

冷坩埚感应熔炼对 NiTiNb 合金成分和组织的影响

张永峰, 杨川, 范启超, 孙明艳, 杨琴, 陈捷, 黄姝珂

(中国工程物理研究院 机械制造工艺研究所, 四川 绵阳 621999)

摘要: 采用冷坩埚真空感应熔炼方法制备 NiTiNb 形状记忆合金, 研究了冷坩埚熔炼过程中合金成分与微观组织的主要影响因素, 分析了熔炼过程元素损耗的特征及主要原因, 并提出了提高合金成分控制精度的方法。研究表明: 较高的加热功率和多次熔炼有利于各组元的充分合金化; 合金中 C、O 等杂质的含量随熔炼时间的延长而增加, 随真空度的提高而降低, 且真空度的影响大于熔炼时间; 较慢的熔体冷却速度会导致铸锭中出现柱状晶区, 且冷速越慢柱状晶区与凝壳区尺寸均会相应增大; 熔炼前期 Ni 和 Ti 剧烈反应所引发的飞溅将会加剧合金元素的损耗, 通过对合金原料进行补偿修正可大幅提高成分的控制精度。

关键词: NiTiNb; 冷坩埚; 真空感应熔炼; 形状记忆合金; 熔炼参数

中图分类号: TG139+.6; TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)06-2185-07

NiTiNb 形状记忆合金由于其独特的相变宽滞后特性, 采用该合金制备加工的部件可在常温下运输和储存, 因而具有极强的工程便利性, 目前该合金已在航空航天、军工、通讯以及石油等多个领域取得了广泛关注和成功应用^[1-5]。作为典型的 NiTi 基记忆合金, NiTiNb 合金对化学成分非常敏感, 主成分的小幅波动即可能造成相变行为的明显变化, 而 C、O 等杂质元素的含量也会对合金的记忆性能和力学性能造成不利影响^[6]。因此, 如何获取成分控制精准, 同时杂质含量较少的合金原料, 一直以来都是 NiTiNb 合金制备过程中所面临的关键问题之一。

真空感应熔炼法是目前制备 NiTi 基形状记忆合金的主要手段之一, 相较于真空自耗电弧熔炼法, 该方法无需制备电极且工艺相对简单, 因此具有广泛的应用。传统的感应熔炼一般采用石墨或 CaO/MgO 等氧化物作为坩埚材料, 但石墨坩埚具有增 C 的问题, 而氧化物坩埚也存在增 O、吸水等问题。近年来, 随着真空感应技术的不断发展, 采用分瓣式水冷铜坩埚的冷坩埚真空感应熔炼技术逐步受到了人们的关注, 由于在熔炼过程中熔体处于半悬浮状态, 该方法最显著的特点就是熔体污染小、熔炼温度高, 因而在制备高纯度活泼金属材料方面具有很大的优势^[7-9]。同时, 坩埚内部的高压水冷通路可为高温熔体提供主动冷却条件, 合金铸锭可直接在坩埚内冷却凝固, 为各类合

金铸锭的高效制备带来了极大便利。然而, 目前针对 NiTi 基形状记忆合金熔炼制备方面的研究仍然主要基于传统的石墨坩埚或氧化物坩埚熔炼平台, 却鲜有基于水冷铜坩埚熔炼平台的相关报道^[10-14]。基于此, 本研究针对目前先进的水冷铜坩埚感应熔炼技术, 探讨了熔炼过程中主要控制参数对铸态 NiTiNb 合金成分和微观组织的影响, 为制备性能稳定的高质量合金原料提供参考。

1 实验

NiTiNb 合金的熔炼原料采用纯 Ni (Ni9996, GB/T 6516-2010)、纯 Ti (TA1, GB/T 3620.1-2007) 和纯 Nb (TNb-2, GB/T 6896-2007) 3 种纯金属, 名义成分为 Ni47-Ti44-Nb9 (原子分数, %)

合金的熔炼制备在配备了水冷铜坩埚的中频真空感应炉进行, 其熔炼过程如图 1 所示。感应熔炼过程中通过感应线圈在熔炼原料与坩埚内形成感生涡流, 利用涡流发热使原料熔化, 同时形成电磁悬浮和电磁搅拌效应, 不仅有效地避免了熔体污染, 同时也大大提升了合金成分的均匀性。本研究中熔炼设备的电源额定功率 40 kW, 坩埚直径 50 mm (容量约 500 g), 通过机械泵与分子泵两级泵抽取真空, 最高工作真空度可达到 5×10^{-3} Pa。熔炼过程考察的主要控制参数包括加热功率、熔炼次数、熔炼时间、真空度以及加热功

收稿日期: 2021-06-28

基金项目: 国家自然科学基金委员会-中国工程物理研究院 NSAF 联合基金(U1930207); 国家自然科学基金青年基金(51901214, 52001290, 52001289)

作者简介: 张永峰, 男, 1982 年生, 博士, 高级工程师, 中国工程物理研究院机械制造工艺研究所, 四川 绵阳 621999, 电话: 0816-2490543, E-mail: zyhao_6s@caep.cn

率关闭速率等几个方面，其中加热功率范围为 20~35 kW，熔炼次数范围为 1~4 次，熔炼时间范围为 2~15 min，真空度范围为 $1 \times 10^{-1} \sim 5 \times 10^{-3}$ Pa，加热功率的关闭速率范围为 35~0.03 kW/s。

铸锭试样制备完成后，对试样进行合金化质量、合金成分以及微观组织等测试和表征，铸锭的合金化质量通过 450 kV 工业计算机层析成像 (industrial computer tomography, ICT) 装置进行测试，不同熔炼条件下合金材料的成分采用化学分析方法进行测定，材料的微观组织通过德国蔡司公司的 Ultra55 型场发射扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM) 进行表征。

2 结果与分析

2.1 加热功率与熔炼次数的影响

加热功率与熔炼次数是直接影响到多种纯金属

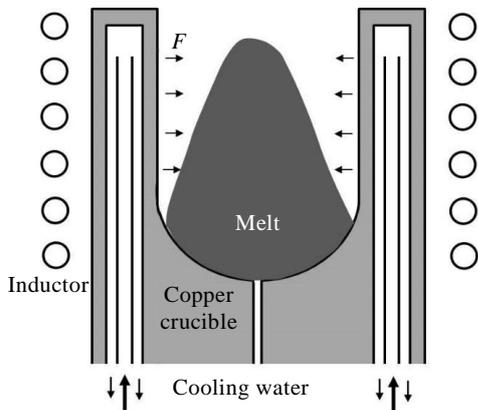


图 1 冷坩埚真空感应熔炼示意图

Fig.1 Illustration of the cold crucible vacuum induction melting

组元合金化程度的关键参数，加热功率的大小决定了坩埚内合金原料所能达到的最高熔炼温度，调头重熔则是改善合金铸锭成分均匀性的有效手段。在本研究中当功率达到 15 kW 时 Ni 和 Ti 原料开始熔化，至 20 kW 时坩埚内通过目视已观察不到未熔的固态物质，因此所考察的加热功率分别确定为 20、27 和 35 kW (编号: A1~A3)，而熔炼次数的考察则采用在 35 kW 下分别熔炼 1~4 次 (编号: B1~B4)。

图 2 为不同加热功率和熔炼次数铸锭试样的 CT 测试截面照片，照片中亮色区域为高于平均密度的区域 (未熔化的 Nb，白色箭头所示)，暗色区域为低于平均密度的区域 (铸锭冷却凝固过程中收缩形成的缩孔或裂纹，黑色箭头所示)。从图中可以看到当熔炼功率为 20 kW 以及熔炼次数低于 2 次时，铸锭内部仍然残留有未完全熔化的 Nb 块，这些未熔 Nb 块位于熔体内部，一般肉眼难以直接观察到。通过红外测温装置对不同加热功率下的熔体温度进行检测，结果表明在 20、27 和 35 kW 功率下熔体温度分别为 1432、1468 和 1526 °C。因此，为了保证 NiTiNb 合金铸锭的充分合金化，熔炼功率应高于 20 kW (熔体温度高于 1432 °C)，且调头熔炼次数不少于 3 次。

图 3 为不同熔炼功率 (20、35 kW) 以及熔炼次数 (1 次、4 次) 下 NiTiNb 合金的微观组织。可以看到各组试样中微观组织的构成基本一致，即灰色的 NiTi 基体相、亮色的网状共晶相 (NiTi 相和 β -Nb 相) 以及共晶区域内黑色的条状或圆形 $(Ti,Nb)_4Ni_2O$ 相，与已有报道相符^[15, 16]。各组试样的差异主要体现在共晶相区域的尺寸上，由图 3 可见较低的熔炼功率 (A1 试样，图 3a) 和过少的熔炼次数 (B1 试样，图 3c)

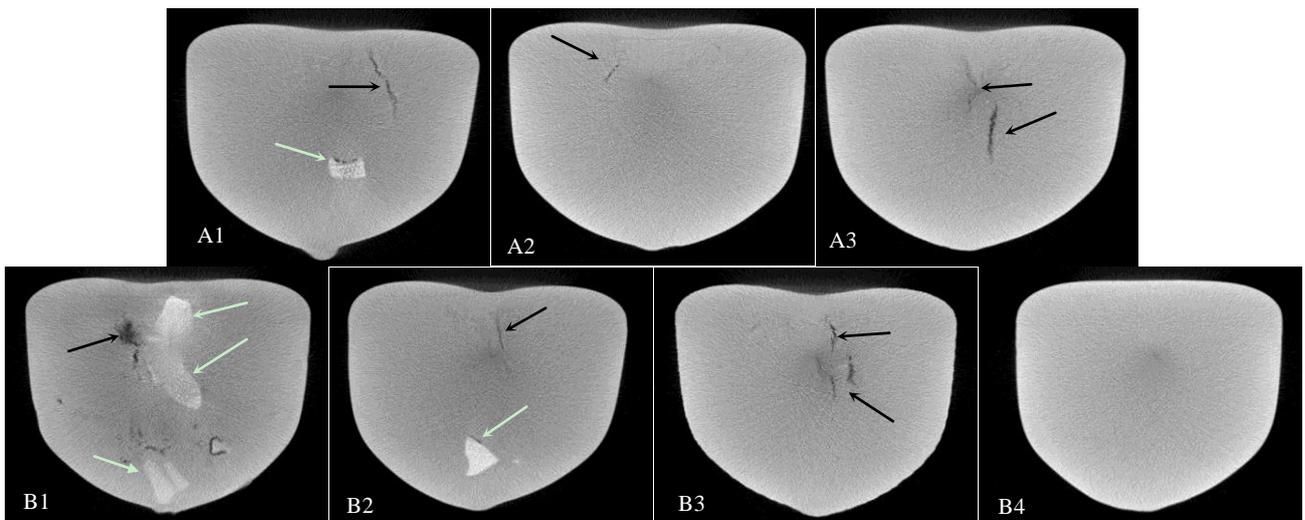


图 2 A1~A3 和 B1~B4 铸锭的 CT 测试照片

Fig.2 CT images of cast sample A1~A3 and B1~B4

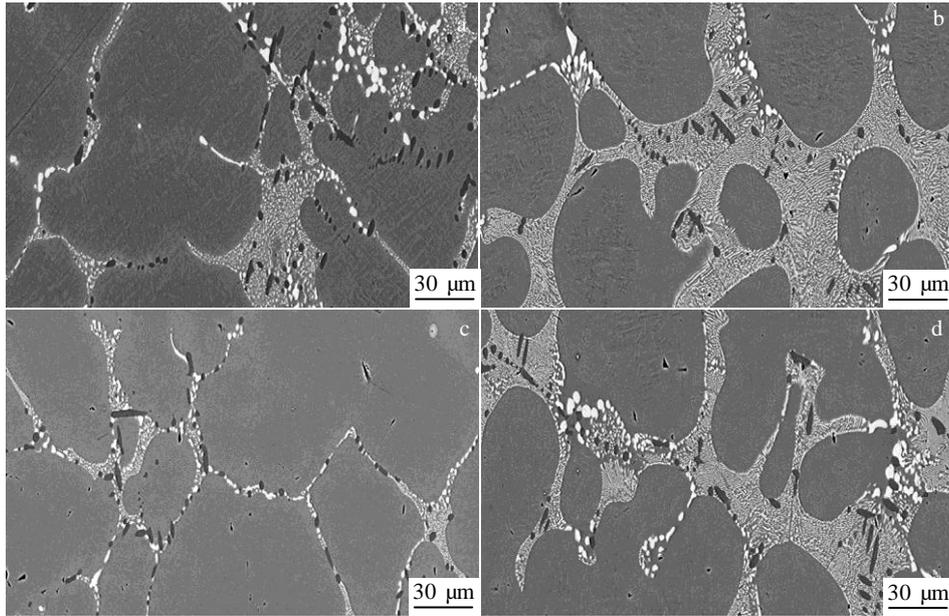


图 3 不同加热功率和熔炼次数试样的微观组织照片

Fig.3 Microstructures of samples with different heating power and melting times: (a) A1, (b) A3, (c) B1, and (d) B4

均可能导致合金中 Nb 原料的不完全熔化，而高熔炼功率（A3 试样，图 3b）和多次熔炼（B4 试样，图 3d）更有利于 Nb 的充分合金化。

2.2 熔炼时间与真空度的影响

熔炼时间与真空度是影响合金中杂质元素含量的重要参数。合金中的 C 和 O 等杂质元素可与熔体反应生成 TiC 以及 $(\text{Ti,Nb})_4\text{Ni}_2\text{O}$ 等化合物，其中原料中所含的 O 甚至可能全部反应生成化合物^[17]。这种反应将会改变合金中各组元的成分比例，进而对材料性能造成不利影响，因此熔炼过程中须对此类杂质元素进行严格控制。通过采用水冷铜坩埚进行感应熔炼，可以大大改善使用其它材质坩埚所带来的增 C、增 O 等问题，熔炼过程中 C、O 等杂质元素的含量将主要受到原料以及熔炼气氛的影响^[8, 18]。本研究中考察的熔炼时间分别为 2、7 和 15 min（编号：C1~C3），真空度分别为 1×10^{-1} 、 1×10^{-2} 和 5×10^{-3} Pa（编号：D1~D3）。

表 1 为所熔炼 NiTiNb 合金的理论 C、O 含量（编号：T，通过原料中 C、O 含量换算获得）以及不同熔炼时间和真空度下 C、O 含量的变化情况。可以看到不同熔炼时间与真空度下实际测得的 C、O 含量均高于理论计算获得的含量，表明在熔炼过程中微量的空气气氛仍会对合金的杂质元素含量造成影响。同时，还可以看到合金中的 C、O 含量随熔炼时间的延长而增加，随真空度的提高而减少，且真空度的影响大于熔炼时间。尽管如此，由于在真空环境中 Ni 与 Ti 的饱和蒸气压相差 10 倍以上^[18]，如果熔炼时间过长将

会对合金成分的控制带来很大困难，因此在熔炼过程中一方面应尽可能采用最高的真空度；另一方面还应在保证原料充分熔化的条件下尽量缩短熔炼时间。

2.3 熔体冷却速度的影响

在合金熔炼过程中，熔体产生的热量主要是通过铜坩埚以及内部的冷却水进行传导，由于冷却水流速恒定，因此熔炼完毕时加热功率的关闭速率将直接影响到合金熔体的凝固冷却速度，进而对铸锭的内部组织状态产生影响。基于此，本研究采用调整加热功率关闭速率的方法来控制熔体凝固过程的冷却速度，采用的功率关闭速率分别为 35、0.17 和 0.03 kW/s（编号：E1~E3）。

由于在熔炼和冷却过程中难以对铸锭内部的温度变化情况进行准确测量，本研究首先采用 ANSYS 对不同冷却速度下合金铸锭的温度场变化差异进行了模拟分析。铸锭在熔炼时处于真空环境，内部热量主要

表 1 NiTiNb 合金的理论 C、O 含量以及不同熔炼时间和真空度下的 C、O 含量变化

Table 1 Theoretical and measured content of C, O impurities with different melting time and vacuum degrees ($\omega/\%$)

Impurity	T	C1	C2	C3	D1	D2	D3
C	0.004	0.010	0.011	0.014	0.016	0.012	0.007
O	0.046	0.054	0.057	0.059	0.064	0.059	0.049

通过与其相接触的水冷铜坩埚进行传导，因此为简化计算过程在建模中可将铸锭顶部的散热忽略，铸锭外表面的散热系数以及冷却初始时加热功率对应的铸锭内热载荷由相应时刻外表面的实测温度进行反推计算。图 4 为冷却过程中某一时刻（冷却 5 min）不同冷却速度条件下铸锭内部的温度场分布模拟结果，可以看到在各个铸锭中低温部位均为与坩埚壁相接触的底部与侧边部，且底部的温度更低，而铸锭中上部则温度最高，表明铸锭底部的冷却速度最快。在图 4 所示时刻，同一冷却速度下铸锭不同位置的最大温差可达到 300 °C 以上，而在不同冷却速度下铸锭内相同部位的温度差异也达到了 150 °C 以上，这种较大的冷却速度

差异将会对铸锭内的凝固组织状态产生影响。

图 5 为不同功率关闭速率下铸锭的纵截面微观组织结构照片以及不同区域的凝固组织 EBSD 取向重构图。可以看到在快速冷却的试样（图 5a, E1）中，其微观组织主要由心部的等轴晶区域（equiaxed zone）以及晶粒细小的凝壳区域（shell zone）构成，不同区域之间界线分明，随着冷却速度的降低，不仅凝壳区域尺寸增大，同时铸锭中也开始出现明显的柱状晶区域（columnar zone），且冷速越慢，柱状晶区尺寸越大，在最慢冷速的试样（图 5c, E3）中，大部分铸锭的凝固组织均被凝壳区与柱状晶区占据，仅在心部留存了少量的等轴晶组织。

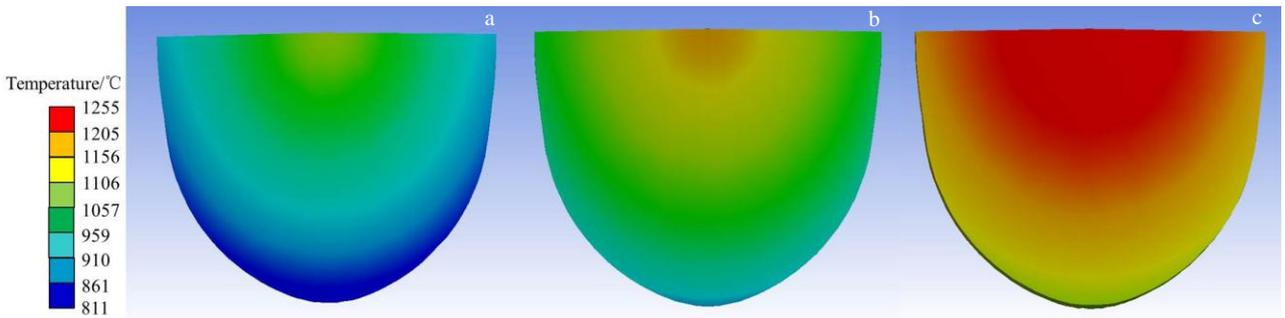


图 4 通过 ANSYS 模拟的不同冷却速度下冷却 5 min 时铸锭的温度场分布

Fig.4 Temperature field distributions of the ingots simulated by ANSYS at different cooling rates for 5 min: (a) E1, (b) E2, and (c) E3

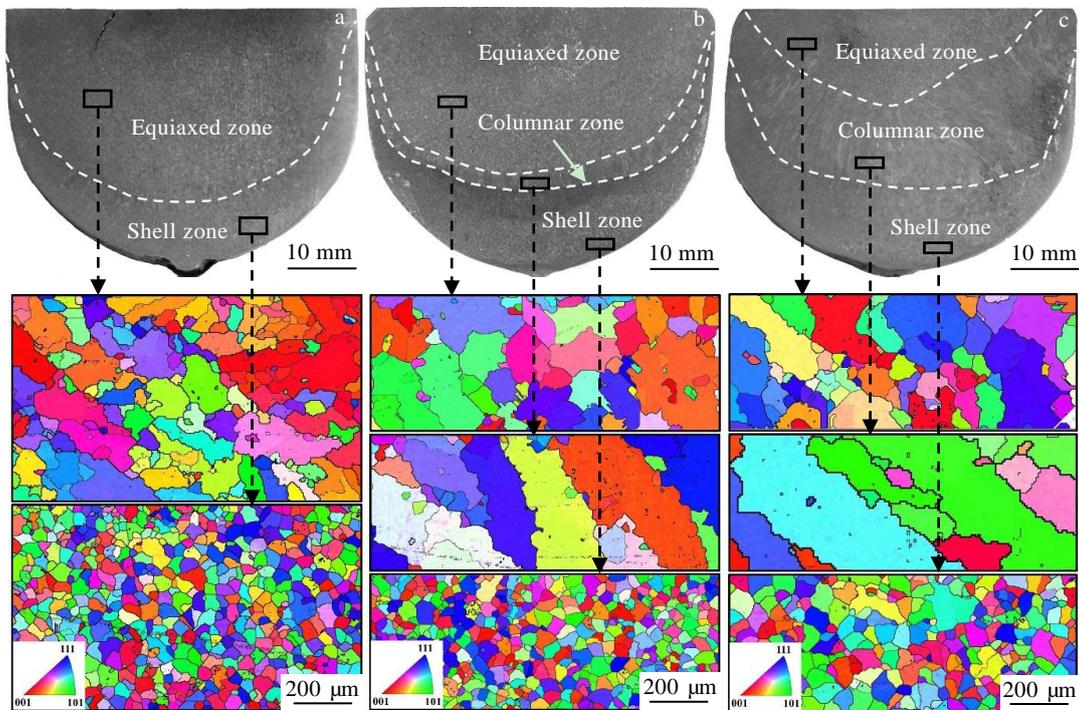


图 5 不同功率关闭速率下铸锭的纵截面微观组织结构照片及不同区域的凝固组织 EBSD 取向重构图

Fig.5 Longitudinal cross-sectional microstructure images of the ingots and EBSD images of solidification structure of different regions at different close velocities of heating power: (a) E1, (b) E2, and (c) E3

根据经典形核理论,在熔体凝固过程中晶核的形核率与临界形核功的大小密切相关,临界形核功较小时在热力学上结晶相更易形核,因此其形核率更高^[19]。临界形核功 ΔG^* 可由下式表示:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3\Delta G_v^2} f(\varphi) \quad (1)$$

式中, ΔG_v 为单位体积液、固两相的体积自由能差, σ 为界面能, $f(\varphi)$ 为形核活化因子。而体积自由能差 ΔG_v 可表示为:

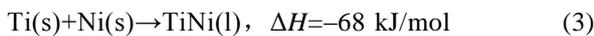
$$\Delta G_v = \Delta H_f \frac{\Delta T}{T_m} \quad (2)$$

式中, ΔH_f 为摩尔熔化焓, T_m 为合金熔点, ΔT 为熔体的过冷度。 ΔH_f 一般为常数,因此 ΔG_v 主要与熔体的过冷度 ΔT 相关, ΔT 越大则 ΔG_v 相应越高,结合式(1)可知此时的临界形核功 ΔG^* 也越小,使得熔体的形核率越高。

在冷坩埚感应熔炼过程中,金属熔体与水冷坩埚内壁之间存在巨大的温差(可达 1000 °C 以上),熔化的液态金属一旦接触坩埚内壁即受到激冷作用而发生凝固,并逐步形成一定厚度的凝壳,因此在冷坩埚感应熔炼的铸锭中一般都存在凝壳层。凝壳区在形成过程中由于过冷度非常大,其结晶的形核率很高,临近的晶粒很快彼此相遇、互相阻碍,形成了如图 4 中所示的细晶组织。在冷却速度较快时,心部熔体的温度很快降至熔点以下,满足了形核对过冷度的要求,大量晶核同步形成,因此可在凝壳区以外全部获得等轴晶组织;而当冷却速度较慢时,由于此时靠近凝壳区内表面的熔体过冷度较小,不足以生成新的晶核,导致凝壳区内部已形成的晶粒沿热量传导方向继续生长,形成柱状晶组织,冷却速度越慢,则形成的柱状晶区域尺寸越大。

2.4 熔炼过程的成分修正

在合金熔炼过程中, Ni 和 Ti 在尚未达到熔点时即会发生剧烈的合金化反应,反应过程释放大量的热量,使得炉内温度迅速上升,甚至达到 1700 °C 以上,反应过程如式(3)所示^[18]:



通过该放热反应,固态的 Ni 原料和 Ti 原料将迅速转化为液态的 NiTi 熔体,一方面反应过程十分剧烈,另一方面尚未熔化的固态原料下塌后与高温熔体接触,这些因素导致在熔炼前期较易发生明显的飞溅现象,加大了合金组元的损耗,进而影响到合金的熔炼质量。基于此,为了进一步提升 NiTiNb 合金熔炼过程的成分控制精度,本研究分别对 5 组合金(编号: F1~F5)的熔炼损耗情况进行了跟踪,并根据实测结果进行原料的补偿修正。

表 2 为 5 组合金在熔炼过程的炉料损耗情况,各组合金所采用的熔炼参数完全一致,配料质量均为 500 g。可以看到各组试验合金熔炼完成后都出现了明显的质量损耗,损耗量介于 0.38~1.26 g 之间(对应质量分数为 0.08%~0.25%)。同时,通过表 2 还可以进一步看到大多数质量损耗均出现在铸锭的第 1 次熔炼过程中,由于 Ni 与 Ti 的剧烈合金化反应主要在第 1 次熔炼中发生,后续几次熔炼过程通常不会再出现飞溅的情况,因此这也从侧面验证了主要的炉料损耗与熔炼前期的飞溅密切相关。NiTi 基记忆合金的相变行为对成分极为敏感(例如 0.1% 的 Ni 即可带来 20 °C 的相变温度变化^[20]),达到一定程度的质量损耗必然会对合金的相变性能产生明显影响,因此采取措施进一步提高合金的成分控制精度是非常必要的。

通过对 F1~F5 熔炼后的主成分进行测试分析,发现各组合金中 Ti 的实测成分普遍低于名义成分,而 Ni 和 Nb 则高于名义成分,如表 3 所示。这表明 Ti 在熔炼过程,特别是前期合金化反应的飞溅过程中损耗显著高于 Ni 和 Nb。为了对熔炼过程的元素损耗进行修正,在表 3 中根据各组铸锭熔炼后的实测总质量进一步将 Ni、Ti 和 Nb 的质量变化情况进行换算,并得到其平均值,在后续原料配制时根据各元素的质量变化均值进行反向补偿,即每 500 g 原料 Ni 和 Nb 分别减少 1.02 和 2.27 g,而 Ti 则相应增加 3.28 g。

熔炼后合金实测成分与名义成分(目标成分)之间的差值可直接反映熔炼过程的成分控制精度。本研究采用上述熔炼损耗修正方法再次制备了 5 组铸锭(编号: G1~G5),测定了各铸锭中 Ni、Ti、Nb 等主元素的含量,并计算了各元素实测含量与名义含量之间的差值。图 6 为熔炼损耗修正前与修正后铸锭中主元素实测含量与名义含量间的差值对比情况。可以看到未进行修正的铸锭其实测成分与名义成分偏差较大,其中 Ti 的最大偏差甚至达到了 -0.95%,而经过修正后各合金组元的含量更加接近名义含量(即图 6 中的“零线”),与名义成分的偏差范围可控制在 $\pm 0.2\%$ 以内。

表 2 5 组试验合金在不同熔炼炉次的炉料损耗

Sample No.	1st	2nd	3rd	4th	Total
F1	0.82	0.08	0.01	0.02	0.93
F2	1.12	0.07	0.04	0.03	1.26
F3	0.74	0.02	0.08	0.02	0.86
F4	0.68	0.08	0.00	0.00	0.76
F5	0.33	0.02	0.01	0.02	0.38

表 3 5 组试验合金的成分测试结果及熔炼后各元素的质量变化

Table 3 Content and mass change of main elements for 5 tested samples

Sample No.	Element content, ω/%			Ingot mass after melting/g	Mass change/g		
	Ni	Ti	Nb		Ni	Ti	Nb
Nominal composition	48.39	36.94	14.67	-	-	-	-
F1	48.67	36.34	14.99	499.07	1.40	-2.99	1.60
F2	48.92	35.99	15.09	498.74	2.64	-4.74	2.09
F3	48.18	36.64	15.18	499.14	-1.05	-1.50	2.55
F4	48.62	36.19	15.19	499.24	1.15	-3.74	2.60
F5	48.58	36.25	15.17	499.62	0.95	-3.45	2.50
				Average	1.02	-3.28	2.27

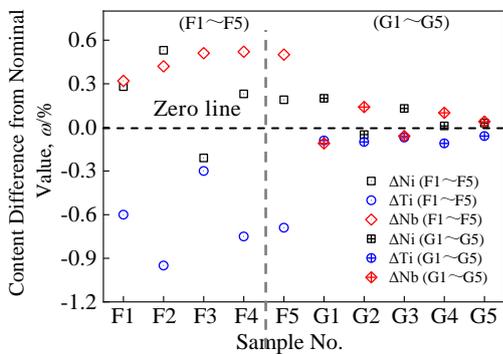


图 6 熔炼损耗修正前 (F1~F5) 与修正后 (G1~G5) 铸锭中 Ni、Ti、Nb 实测含量与名义含量间的差值对比

Fig.6 Differences between tested and nominal content of Ni, Ti and Nb before (F1~F5) and after (G1~G5) adjustment of melting loss

3 结 论

1) 加热功率与熔炼次数对原料的合金化程度具有显著影响。相对较高的加热功率和多次熔炼更有利于各组元的充分合金化, 当加热功率低于 20 kW (合金熔体低于 1465 °C) 或熔炼次数低于 3 次时较易导致高熔点 Nb 原料熔化不完全, 进而减小合金中共晶相区域的尺寸。

2) 熔炼时间与真空度影响到合金中 C、O 等杂质元素的含量水平。总体来看, 合金中的 C、O 含量随熔炼时间的延长而增加, 随真空度的提高而降低, 且真空度的影响大于熔炼时间。

3) 合金铸锭的凝固组织受到熔体冷却速度的密切影响。随着冷却速率的降低, 铸锭内的凝壳区尺寸增大, 当功率关闭速率降至 0.17kW/s 时, 铸锭内开始出现明显的柱状晶区, 进一步降低功率关闭速率至

0.03 kW/s, 铸锭的大部分凝固组织将被凝壳区与柱状晶区占据。

4) 由 Ni 和 Ti 剧烈合金化反应所导致的飞溅将会加剧熔炼中合金组元的损耗, 通过对原料中相应的合金元素进行补偿修正可明显提高成分的控制精度, 进行修正后各主元素实测值与名义成分的偏差可控制在 ±0.2% 以内。

参考文献 References

[1] Jani J M, Leary M, Subic A *et al. Materials and Design*[J], 2014, 56(2): 1078

[2] Piao M, Miyazaki S, Otsuka K. *Materials Transactions JIM*[J], 1992, 33(4): 346

[3] Yang Guanjun(杨冠军), Deng Ju(邓 炬). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1998, 27(6): 322

[4] Hamilton R F, Lanba A, Ozbulut O E *et al. Shape Memory and Superelasticity*[J], 2015, 1(2): 117

[5] Yin X, Mi X, Li Y *et al. Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2012, 21(12): 2684

[6] Otubo J, Rigo O D, Coelho A A *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2008, 481-482(1-2C): 639

[7] Jiang Bingyu(蒋炳玉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1999, 28(2): 105

[8] Sakamoto K, Yoshikawa K, Kusamichi T *et al. ISIJ International*[J], 1992, 32(5): 616

[9] Chu S C, Lian S S, Chen F K. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2004, 17(3): 229

[10] Otubo J, Rigo O D, Neto C M *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2006, 438-440: 679

[11] Frenzel J, Zhang Z, Neuking K *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2004, 385(1-2): 214

[12] Yang Genlin(杨根林), Wang Ermin(王二敏), Han Jin(韩 劲) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2011,

- (11): 51
- [13] Frenzel J, Zhang Z, Somsen C *et al. Acta Materialia*[J], 2007, 55(4): 1331
- [14] Zhang Z, Frenzel J, Neuking K *et al. Acta Materialia*[J], 2005, 53(14): 3971
- [15] Zhang C S, Wang Y Q, Chai W *et al. Materials Chemistry and Physics*[J], 1991, 28(1): 43
- [16] Xiao F, Ma G, Zhao X *et al. Chinese Journal of Aeronautics*[J], 2009, 22(6): 658
- [17] Olier P, Barcelo F, Bechade J L *et al. Journal de Physique IV Colloque*[J], 1997, 7(C5): 143
- [18] Sadrnezhad S K, Raz S B. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2005, 21(04): 484
- [19] Christian J W. *The Theory of Transformation in Metals and Alloys*[M]. Oxford: Pergamon Press, 1965: 418
- [20] Raz S B, Sadrnezhad S K. *Materials Science and Technology*[J], 2004, 20(5): 593

Effect of Cold Crucible Vacuum Induction Melting on Chemical Composition and Microstructure of NiTiNb Alloy

Zhang Yonghao, Yang Chuan, Fan Qichao, Sun Mingyan, Yang Qin, Chen Jie, Huang Shuke

(Institute of Machinery Manufacturing Technology, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621999, China)

Abstract: NiTiNb shape memory alloy ingots were prepared by cold crucible vacuum induction melting method. Influence of the melting method on chemical composition and solidification microstructure of the alloy were studied. The characteristic and main reasons of losses of alloying elements during vacuum induction melting were evaluated, and a method of improving alloy composition controlling accuracy was proposed. The results show that higher heating power and repeated melting are benefit to sufficient alloying of different elements. Contents of C and O increase with the increase of melting time and decrease with the increase of the vacuum level, and the influence of vacuum level is more notable than that of melting time. Lower cooling rate of the melt leads to the appearance of columnar zone. Besides, the size of columnar zone and shell zone in the ingot will continuously increases with the decrease of cooling rate. The splash caused by the severe reaction of Ni and Ti during early period of melting will lead to heavier losses of the alloying elements. However, the control accuracy of element content can be remarkably improved by adjustment of the mass for raw materials.

Key words: NiTiNb; cold crucible; vacuum induction melting; shape memory alloy; melting parameter

Corresponding author: Huang Shuke, Ph. D., Researcher, Institute of Machinery Manufacturing Technology, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621999, P. R. China, Tel: 0086-816-2487607, E-mail: huangshuke@caep.cn