

## УСТАНОВКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МИКРОПРОВОЛОК ИЗ СПЛАВОВ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

© 2022 г. В. С. Калашников<sup>а,\*</sup>, В. В. Коледов<sup>а</sup>, Д. С. Кучин<sup>а</sup>, А. В. Петров<sup>а</sup>,  
В. Г. Шавров<sup>а</sup>, М. С. Быбик<sup>а</sup>, А. В. Несоленов<sup>а</sup>

<sup>а</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН

Россия, 125009, Москва, ул. Моховая, 11

\*e-mail: vladimir.kalashnikovS@gmail.com

Поступила в редакцию 24.05.2021 г.

После доработки 03.08.2021 г.

Принята к публикации 05.08.2021 г.

Описана экспериментальная установка для определения термомеханических свойств микропроволок из сплавов с эффектом памяти формы в диапазоне температур  $-190$  до  $+270^\circ\text{C}$ , механических напряжений до  $2000$  МПа и деформаций до  $50\%$ . Принцип работы установки основан на методе растяжения образца при переменной температуре и постоянной нагрузке. Измерение удлинения образца осуществляется оптическим датчиком перемещения. Установка испытана на микропроводах из известного сплава с эффектом памяти формы системы никель–титан состава  $\text{Ni}_{49,8}\text{Ti}_{50,2}$ . Установка позволяет исследовать функциональные свойства образцов микропроволок с эффектом памяти формы, перспективных для применений в микросистемной технике, нанотехнологии и медицинской технологии.

DOI: 10.31857/S0032816222010049

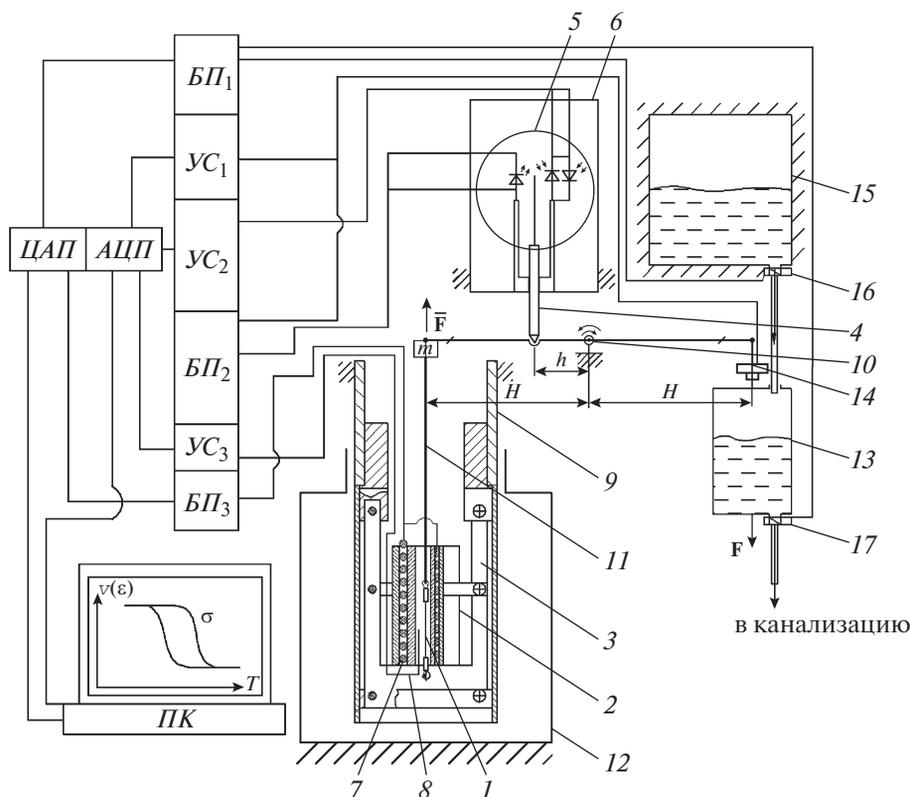
### ВВЕДЕНИЕ

Развитие техники и электроники выявило необходимость в разработке новых материалов и технологий изготовления из них различного типа полуфабрикатов (прутки, поковки, штамповки, листы, проволоки, микропроволоки и т.д.) [1, 2]. При получении новых видов полуфабрикатов из конструкционных материалов их свойства определяются традиционными методами, такими как растяжение до разрушения, определение угла изгиба, ударная вязкость и т.д. Сплавы с эффектом памяти формы (э.п.ф.) являются функциональными материалами и не относятся к конструкционным. Исследование термомеханических свойств материалов с э.п.ф. требует разработки специальных установок и методов. Сплавы с э.п.ф. обладают замечательным свойством выдерживать огромные деформации без разрушения в определенном диапазоне температур. Однако использование этих материалов предполагает условие, что они не будут подвержены напряжениям свыше предела текучести ввиду утраты свойств, в то время как конструкционные материалы предполагают эксплуатацию при напряжениях свыше предела текучести (работа в условиях малоциклового усталости, ползучести и др.) и до предела прочности. Так, для полной характеристики сплавов с э.п.ф. помимо предела текучести необходимо опреде-

лить также другие свойства и характеристики этих функциональных материалов: обратимую деформацию, температуру фазовых превращений, реактивные напряжения и т.д. Ранее авторами была представлена установка трехточечного изгиба [3], а данная работа является ее продолжением и посвящена модификации экспериментальной установки для измерения зависимости деформации растяжения образца из сплава с э.п.ф. в виде микропроволоки (диаметром до  $300$  мкм) от температуры и нагрузки в широком диапазоне температур (от  $-190$  до  $+270^\circ\text{C}$ ), деформации (от  $0$  до  $50\%$ ) и механических напряжений (от  $0$  до  $2000$  МПа) с возможностью проведения длительных испытаний для определения стабильности функциональных свойств при количестве термоциклов до  $2000$  (функциональная усталость). Также представлены результаты опробования установки измерения термоупругих свойств микропроволок сплава  $\text{Ni}_{49,9}\text{Ti}_{50,1}$ , изготовленных методом горячего, теплового и холодного волочения.

### ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Установка предназначена для измерения зависимости деформации образца сплава с э.п.ф. в виде проволоки диаметром до  $300$  мкм. В частности, определяется зависимость относительной деформации растяжении образца  $\epsilon(t, \sigma)$  от температуры



**Рис. 1.** Схема установки для определения термомеханических свойств микропроволок из сплавов с э.п.ф. 1 – образец; 2 – керамические обкладки нагревателя; 3 – держатель нагревателя; 4 – керамический шток; 5 – оптический датчик перемещения; 6 – защитный кожух; 7 – нагреватель; 8 – термопара типа К; 9 – стальной шток с противовесом; 10 – равноплечее коромысло; 11 – стальной трос толщиной 3 мм; 12 – сосуд Дьюара с жидким азотом; 13, 15 – пластиковые баки; 14 – датчик силы; 16, 17 – электромеханические клапаны; БП<sub>1</sub> – блок питания и управления клапанами, УС<sub>1</sub> – усилитель сигнала датчика силы, УС<sub>2</sub> – усилитель сигнала фотодиодов, БП<sub>2</sub> – блок питания датчика силы и инфракрасного диода, УС<sub>3</sub> – усилитель сигнала термопары, БП<sub>3</sub> – блок питания нагревателя, ЦАП – цифроаналоговый преобразователь, АЦП – аналого-цифровой преобразователь, ПК – персональный компьютер.

$t$  и механических растягивающих напряжений  $\sigma$  в образце, а также характеристики, описанные ранее в [3] для установки трехточечного изгиба.

Принцип работы установки основан на методе растяжения образца микропроволоки диаметром до 300 мкм и длиной до 25 мм из сплава с э.п.ф. силой  $F$  при переменной температуре  $t$ . Схема установки приведена на рис. 1. Состав установки аналогичен описанному ранее в статье [3], за исключением того, что в ее состав входят устройство для растяжения образца 1, включающее держатель 3 и равноплечее коромысло 10, система измерения удлинения образца, которая состоит из оптического датчика перемещения 5 (точка касания штока 4 коромысла 10 находится на расстоянии  $h$  от оси поворота коромысла), коромысла 10, соединенного со стальным тросом 11 и баком 13, находящимися на расстоянии  $H$  от середины коромысла 10.

Установка работает следующим образом. Образец 1 (рис. 1) в виде микропроволоки длиной

$L_{\text{обр}} < 25$  мм и диаметром от 0.01 до 0.3 мм (рис. 2) располагается в области нагревателя, будучи предварительно прикрепленной к стальному тросу 11 (рис. 1). Второй конец образца петлей крепится за винт, расположенный в держателе 3. Для крепления образца к стальному тросу и для изготовления петли на другом конце применяются обжимные трубки внутренним диаметром до 1 мм и длиной до 5 мм, образец продевается в трубку требуемое количество раз (в данной работе – 2 раза) и затем трубка обжимается специальными скругленными пассатижами. Первичными условиями правильного проведения эксперимента являются расположение образца и захватов в области нагревателя и разрушение образца в области рабочей части, т.е. между обжимными трубками.

Максимальные растягивающие напряжения  $\sigma$  в образце, а также деформация образца  $\epsilon$  в зависимости от перемещения штока рассчитываются исходя из следующих формул:

$$\sigma = \frac{4F}{3.14d^2}, \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{vH}{hL} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где  $L$ , мм — длина образца;  $v$ , мм — смещение штока 4;  $F$ , Н — растягивающая сила;  $d$ , мм — диаметр образца  $I$ .

Как и в [3], сигнал, приходящий с оптического датчика перемещения 5 на усилитель сигнала фотодиодов УС<sub>2</sub>, имеет размерность в условных единицах — вольтах. Для используемого оптического датчика 5 экспериментально определена его рабочая область — от  $-3.5$  до  $+3.5$  В, что соответствует удлинению образца на 12 мм, при этом насыщение датчика перемещения происходит при  $+4.5$  В и  $-4.5$  В. Путем регулировки положения проволочной рамки на оптической оси добиваются того, чтобы в начальный момент в отсутствие нагрузки на образец значение на датчике перемещения находилось в диапазоне от  $-3.5$  до  $-3$  В.

Из полученных данных строятся первичные кривые, отражающие процесс термоупругого мартенситного превращения в микроразмерном образце из сплава с э.п.ф. [3].

Удлинение образца заданной длины составляет не более 12 мм с учетом пластической и псевдопластической деформации. Термоциклирование образца может происходить в интервале температур от  $-190$  до  $+270^\circ\text{C}$ , образец нагружается постоянной и известной силой, но не более 40 Н. В процессе работы на установке имеется возможность изменять такие параметры эксперимента, как интервал температур, величину растягивающей силы, скорость нагрева и охлаждения, количество термоциклов.

Как и в [3], при проведении измерений в образцах, для которых температура прямого мартенситного превращения находится ниже комнатной  $25\text{--}30^\circ\text{C}$ , та часть установки, в которой находится образец  $I$ , помещается в сосуд Дьюара. При этом оптический датчик перемещения находится вне области охлаждения — при постоянной температуре помещения ( $20\text{--}30^\circ\text{C}$ ), а спиралевидный миниатюрный нихромовый нагреватель мощностью 40 Вт, расположенный внутри керамических обкладок, обеспечивает равномерный прогрев как самого образца, так и крепежных зажимов во всем интервале удлинения образца.

Небольшие размеры образца (не более  $\varnothing 0.3 \times \times 25$  мм) и миниатюрный мощный нагреватель позволяют расходовать 15–20 л хладагента (жидкого азота) на 100 термоциклов при небольших скоростях нагрева (до  $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) и на 500 термоциклов при больших скоростях нагрева и охлаждения (до  $15^\circ\text{C}/\text{мин}$ ).

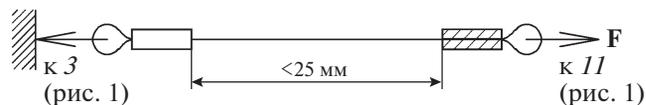


Рис. 2. Схема установки образца в области нагревателя.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Испытания установки проводились на образцах микропроволок диаметром 0.1 мм и общей длиной 120 м, изготовленных из сплава  $\text{Ni}_{49.9}\text{Ti}_{50.1}$  методом горячего, теплого и далее холодного волочения по серийной технологии, принятой на ООО «Матэк-СПФ» (Москва). Исходным материалом для проволоки послужил пруткок диаметром 5 мм, прошедший теплую ковку при температуре  $350^\circ\text{C}$  [4]. Проволока поставляется в намотке на пластиковую катушку, от которой были отобраны образцы длиной 45 мм для проведения испытаний (с учетом расхода материала на изготовления петель для захватов).

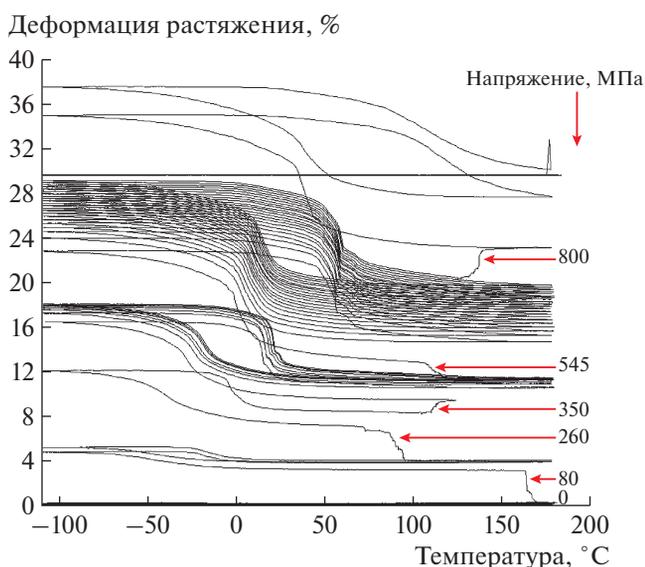
Следует отметить, что в последнее время опубликована работа [5], в которой также исследовалась микропроволока из сплава  $\text{Ni}_{49.8}\text{Ti}_{50.2}$  с э.п.ф. диаметром 0.3 мм после теплого и холодного волочения и в состоянии после отжига при  $480^\circ\text{C}$  10 мин, однако с использованием установки другой конструкции.

Результат измерения зависимости  $\varepsilon(t, \sigma)$  представлен на рис. 3. Стрелкой на графике указан момент нагружения. Для определенных уровней напряжения было проведено испытание с накоплением циклов. Так, для напряжения 545 МПа в 1-м цикле обратимая деформация составила 7.9%, в 20-м — 9.3%. При 260 МПа обратимая деформация составила 3.5%, температура начала термоупругого превращения мартенсит-аустенит составила  $0^\circ\text{C}$ , температура конца термоупругого превращения мартенсит-аустенит составила  $15^\circ\text{C}$ , температура начала термоупругого превращения аустенит-мартенсит составила  $-25^\circ\text{C}$ , температура конца термоупругого превращения аустенит-мартенсит составила  $-50^\circ\text{C}$ .

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, разработанная в ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН модификация установки, описанной в [3], для изучения функциональных свойств микропроволок с э.п.ф. и толщинами 10–300 мкм, перспективных для применений в микросистемной технике, нанотехнологии и биомедицинской технологии, имеет следующие преимущества:

— большой диапазон нагрузок до 3000 МПа (или усилий до 40 Н), диапазон измерения деформации расширен до 50% при относительно малой



**Рис. 3.** Зависимость деформации от температуры и нагрузки для образца микропроволоки производства ООО «Матэк-СПФ» сплава Ni<sub>49.9</sub>Ti<sub>50.1</sub>.

длине образца (не более 25 мм) и широком температурном диапазоне проведения измерений – от –190 и до +270°C;

– равномерный прогрев и термопары, и проволоки, что позволяет с высокой точностью определять характеристические температуры, так как и термопара, и образец находятся в одинаковых условиях при проведении нагрева и охлаждения;

– возможность проведения длительных измерений при низком расходе хладагента – не более 15–20 л на каждые 500 термоциклов;

– при необходимости возможны различные сценарии проведения эксперимента и определения прочих характеристик э.п.ф. [5–7].

Результаты измерений характеристик термоупругих мартенситных превращений в различных микроразмерных полуфабрикатах из сплавов с э.п.ф. позволят получить не только достоверные данные об эксплуатационных свойствах материала, но и окажут существенную поддержку в моделировании устройств на их основе и контроле качества изготавливаемой проволоки.

#### ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственного задания Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 17-07-01524 А).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jaronie Mohd Jani, Martin Leary, Aleksandar Subic, Mark A. Gibson // *Materials and Design*. 2014. V. 56. P. 1078. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>
2. Lorenza Petrini, Francesco Migliavacca // *J. Metallurgy*. 2011. V. 2011. ID 501483. <https://doi.org/10.1155/2011/501483>
3. Калашников В.С., Коледов В.В., Кучин Д.С., Петров А.В., Шавров В.Г. // *ПТЭ*. 2018. № 2. С. 139. <https://doi.org/10.7868/S0032816218020155>
4. Калашников В.С., Андреев В.А., Коледов В.В., Гундеров Д.В., Петров А.В., Шавров В.Г., Кучин Д.В., Гизатуллин Р.М. // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2019. № 8. С. 45.
5. Xiaoyu Qin, Xiaoyong Zhang, Xiaojun Yan, Shixun Wang, Shuqing Zhang, Chaoyong Guo, Jun Jiang, Bin Zhang, Dawei Huang, Mingjing Qi // *Materials & Design*. 2019. V. 178. P. 107842. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107842>
6. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Чернавина А.А. // *Материаловедение*. 2012. № 11. С. 23.
7. Otsuka K., Ren X. // *Prog. Mater. Sci.* 2005. V. 50. P. 511. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.10.001>