

Электросопротивление никелида титана при нестационарном нагреве

Рубаник В.В.^{1,2,†}, Рубаник В.В. мл.^{1,2}, Петрова-Буркина О.А.¹

[†]ita@vitebsk.by

¹Институт технической акустики НАН Беларуси, пр. Людникова 13, 210023 Витебск, Беларусь

²Витебский государственный технологический университет, Московский пр-т 72, 210035 Витебск, Беларусь

Electrical resistance in titanium nickelide upon non-stationary heating

V.V. Rubanik^{1,2}, V.V. Jr. Rubanik^{1,2}, O.A. Petrova-Burkina¹

¹Institute of Technical Acoustics of NAS of Belarus, Lyudnikova St. 13, 210023 Vitebsk, Belarus

²Vitebsk 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.

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

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.

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 образцом, 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 эквивалентного 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: $M_n = 45^\circ\text{C}$, $M_k = 33^\circ\text{C}$, $A_n = 59^\circ\text{C}$, $A_k = 76^\circ\text{C}$, при этом переход реализуется по схеме B2→B19'→B2 (рис. 1).

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

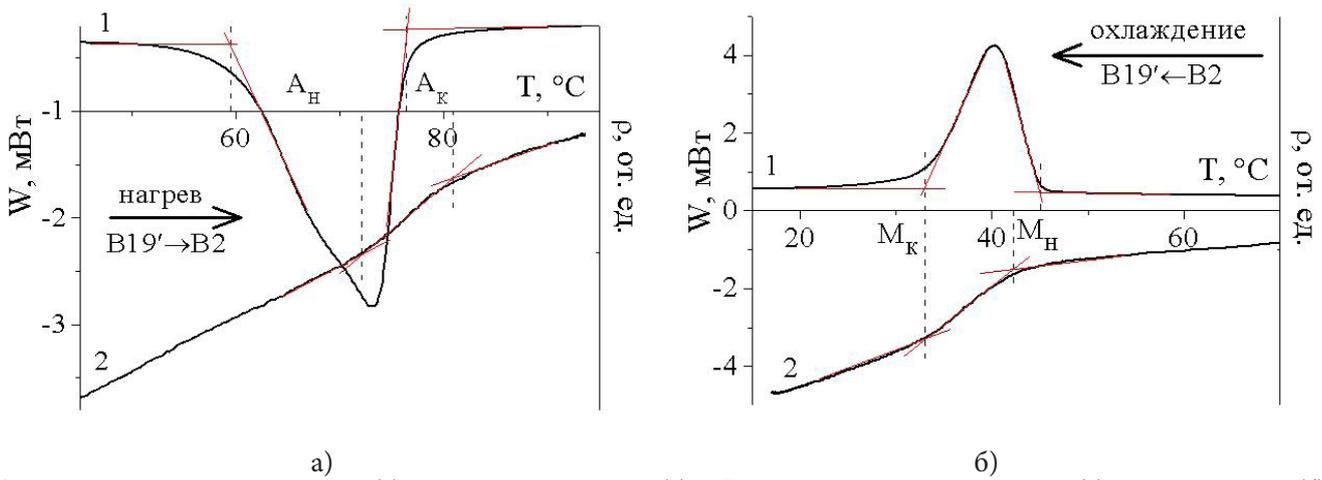


Рис. 1. Зависимости теплового потока (1) и электросопротивления (2) Ti-50%Ni от температуры при нагреве (1) и при охлаждении (б).

устройство, в котором скорость нагрева и охлаждения составляла 1°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→B19' при температурах $M_n = 42^\circ\text{C}$, $M_k = 33^\circ\text{C}$. Обратный фазовый переход идет по схеме B19'→B2 при температурах $A_n = 72^\circ\text{C}$, $A_k = 81^\circ\text{C}$. 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°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 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 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 AB (рис. 2,б)). При дальнейшем движении зоны нагрева образца с температурой равной или выше температуры обратного фазового перехода в материале (участок BC), величина электросопротивления возрастает и стабилизируется по абсолютному значению, порядка 60 мкОм·см для первого термоцикла (рис. 2,а). На участке CD образец остывает, соответственно значение электросопротивления увеличивается до некоторого установившегося значения, порядка 75 мкОм·см для первого термоцикла. Участок DE – 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 AB и CD), 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

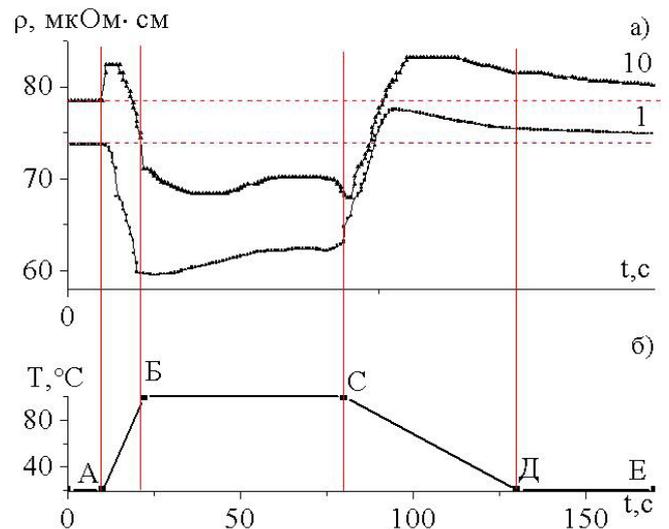


Рис. 2. Изменение электросопротивления для 1 и 10 термоциклов (а) и максимальной температуры образца (б) от времени (сбоку количество термоциклов).

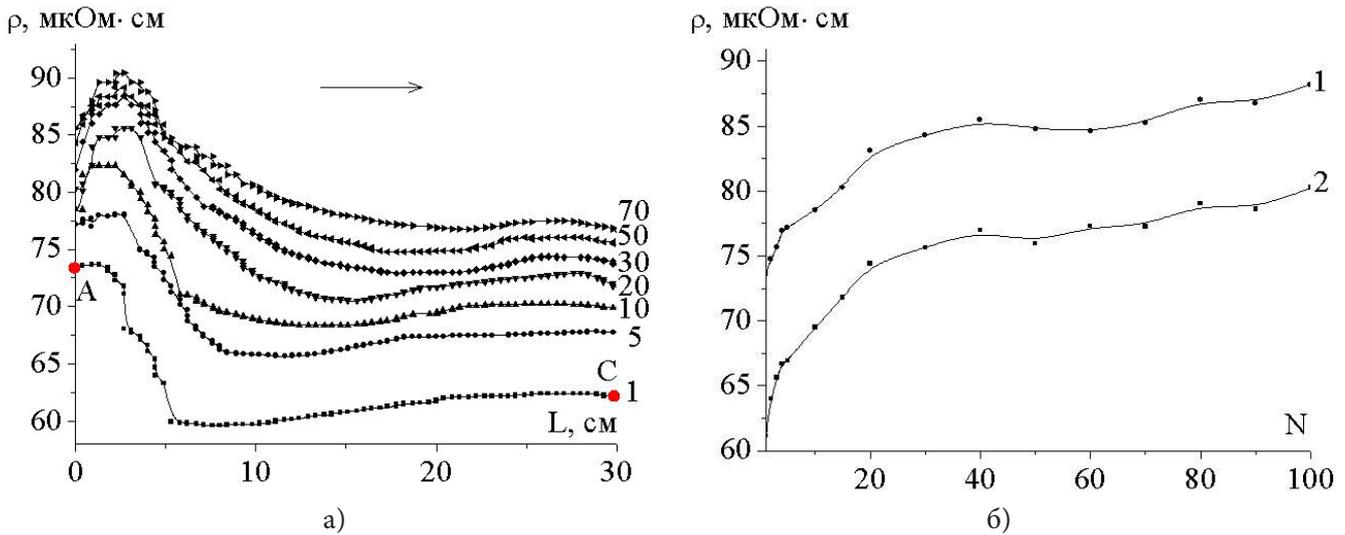


Рис. 3. Изменение электросопротивления образца в процессе нестационарного нагрева (а, стрелкой указано направление перемещения зоны нагрева, сбоку – количество термоциклов) и в зависимости от количества теромоциклов (б) на участке 0А (1), участке ВС (2).

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°С. После 40 цикла характеристические температуры стабилизируются и практически не изменяют свою величину. При этом для исследуемого сплава наблюдается повешение значения электросопротивления в процессе термоциклирования.

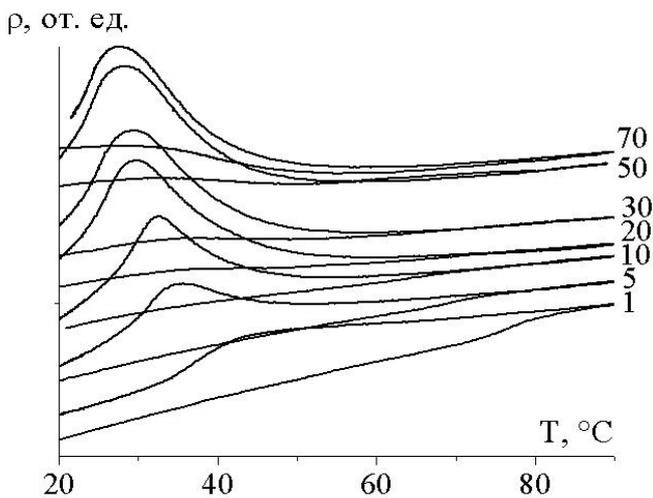


Рис. 4. Зависимости электросопротивления никелида титана от температуры при термоциклировании (сбоку – количество термоциклов)

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: Osaca. (2011) p. 180.
2. E.F. Furmakov. Fundamentalnyie 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).