

高速撞击 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金相变行为及力学性能研究

朱莹莹, 王海振, 闻光远, 高智勇, 蔡伟

(哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要: 针对 TiNi 基合金在空间使役环境可靠性评价的迫切需求, 开展高速撞击 TiNi 基合金马氏体相变、微观组织结构及力学性能研究。采用火药炮对 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 进行高速撞击, 撞击速度为 1020 m/s, 并对高速撞击后 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金 3 个不同方向的结构与性能进行测试。结果表明, 沿撞击方向没有发生相变, 与撞击方向呈 45° 和垂直于撞击方向的相变峰均向低温区偏移。弹坑底部以及侧壁出现大量裂纹, 在 TiNi 基体中发现马氏体板条, 同时在 β -Nb 粒子和 TiNi 基体中观察到大量位错。弹坑附近的硬度最高, 随着与弹坑距离的增加, 硬度降低, 这可能是由于加工硬化及撞击能量分布不均匀而引起的。

关键词: $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金; 高速撞击; 相变; 微观结构; 力学性能

中图法分类号: TG146.2⁺³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)01-0317-04

TiNi 基形状记忆合金是现代智能材料的主要代表之一, 因具有丰富的马氏体相变现象、奇特的形状记忆效应和良好的超弹性而广泛应用于航空航天等领域^[1-3]。随着人类太空活动的日益频繁, 太空中的碎片逐年增多, 近年发生了多起空间碎片与飞行器相碰撞的事故, 使得高速撞击条件下材料的变形行为成为人们关注的热点^[4-6]。高速撞击是利用冲击波对材料施加影响, 同静态加载相比具有高压瞬时等特点(微秒量级), 可在微观组织中引入大量的缺陷, 从而影响 TiNi 基合金的相变行为, 组织结构以及力学性能^[7]。目前, 关于 TiNi 基形状记忆合金在静态加载条件下的研究已有大量报道, 而关于高速撞击后 TiNi 基合金的结构与性能变化鲜有报道。其中 Kurita^[8] 在撞击后经过适当退火的 $Ti_{52}Ni_{48}$ 合金中观察到三步相变。Liu^[7] 等人利用一级轻气炮在不同温区、不同应变速率下冲击诱发的 $Ti_{50}Ni_{50}$ 合金中发现两步相变。

近年来, $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 形状记忆合金因其具有宽相变滞后和优秀的延展性而引起越来越多的关注^[9-12]。迄今为止, 对 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金的高速撞击行为的研究未见报道。第二相 β -Nb 粒子的存在可能对撞击产生的应力波传递造成影响, 这将与 TiNi 合金的撞击行为不同。因此研究高速撞击对 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金的影响是十分必要的。本实验利用火药炮对 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金进行高速撞击, 采用差示扫描热量仪(DSC)、光学显微镜

(OM)、透射电子显微镜(TEM) 及显微硬度计来研究撞击后 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金相变行为、宏观形貌、微观结构和力学性能的变化。

1 实验

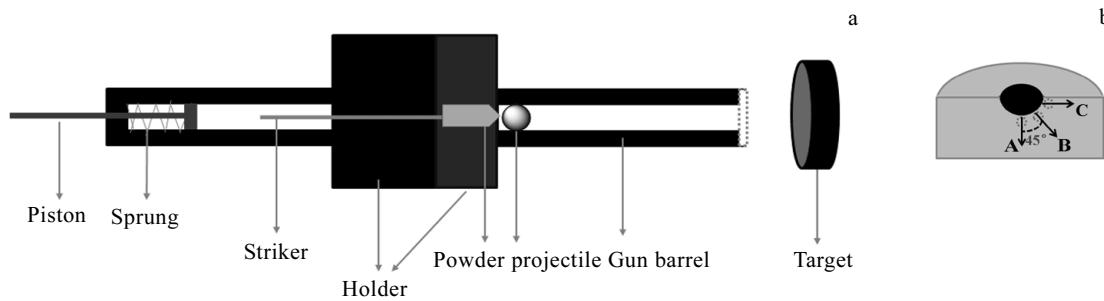
实验所用 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金热锻棒材由北京记一合金公司提供, 试样通过线切割制成直径为 17.5 mm, 厚为 12 mm 的圆饼状, 经过 850 °C, 4 h 固溶水淬处理。高速撞击试验在自行设计制造的火药炮上进行, 火药炮装置如图 1a 所示。炮管长 200 mm, 口径 3 mm。该火药炮利用射钉枪的子弹作为发生动力, 发射直径为 3 mm 的钢弹, 撞击速度为 1020 m/s(撞击速度由电磁感应测速器测出)。

利用带有液氮附件的 DSC(Perkin Elmer Diamond) 测量撞击前后 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金样品的相变温度, DSC 样品的取样位置如图 1b 所示, 样品尺寸为直径 3 mm 厚 0.5 mm 的小圆薄片, 升降温速率 20 °C/min, 温度范围为 -120~100 °C。加至 100 °C 后保持 1 min 以建立热平衡, 然后再降温。利用光学显微镜(OM VHX-1000E KEYENCE) 观察撞击前后样品宏观形貌, 沿弹坑中心线纵向剖开, 剖面经金相砂纸研磨、抛光, 最后用金相腐蚀液进行腐蚀。利用电子透射显微镜(TEM) 观察撞击前后组织结构, TEM 试样的制备、取样方式如图 1b 所示。用线切割在不同变形组织区域

收稿日期: 2017-01-10

基金项目: 国家自然科学基金(51571074)

作者简介: 朱莹莹, 女, 1984 年生, 博士生, 哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001, 电话: 0451-86412505, E-mail: zhuyingying841225@163.com

图 1 火药炮装置示意图及撞击后 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 样品 DSC 及 TEM 取样位置示意图Fig.1 Schematic of the powder gun equipment (a) and diagram of DSC and TEM sampling place on impacted $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ (b) (A-impact direction; B-45° to the impact direction; C-vertical to impact direction)

取 1 mm 厚的薄片, 经手工研磨至 100 μm 后进行电解双喷减薄。随后在 Philips CM-12 型透射电子显微镜上进行观察。在制备好的金相试样上利用 MMT-3 显微硬度计测量撞击前后弹坑附近变形组织的显微硬度, 选用载荷 100、300 和 500 g, 加载时间为 15 s。

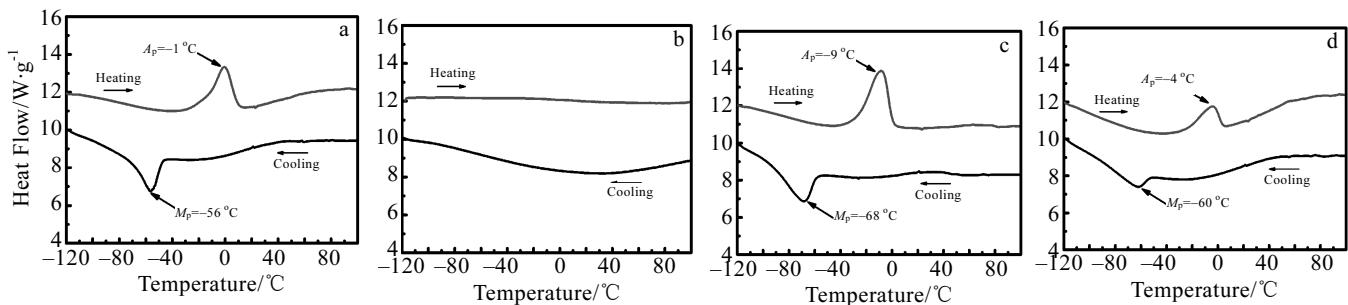
2 结果与讨论

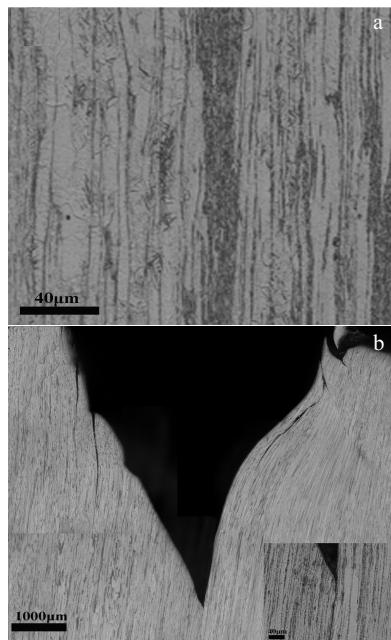
$Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前和撞击后沿 A、B、C 3 个不同方向的 DSC 曲线如图 2 所示。图 2a 为撞击前 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金 DSC 曲线, 可以看出在降温及升温过程中只有一个相变峰, 分别对应于 B2-B19' 和 B19'-B2 相变。图 2b 为沿撞击方向 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金的 DSC 曲线, 从图中发现, 在 -120~100 °C 范围内发现相变峰消失, 说明样品在整个热循环过程中没有发生相变, 这可能是高速撞击过程中, 在 TiNi 基体中引入了大量的缺陷, 对相变产生阻碍作用。同时受到 β -Nb 粒子的影响, 撞击之后在 β -Nb 粒子内部及其周围聚集大量位错, 这些位错对 β -Nb 粒子形成了钉扎作用, 此时 β -Nb 粒子的变形不易发生。因此在热循环过程中, 弥散分布的 β -Nb 粒子对相变过程的晶格切变造成了严重的阻碍,

最终导致相变峰消失^[13]。这与 Liu^[7]等人在室温下对 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金进行高速撞击 (958 m/s) 得到的结果一致。图 2c 和 2d 分别为 45° 和垂直于撞击方向上的 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金 DSC 曲线, 可以看出放热峰和吸热峰均向低温区发生偏移, 表明马氏体相变很难进行, 奥氏体稳定性增强^[14]。

图 3 显示的是 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后的金相照片, 撞击前的 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金 (图 3a) 在 TiNi 基体 (浅色区域) 上弥散分布着大量的 β -Nb 粒子 (深色区域), 一些 β -Nb 粒子沿着 TiNi 基体周围孤立存在, 另一些 β -Nb 粒子则聚集在一起。图 3b 为撞击后 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金的纵向剖面, 在弹坑侧面及底部可观察到大量宏观裂纹, 这是由于在高速撞击过程中, 弹坑附近的材料无法满足大的塑性变形, 从而产生大量裂纹来释放部分冲击波的能量^[15]。

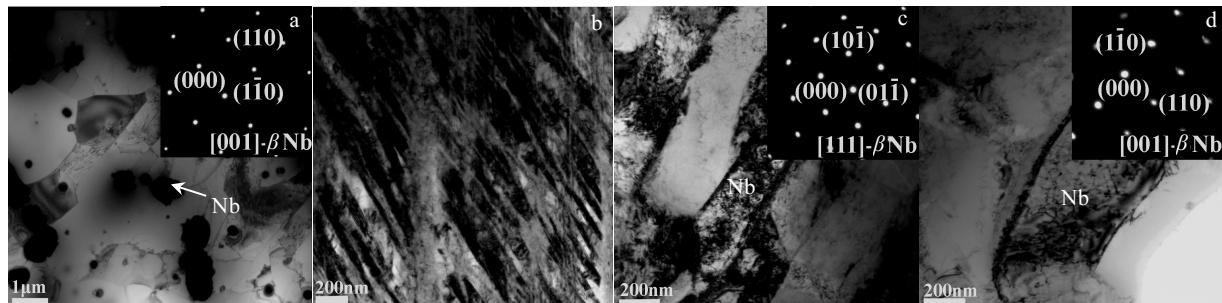
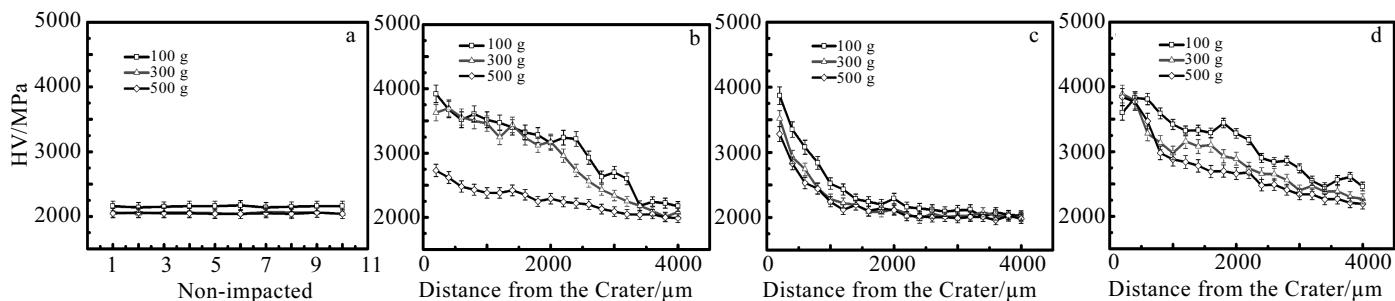
图 4 显示的是 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后的 TEM 明场像, 撞击前 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金形貌及衍射斑如图 4a 所示, β -Nb 粒子呈椭球状弥散分布在 TiNi 基体中, 与 TiNi 基体间没有明显的晶体学取向关系, 且多数为单晶体, 其内部不同区域间相对取向差很小, 表明退火后试样中的 β -Nb 粒子是均匀分布的^[16]。图 4b 为撞

图 2 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后 DSC 曲线Fig.2 DSC curves of $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ alloy before and after impact: (a) non-impacted, (b) path A, (c) path B, and (d) path C

图 3 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后金相照片Fig.3 Metallographic pictures of $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ alloy before and after impact: (a) non-impacted and (b) longitudinal profile after impact

击后弹坑底部的 TEM 明场像, 在 TiNi 基体大部分区域内可发现大量的马氏体板条, 同时存在分布不均匀的位错线。图 4c 和 4d 分别为 45° 和垂直于撞击方向上的 TEM 明场像, 可观察到位错主要聚集在 β -Nb 粒子处, 位错线未被 β -Nb 粒子所阻断, 而是贯穿于整个粒子中。综上所述, $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金在高速撞击过程中所产生的能量主要由 β -Nb 粒子吸收, 当撞击的能量超过 β -Nb 粒子承受的极限时, 就会使得变形过程逐步蔓延至 TiNi 基体, 因而在弹坑底部出现应力诱发马氏体的现象^[17]。

$Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后的显微硬度变化如图 5 所示, 图 5a 为撞击前 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金的硬度, 撞击前在载荷分别为 100 g、300 g、500 g 加载 15 s 时, 显微硬度均在 2000 MPa 左右。从图 5b、5c、5d 显微硬度的变化曲线可以得出: 首先, 硬度大小 (撞击方向 > 撞击方向呈 45° > 垂直于撞击方向), 这与 D. L. Zou 等人^[18,19]在固溶态 AM60B 镁合金高速撞击后弹坑附近的显微硬度变化趋势一致。其次, 3 个不同方向的硬度随着与弹坑距离的增加均呈现下降趋势, 并逐渐接近于撞击前的硬度值。这是由于随着与弹坑距离的增加, 材料受到的应力、应变及变形程度下降, 因而由加工硬化造成的硬度降低^[19]。最后, 材料在高速撞击过程中变形的不均匀性导致了其沿 3 个方向的硬度轻微波动。

图 4 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后 TEM 明场像Fig.4 TEM images of $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ alloy before and after impact: (a) non-impacted, (b) path A, (c) path B, and (d) path C图 5 $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ 合金撞击前后显微硬度Fig.5 Microhardness of $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ alloy before and after impact: (a) non-impacted, (b) path A, (c) path B, and (d) path C

3 结 论

- 1) 沿撞击方向没有发生相变，与撞击方向呈 45° 和垂直于撞击方向上的相变温度降低，这是由于撞击过程中引入的缺陷对相变产生了阻碍作用。
- 2) 在高速撞击后的弹坑底部及侧壁观察到大量裂纹，这是由于弹坑附近的材料无法满足大的塑性变形而产生的。
- 3) Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ 合金在撞击方向上存在分布不均匀的位错线，并在大部分区域内存在马氏体板条。而在其它方向上，位错主要集中在 β -Nb 粒子处。
- 4) 随着与弹坑距离的增加，显微硬度逐渐下降，并接近于撞击前的硬度，这是由于在高速撞击过程中，材料受到的应力应变及应变速率水平逐渐下降。

参考文献 References

- [1] Zheng Y F, Tong Y X. *Intermetallics*[J], 2014, 54: 133
- [2] Li J, Wang H F, Liu J. *Mater Sci Eng A*[J], 2014, 609: 235
- [3] Tong Y X, Jiang P C. *Intermetallics*[J], 2014, 49: 81
- [4] Ding Qiang(丁 强). *Guowai Kongjian Dongtai*(国外空间动态)[J], 1993(4): 23
- [5] Yang Xumin(杨秀敏). *Guowai Kongjian Dongtai*(国外空间动态)[J], 1991(1): 25
- [6] Xu Yaozong(徐耀宗). *Thesis for Bachelor Degree*(学士学位论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2009: 1
- [7] Liu H T, Sun G A. *Acta Phys Sin*[J], 2013, 62: 018 103
- [8] Kurita T, Matsumoto H, Sakamoto K et al. *J Alloy Compd*[J], 2005, 400: 92
- [9] Xiao M L, Li F G. *Mater Design*[J], 2012, 35: 193
- [10] Huang T, Chen S L, Lin M H. *J Mater Process Tech*[J], 2015, 221: 279
- [11] Dang Wei(党 薇), Li Jinshan(李金山), Zhang Tiebang(张铁邦). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(2): 261
- [12] Jiang H C, Chen Y, Yang D. *Acta Metall Sin*[J], 2014, 27: 217
- [13] Hang X, Liu Y. *Scripta Mater*[J], 2001, 45: 153
- [14] Nakayama H, Tsuchiya K. *Scripta Mater*[J], 2001, 44: 1781
- [15] Zhu R F, Tang G Y, Shi S Q. *Mater Design*[J], 2013, 44: 606
- [16] Li Yang(李 阳), Wang Yan(王 岩), Li Sha(李 莎). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(2): 503
- [17] Liang Chenghao, Jia Linan, Yuan Chuanjun et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2015, 44(4): 781
- [18] Huang Huogen(黄火根), Chen Liang(陈 亮), Xu Qinying(徐钦英). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(4): 821
- [19] Zou D L, Zhen L. *Mater Design*[J], 2010, 31: 3708

Phase Transformation and Mechanical Properties of Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ Alloy after High-velocity Impact

Zhu Yingying, Wang Haizhen, Wen Guangyuan, Gao Zhiyong, Cai Wei
(Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: Aiming at the urgent demand for reliability assessment of TiNi based alloy working in space, Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ alloy was impacted at 1020 m/s using a powder gun. Phase transformation, microstructure and mechanical properties of Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ alloy induced by impact were investigated. The results show that no intermediate phase is formed along the impact direction. The phase transformation temperature shifts to a lower temperature along 45° and vertical to the impact direction of impacted Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ alloy. A large number of cracks appear at the bottom of the crater and walls, there are martensite plates in TiNi matrix, and many dislocations exist in the β -Nb particles and TiNi matrix. The microhardness declines gradually with the increase in distance from the crate, which is attributed to working hardening and uneven energy distribution caused by high-velocity impact.

Key words: Ti₄₄Ni₄₇Nb₉ alloy; high-velocity impact; phase transformation; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Gao Zhiyong, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China, Tel: 0086-451-86412505, E-mail: smart@hit.edu.cn