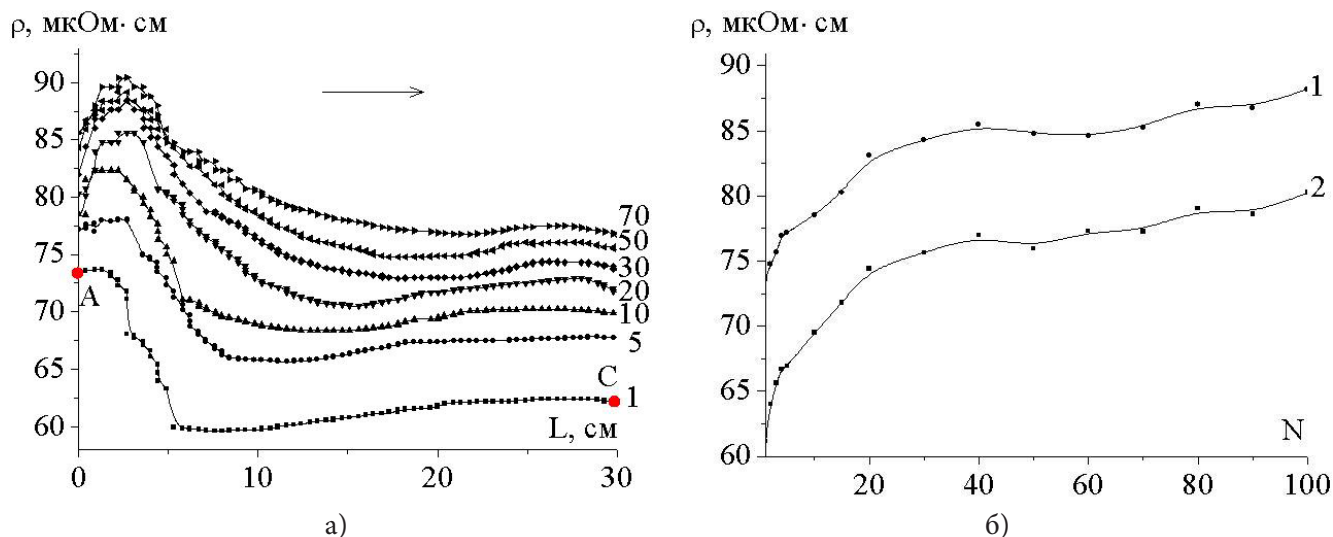


Рис. 3. Изменение электросопротивления образца в процессе нестационарного нагрева (а, стрелкой указано направление перемещения зоны нагрева, сбоку – количество термоциклов) и в зависимости от количества термоциклов (б) на участке 0А (1), участке ВС (2).

60 мкОм·см до 80 мкОм·см (рис. 3,б, кривая 2) в процессе нагрева, но и начального с 73 мкОм·см до 85 мкОм·см (рис. 3,б, кривая 1).

Такое поведение электросопротивления может быть связано с изменением характеристических температур при термоциклировании образца Ti-50%Ni [4]. Действительно, дополнительно проведенные исследования кинетики мартенситных переходов методом измерения электросопротивления показали, что к 15 циклу в материале появляется R-фаза, и образец при охлаждении до комнатной температуры полностью не переходит в низкотемпературную мартенситную фазу B19' (рис. 4), т.е. не происходит полного фазового превращения, как прямого, так, естественно, и обратного при нагреве. При термоциклировании характеристические температуры уменьшаются в среднем на 20-25°C. После 40 цикла характеристические температуры стабилизируются и практически не изменяют свою величину. При этом для исследуемого сплава наблюдается повышение значения электросопротивления в процессе термоциклирования.

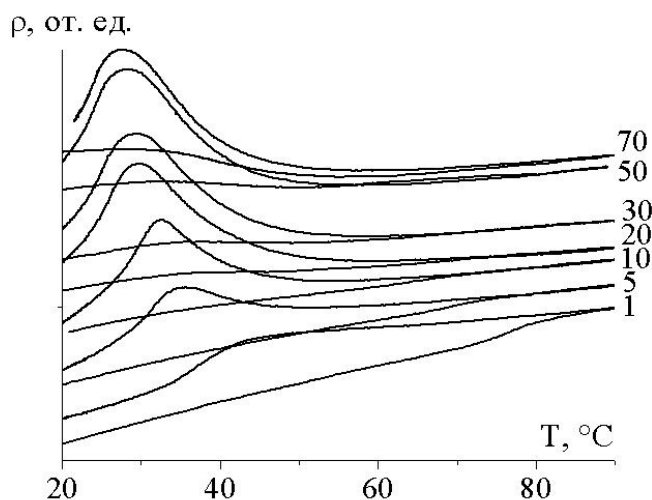


Рис. 4. Зависимости электросопротивления никелида титана от температуры при термоциклировании (сбоку – количество термоциклов)

### 3. Заключение

Таким образом, установлено, что движение границы раздела фаз в образцах никелида титана при нестационарном нагреве вызывает изменение электросопротивления с 73 мкОм·см до 60 мкОм·см. Термоциклирование образца в температурном интервале прямого-обратного мартенситного превращения за счет нестационарного нагрева приводит к изменению значений электросопротивления как в высокотемпературной B2, так и в мартенситной B19'-фазе. Появление экстремумов и уменьшение значения электросопротивления может быть связано с тем, что в исследуемом сплаве никелида титана при термоциклировании фазовый переход осуществляется через ромбоэдрическую R-фазу. Это приводит к изменению вида температурной зависимости электросопротивления – появлению пика. Еще одной возможной причиной может быть фазовый наклеп никелида титана при мартенситном превращении, т.е. происходит накопление искажений внутренней структуры материала [5].

Знание механизмов и особенностей наведения электросопротивления при нестационарном нагреве сплава с эффектом памяти формы позволит более полно контролировать и изучать термоупругие превращения в этих материалах и может быть использовано для контроля однородности его физико-механических свойств.

### Литература

1. V. Rubanik, V. Jr. Rubanik, O. Burkina. ICOMAT 2011. Japan: Osaka. (2011) p. 180.
2. E.F. Furmakov. Fundamentalnyye problemyi estestvoznaniya **1**(21), 377 (1999), (in Russian).
3. V.V. Rubanik, V.V. Jr. Rubanik, O.A. Petrova-Burkina. Materialy, tehnologii, instrumenty. **17**(1), 25 (2012), (in Russian).
4. V.A. Lobodjuk, M.E. Medjuh. The Physics of Metals and Metallography **80**(3), 62 (1995), (in Russian).
5. V.Ja. Erofeev, L.A. Monasevich, V.A. Pavskaja, Ju.I. Paskal'. The Physics of Metals and Metallography **53**(5), 963 (1982), (in Russian).