

КРЕЙЦБЕРГ АЛЁНА ЮРЬЕВНА

**ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ПРИ КОМБИНИРОВАННОЙ  
ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ И УПРАВЛЕНИЕ  
ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ СПЛАВОВ Ti-Ni С  
ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ**

Специальность 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов  
и сплавов»

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва – 2014

Диссертационная работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»). Часть исследований была выполнена в Высшей технологической школе (ВТШ), г. Монреаль, Канада.

**Научный руководитель:** Профессор, доктор физико-математических наук  
**Прокошкин Сергей Дмитриевич** (НИТУ «МИСиС»)

**Научный консультант:** Профессор, кандидат технических наук  
**Браиловский Владимир** (ВТШ, Канада)

**Официальные оппоненты:** Профессор, доктор технических наук  
**Столяров Владимир Владимирович** (ИМАШ РАН)

Доцент, кандидат физико-математических наук  
**Шеляков Александр Васильевич** (НИЯУ «МИФИ»)

**Ведущая организация:** Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Институт металлургии и металловедения им. А.А. Байкова РАН»

Защита состоится «19» июня 2014 года в 15<sup>30</sup> ч на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, ауд. Б-607.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте <http://www.misis.ru>.

Автореферат разослан «\_\_»

2014 года.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Проф. д.ф.-м.н.

С.И. Мухин

## **Общая характеристика работы**

### **Актуальность работы:**

Сплавы с памятью формы (СПФ) на основе Ti-Ni используются в качестве материалов для термодатчиков, термоактиваторов (преимущественно эффект памяти формы - ЭПФ) и медицинских имплантов и инструментов (преимущественно эффект сверхупругости - СУ). Современное развитие подобных устройств требует повышения как величины обратимой деформации и реактивного напряжения, так и долговечности и стабильности при многократной реализации эффекта памяти формы функциональных характеристик и сверхупругости. Большие возможности в этом направлении открывает использование наноструктурного состояния. Одним из основных методов формирования наноструктур в СПФ Ti-Ni является интенсивная холодная пластическая деформация с последеформационным отжигом (ПДО) по определенным режимам. Ранее было показано, что холодная прокатка (ХП) с истинной деформацией более  $\epsilon=0.5$  наряду с развитием дислокационной субструктуры формирует смесь нанокристаллической и аморфной структур. Количество этой смеси постепенно увеличивается и при  $\epsilon>1$  она доминирует. ПДО приводит к нанокристаллизации аморфной фазы и росту зерен исходной нанокристаллической структуры (НКС). Было показано, что формирование в СПФ Ti-Ni наноструктур значительно повышает их «статические» функциональные свойства. Так, формирование нанокристаллической структуры в В2-аустените сплавов Ti-Ni при последеформационном отжиге позволяет получить более высокий «дислокационный» предел текучести (1500 – 1600 МПа и более в нестареющем и до 1900 МПа в стареющем), чем в случае полигонизованной субструктуры (1000 – 1200 МПа в обоих сплавах) и рекристаллизованной структуры (300 – 400 МПа); разность между дислокационным и фазовым пределами текучести сплава с нанокристаллической структурой также гораздо больше. Этот фактор определяет более высокий ресурс реактивного напряжения и более полную реализацию ресурса обратимой деформации в нанокристаллическом сплаве, особенно в стареющем.

Однако одного достижения высоких «статических» функциональных свойств за счет формирования НКС в СПФ Ti-Ni недостаточно. Другим важным требованием, предъявляемым к СПФ Ti-Ni, является стабильность величины обратимой деформации и реактивного напряжения при эксплуатации, а также функциональная усталостная долговечность. В настоящее время показано, что нанокристаллическая структура, формирующаяся в результате интенсивной пластической деформации (ИПД) и ПДО, оказалась наиболее эффективной при небольшом числе циклов реализации реактивного напряжения и обратимой деформации ЭПФ и СУ. В то же время наилучшие усталостные функциональные характеристики наблюдаются в случае формирования при ПДО смешанной структуры: НКС+ наносубзеренной (НСС). Однако эти результаты явно зависят от механической повреждаемости (образования микротрещин) образцов в процессе интенсивной холодной прокатки, что служит одной из причин снижения долговечности материалов с чисто нанокристаллической структурой. Следовательно, потенциал усталостных функциональных свойств, заложенный в НКС, реализуется не полностью. В этой связи важно изучить роль фактора механической повреждаемости при сохранении конечного наноструктурного состояния, а также возможности устранения его отрицательного влияния на функциональную долговечность, например, путем введения в схему ТМО теплой деформации и/или промежуточного отжига.

С другой стороны, ТМО по различным режимам формирует разную кристаллографическую текстуру СПФ Ti-Ni, которая влияет на величину обратимой деформации и сверхупругое деформационное поведение. В этой связи необходимо также изучить влияние текстуры на функциональные свойства наноструктурного сплава Ti-Ni, а также попытаться оценить влияние текстурного и структурного факторов на величины обратимой деформации и реактивного напряжения, их циклическую стабильность и долговечность.

Таким образом, целью настоящей работы было изучить формирование наноструктур, текстуру и механическую повреждаемость при комбинированной ТМО, включающей холодную деформацию, теплую деформацию и промежуточный отжиг в разных сочетаниях, и их влияние на статические и усталостные функциональные свойства сплавов Ti-Ni с памятью формы.

Для реализации поставленной цели работы были определены следующие задачи:

- Провести термомеханическую обработку СПФ Ti-Ni по разным режимам, включающим интенсивную холодную прокатку, теплую прокатку, промежуточный отжиг в различных сочетаниях и последеформационный отжиг, формирующий наноструктурное состояние.
- Исследовать влияние термомеханической обработки по разным режимам ТМО на структуру СПФ Ti-Ni.
- Определить кристаллографическую текстуру СПФ Ti-Ni после ТМО по разным режимам.
- Исследовать влияние термомеханической обработки на параметры кристаллической решетки СПФ Ti-Ni и рассчитать теоретический ресурс обратимой деформации СПФ Ti-Ni после ТМО по разным режимам.
- Экспериментально определить максимальную обратимую деформацию СПФ Ti-Ni после ТМО по разным режимам.
- Исследовать влияние термомеханической обработки на механическую повреждаемость (трещинообразование) СПФ Ti-Ni;
- Исследовать влияние термомеханической обработки на «статические» функциональные свойства (обратимая деформация и реактивное напряжение) СПФ Ti-Ni, в том числе в условиях реализации аномально высокой обратимой деформации.
- Исследовать влияние термомеханической обработки на усталостные функциональные свойства (долговечность и стабильность свойств) СПФ Ti-Ni.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Установлены закономерности формирования структуры, текстуры, механического и термомеханического поведения СПФ Ti-Ni в результате последеформационного отжига в цикле ТМО, сочетающей холодную и теплую деформацию с промежуточным отжигом.
2. Установлено влияние основных факторов на величину обратимой деформации СПФ Ti-Ni, подвергнутого комбинированной ТМО: «текстурный» определяет теоретический ресурс обратимой деформации в поликристалле по сравнению с предельной деформацией, реализуемой в монокристалле, а «структурный» - еще и степень его реализации. В случае формирования разных типов наноструктур и их сочетаний структурный фактор доминирует.
3. Показано, что расчет теоретического ресурса обратимой деформации для текстурованного поликристалла дает адекватную его оценку только при достаточно полном учете распределения ориентировок аустенита и в предположении реализации только наиболее благоприятного ориентационного варианта мартенсита в каждом зерне аустенита.
4. Установлена закономерность изменения вкладов механизмов ЭПФ и СУ в обратимую деформацию при переходе от нанокристаллического и наносубзеренного состояний В2-аустенита СПФ Ti-Ni к рекристаллизованному, в том числе в области аномально высоких ее значений.

Практическая ценность работы заключается в следующем:

1. Использование методов комбинированной ТМО, включающей холодную и теплую прокатку с промежуточным отжигом в разных сочетаниях позволило получить сплав Ti-Ni с нанокристаллической и смешанной нанокристаллической + наносубзеренной структурами и текстурой прокатки с основной компонентой  $\{100\}\langle 110 \rangle_{B2}$ , обладающий высокими статическими и усталостными функциональными свойствами, включая высокие значения обратимой деформации и реактивного напряжения, высокую функциональную долговечность и стабильность свойств при термомеханическом и механическом циклировании.
2. Определены оптимальные из использованных режимов ТМО с точки зрения повышения комплекса функциональных свойств СПФ Ti-Ni и направление их дальнейшей оптимизации на основе формирования НКС из субмикрорекристаллической структуры, полученной методом теплого равноканального углового прессования.
3. Разработанные режимы ТМО были применены в технологической цепочке изготовления самофиксирующихся скоб для сшивания ран век, действующих на основе ЭПФ и обратимого ЭПФ.

Положения, выносимые на защиту:

1. Разработанные режимы ТМО, включающей интенсивную холодную и теплую прокатку с промежуточным отжигом, для формирования НК и смешанной НК+НС структур в сплаве Ti-50.26 ат. %Ni в результате последеформационного отжига.
2. Наблюдение закономерности формирования структуры B2-аустенита сплава Ti-50.26 ат. %Ni в результате ТМО по режимам, включающим холодную и теплую прокатку с накопленной деформацией  $\epsilon=1.2$  и промежуточный отжиг при 400°C, 1 ч в зависимости от вклада тепловой энергии.
3. Выявленная неадекватность оценки теоретического ресурса обратимой деформации поликристалла с учетом полюсной плотности только трех ориентировок ( $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle_{B2}$ ) и необходимость достаточно полного учета распределения ориентировок аустенита в предположении реализации наиболее благоприятного ориентационного варианта мартенсита в каждом зерне аустенита.
4. Наблюдение текстурной компоненты  $\{100\}[110]$  B2-аустенита в качестве основной после ТМО по всем режимам, обеспечивающим большой ресурс обратимой деформации в направлении прокатки. Включение в схему ТМО теплой прокатки и промежуточного отжига приводит к увеличению вклада основной текстурной компоненты.
5. Наблюдение наибольшей величины обратимой деформации в сплаве с преимущественно нанокристаллической структурой, когда разность между дислокационным и фазовым пределом текучести наибольшая.
6. Достижение максимальной величины реактивного напряжения в случае формирования преимущественно НКС в СПФ Ti-Ni.
7. Положение о влиянии структурного и текстурного факторов на величину и степень реализации ресурса обратимой деформации в поликристаллическом СПФ Ti-Ni и преимущественном влиянии структурного фактора в случае формирования НК и смешанной НС+НК структур.
8. Обнаруженная на сплаве Ti-50.7 ат. %Ni закономерность изменения вкладов ЭПФ и сверхупругости в обратимую деформацию при переходе от нанокристаллического и наносубзеренного состояний к рекристаллизованному, в том числе в области аномальных ее значений.

9. Уменьшение концентрации и длины краевых микротрещин в СПФ Ti-Ni при включении в схему ТМО теплой деформации (при 150°C) и промежуточного отжига (400°C, 1 ч) приводящего к формированию смешанной НК+НС структуры.
10. Заключение о положительном влиянии на функциональную долговечность СПФ Ti-Ni введения в схему ТМО теплой деформации и промежуточного отжига.

#### Личный вклад автора.

Основные результаты, изложенные в диссертации, получены лично автором. Автор принимал непосредственное участие в постановке задач, проведении экспериментальных исследований, интерпретации полученных результатов, формулировке основных положений, выводов, написании статей.

#### Вклад соавторов

Научный руководитель С.Д. Прокошкин (НИТУ «МИСиС») осуществлял научное руководство со стороны НИТУ «МИСиС», оказывал непосредственную поддержку в проведении испытаний структурного и рентгенографического анализа, расчёте и определении статических функциональных свойств, участвовал в обсуждении результатов. Научный консультант В. Браиловский (ВТШ, г. Монреаль, Канада) осуществлял руководство исследованиями, проведенными в ВТШ, г. Монреаль, Канада, оказывал поддержку в проведении текстурного анализа и усталостных функциональных испытаний, участвовал в обсуждении результатов. Помощь в подготовке образцов и проведении испытаний оказывали К. Инаекян (ВТШ) и С.М. Дубинский (НИТУ «МИСиС»). Расчет деформации решетки при мартенситном превращении с учетом влияния текстуры проводили совместно с А.В. Коротицким (НИТУ «МИСиС»). Часть исследований функциональных усталостных характеристик проводили совместно с Я. Факинелло (ВТШ). Исследование аномальной высокой обратимой деформации проведены совместно с Е.П. Рыклиной (НИТУ «МИСиС»).

#### Апробация работы

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на следующих научных конференциях:

1. Международная конференция «Сплавы с эффектом памяти формы: свойства, технологии, перспективы», 26-30.05.2014, Витебск.
2. Международный научно-технический конгресс ОМД-2014, «Фундаментальные проблемы. Инновационные материалы и технологии», 14-17.04.2014, Москва.
3. VII-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», ПРОСТ 2014, 22-24.04.2014, Москва.
4. V-я-Всероссийская конференция по наноматериалам «НАНО 2013», 23-27.09.2013, Звенигород.
5. Международный симпозиум «Физика кристаллов 2013, V-я международная конференция «Кристаллофизика 21-го века» и «Третьи Московские чтения по проблемам прочности материалов». 28.10-02.11.2013, Москва.
6. Международная конференция «Shape Memory and Superelastic Technologies», SMST-2013, 12-16.05.2013, Прага, Чехия.
7. VI-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур». ПРОСТ 2012, 17-19.04.2012, Москва.
8. Всероссийская конференция «Участники молодых научно-инновационных премий». 2010, Москва.

Результаты работы вошли в отчеты по научно-исследовательскому проекту Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям научно-технологического комплекса России, 2007-2013 годы»: «Сравнительное исследование сплошных и пористых сплавов Ti-Ni и безникелевых сплавов с памятью формы для медицинских применений: термомеханическая обработка, наноструктуры, сверхупругость и биосовместимость» (совместный НИТУ «МИСиС» - ВТШ, г. Монреаль, Канада). Госконтракт №11.519.11.3008 от 30.08.2011

Получены следующие награды:

1. Лауреат конкурса «У.М.Н.И.К.» ФСР МФП НТС (2010).
2. Победитель международной, межвузовской и институтской научно-технической конференции «64-е Дни науки студентов МИСиС», 2010, Москва.
3. За лучший доклад среди молодых ученых, представленный на VI-й Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», ПРОСТ 2012, Москва.
4. Диплом III степени за лучший доклад среди молодых ученых на V-ой Всероссийской конференции по наноматериалам, НАНО 2013, Москва.
5. Стипендиат Президента Российской Федерации для студентов и аспирантов на 2013/2014 учебный год.

Основное содержание диссертации опубликовано в 11 печатных работах, 4 из них в изданиях, рекомендованных ВАК, и 3 из них индексируемых в базах “Web of Science” и “Scopus”.

Структура и объем работы:

Диссертация изложена на 156 страницах машинописного текста, состоит из введения, 5 глав, 8 выводов. Включает 60 рисунков, 21 таблиц, библиографический список из 111 наименования.

**ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**ГЛАВА 1** содержит аналитический обзор литературы, посвященный анализу результатов исследований основных факторов, влияющих на величину обратимой деформации, реактивного напряжения и механическое поведение СПФ Ti-Ni. Проведен анализ особенностей формирования текстуры и структуры сплавов Ti-Ni в ходе его термомеханической обработки. Проанализировано влияние структуры сплавов Ti-Ni на усталостные функциональные свойства. Изложены результаты работ, в которых изучали долговечность СПФ Ti-Ni с использованием различных схем. Изучены предложенные методы залечивания структурных дефектов с целью увеличения долговечности сплава Ti-Ni. Показано, что усталостные функциональные свойства СПФ Ti-Ni в наноструктурном состоянии практически не исследованы. На основе анализа полученной информации были определены основные цели и задачи работы.

В **ГЛАВЕ 2** представлен химический состав исследуемых сплавов, режимы термомеханической обработки, обоснован выбор температуры тепловой деформации и описаны методики экспериментальных исследований.

В качестве объекта исследования были выбраны сплавы Ti-50.26 ат. %Ni и Ti-50.7 ат. %Ni. Сплав Ti-50.26 ат. %Ni («SAES GETTERS») получали в виде проволоки диаметром 1 мм после холодного волочения при комнатной температуре. Для устранения влияния предыстории перед термомеханической обработкой проводили гомогенизирующий отжиг при 700 °C, 1 час в электрической печи (“PYRADIA”) с последующим охлаждением в воде.

Холодную прокатку проволоки проводили при комнатной температуре за 4-6 проходов в зависимости от степени деформации на четырехвалковом лабораторном прокатном стане «FENN». Истинную деформацию рассчитывали как  $e = \ln(d/h)$  (где  $d$  – исходный диаметр проволоки,  $h$  – конечная толщина плющенко).

Теплую прокатку (ТП) проводили на этом же стане, оборудованном системой электроподогрева проволоки (ленты). Постоянный ток (с плотностью около  $1 \text{ А/мм}^2$ ) пропускали непосредственно через движущийся со скоростью 10 мм/с образец. Подвод электрического тока осуществляли при помощи скользящего графитового электроконтакта, находящегося на расстоянии 50 см от очага деформации, а током непосредственно через деформирующие валки. Контроль температуры и обратную связь с источником тока осуществляли при помощи инфракрасного пирометра, снимающего показания температуры поверхности образца в непосредственной близости от очага деформации. Нагрев ленты до температуры в  $150^\circ\text{C}$  при (условно) теплой прокатке гарантировал условие деформирования материала в состоянии стабильного аустенита.

Термомеханическую обработку (ТМО) проводили по следующим схемам (таблица 1):

- Режим 1, ХП  $e=0.75$  (за 4 прохода). Режим 2:  $e=1$  (5 проходов) и режим 3:  $e=1.2$  (6 проходов), соответствующие обозначениям режимов: **ХП(0.75)**, **ХП(1.0)**, **ХП(1.2)**;

Выбор таких степеней истинной деформации прокаткой ( $e=0.75$ , 1.0 и 1.2) был обоснован разной степенью аморфизации сплавов Ti-Ni, а следовательно, разным количеством нанокристаллической и наносубзеренной структур, формирующихся в ходе завершающей операцией ТМО по всем режимам – последеформационного отжига сплава при  $400^\circ\text{C}$ , 1ч.

Режим ХП(1.2) служил в качестве контрольного, т.к. из всего спектра использованных режимов, после данного достигается наибольшая степень аморфизации, а следовательно, может быть получено наибольшее количество нанокристаллической структуры.

Остальные режимы включали ХП, ТП и промежуточный отжиг (ПО) при  $400^\circ\text{C}$ , 1 ч в разных сочетаниях. Учитывая, что повышение температуры прокатки до  $150^\circ\text{C}$  неизбежно приведет к уменьшению степени аморфизации сплава Ti-50.26 ат.%Ni, для других режимов ТМО истинная деформация прокаткой составляла наибольшую из диапазона исследуемых ( $e=1.2$ ) с целью дальнейшего сравнения полученных свойств с контрольной обработкой ХП(1.2).

-Режим 4, ХП  $e=1$  (5 проходов) + ПО + ХП  $e=0.2$  (один проход): **ХП(1)+ПО+ХП(0.2)**;

-Режим 5, ХП  $e=1$  (5 проходов) + ПО + ТП  $e=0.2$  (один проход): **ХП(1)+ПО+ТП(0.2)**;

ТМО по таким режимам позволяет сформировать смешанную, частично аморфную и нанокристаллическую структуру на первом этапе обработки ХП( $e=1$ ). Предполагалось, что последующий промежуточный отжиг при  $400^\circ\text{C}$ , 1 час приведет к нанокристаллизации аморфной фазы и росту зерен НКС и субзерен НСС, а дальнейшая ХП/ТП со степенью накопленной деформации  $e=0.2$ , возможно, сформирует более благоприятную текстуру сплава Ti-50.26%Ni. Последний проход ХП/ТП с  $e=0.2$ , возможно, приведет к уменьшению размера наносубзерна по сравнению с ХП(1.0), а дополнительная тепловая энергия к уменьшению степени повреждаемости сплава в ходе ИПД по сравнению с ХП(1.2).

-Режим 6, ТП  $e=1$  (5 проходов) + ПО + ТП  $e=0.2$  (один проход): **ТП(1)+ПО+ТП(0.2)**;

-Режим 7, ТП  $e=1.2$  (6 проходов): **ТП(1.2)**.

Такие режимы ТМО позволят свести к минимуму повреждаемость сплава при ИПД, формирующей наноструктуру сплава и, возможно, получить благоприятную текстуру.

Промежуточный отжиг (ПО) и последеформационный отжиг (ПДО) проводили при  $400^\circ\text{C}$ , 1 час в электрической печи (PYRADIA) с последующим охлаждением в воде.



Таблица 1 – Обозначения и схемы обработок

№	Схема ТМО	Шаг 1	Шаг 2	Шаг 3	Шаг 4
1	ХП(0.75)	ХП, $e=0.75$	ПДО 400 °С, 1 ч	-	-
2	ХП(1.02)	ХП, $e=1$	ПДО 400 °С, 1 ч	-	-
3	ХП(1.2)	ХП, $e=1.2$	ПДО 400 °С, 1 ч	-	-
4	ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	ХП, $e=1$	ПО 400 °С, 1 ч	ХП, $e=0.2$	ПДО 400°С, 1ч
5	ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	ХП, $e=1$	ПО 400 °С, 1 ч	ТП, $e=0.2$	ПДО 400°С, 1ч
6	ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	ТП, $e=1$	ПО 400 °С, 1 ч	ТП, $e=0.2$	ПДО 400°С, 1ч
7	ТП(1.2)	ТП, $e=1.2$	ПДО 400 °С, 1 ч	-	-

Прутки сплава Ti-50.7 ат. %Ni подвергали холодному волочению в ЗАО «ПЦ МАТЭКС» (НТМО) без промежуточного подогрева до диаметра 0.3 мм (накопленная деформация составила  $e=0.6$ ). Последеформационный отжиг осуществляли в интервале температур 350-700°С в течении 20 мин – 1 час. Варьирование режимов ПДО позволяет получить широкий спектр структурных состояний. Для формирования нанокристаллической структуры этого сплава проводили интенсивную пластическую деформацию (ИПД) прокаткой на лабораторном стане “FENN” с накопленной деформацией  $e=1.55$  и последеформационный отжиг при 450°С, 10 ч.

Исследование структуры и субструктуры образцов при комнатной температуре проводили на просвечивающих электронных микроскопах “JEOL-2100” и “Tesla BS-540”.

Металлографический анализ проводили на световых микроскопах “Union” и “Leica DMLM” с увеличением 50× – 600×, с целью исследования состояния поверхности образцов после ТМО и выявления краевых поверхностных трещин.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на установке “Perkin Elmer” при скоростях нагрева и охлаждения 10°С/мин изучали последовательность и характеристические температуры мартенситных превращений сплава Ti-50.26 ат. %Ni после ТМО по разным режимам.

Рентгенографическое исследование образцов после шлифовки и химического травливания наклепанного поверхностного слоя проводили на дифрактометрах “PANalytical X’pert Pro” и “Ultima IV Rigaku” в  $\text{CuK}\alpha$  излучении при комнатной температуре и 150 °С.

Текстурный анализ В2-аустенита проводили с помощью рентгеновского дифрактометра (“PANalytical X’pert Pro”) в  $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Съемки проводили при температуре 100°С (выше  $A_c$ ). При анализе использовали методы прямых и обратных полюсных фигур, а также функцию распределения ориентировок.

Параметры решетки В2-аустенита определяли методом экстраполяции на  $\theta=90^\circ$ . Параметры решетки В19’-мартенсита рассчитывали, применяя метод наименьших квадратов отклонений расчетных значений от набора экспериментальных координат дифракционных линий. Кристаллографический ресурс обратной деформации рассчитывали как максимальную деформацию решетки при мартенситном превращении (монокристалла аустенита в монокристалл мартенсита). Теоретический ресурс обратной деформации в поликристаллическом состоянии рассчитывали с учетом текстуры В2-аустенита и в предположении 100% реализации наиболее благоприятного ориентационного варианта мартенсита в каждом зерне<sup>1</sup>.

Экспериментальное определение максимального значения величины реактивного напряжения  $\sigma_r^{\max}$  проводили на оригинальной испытательной установке в пределах полной наведенной деформации  $\epsilon_t = 6-9$  %. Цикл нагрев-охлаждение проводили в диапазоне от комнатной температуры до 200 °С.

<sup>1</sup> Автор выражает благодарность А.В. Коротикому за предоставленную возможность использовать разработанные им методики и компьютерные программы расчета ресурса обратной деформации.

Определение максимальной *обратимой деформации*  $\varepsilon_r^{max}$  и максимальной *полностью обратимой деформации*  $\varepsilon_{r,1}^{max}$  проводили по двум схемам: (1) «деформация растяжением – разгрузка», используя установку «*Instron 3360*», в диапазоне полной наведенной деформации  $\varepsilon_t = 7-11\%$  с шагом  $0.5-1\%$  при нагреве до  $250^\circ\text{C}$  и (2) через превращение  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$  изгибом на цилиндрических оправках разного диаметра в диапазоне полной наведенной деформации  $\varepsilon_t = 12-18\%$  и последующим охлаждением до температуры  $-196^\circ\text{C}$ , разгрузкой при этой температуре и последующим нагревом выше  $A_k$ .

Термомеханические *усталостные испытания по схеме свободного восстановления формы* проводили на установке «*Enduratec ELF 3200*» (Bose). Цикл «деформация растяжением – разгрузка» с деформацией  $\varepsilon_t = 9\%$  в каждом цикле приводили при комнатной температуре, после чего образец нагревали до  $100^\circ\text{C}$ , измеряя величину обратимой деформации и охлаждали до комнатной температуры. Испытания проводили до разрушения образца. Термомеханические *усталостные испытания по схеме генерация-релаксация реактивного напряжения*  $\sigma_r$  проводили на оригинальной испытательной установке. *Испытание включало:* цикл «деформация растяжением – разгрузка» с наведенной деформацией  $\varepsilon_t = 9\%$  в первом цикле при комнатной температуре, после чего образец жестко фиксировали в захватах (без возможности изменения продольных размеров) и нагревали до  $200^\circ\text{C}$  с последующим охлаждением до комнатной температуры. Цикл «нагрев – охлаждение» заневоленного образца повторяли до его разрушения. *Сверхупругое механоциклирование* проводили на испытательной машине «*MTS' MiniBionix 858*» по схеме «деформация растяжением – разгрузка» при постоянной температуре ( $A_k + 10^\circ\text{C}$ ) с деформацией  $3\%$  в каждом цикле. Испытания повторяли до разрушения.

В **ГЛАВЕ 3** рассмотрены результаты исследований структуры и текстуры сплава Ti-50.26ат. %Ni, формирующихся в ходе термомеханической обработки. Рассчитаны параметры решеток B2-аустенита и B19'-мартенсита после ТМО по всем режимам.

В *первом разделе* главы представлены результаты электронномикроскопического исследования, особенности формирования наноструктурного состояния в сплаве Ti-50.26ат. %Ni после ТМО по всем режимам.

Режим ХП(0.75), рисунок 1а, б. В этом случае после ПДО при  $400^\circ\text{C}$ , 1ч наблюдается смешанная наноструктура, включающая чередующиеся области НСС и НКС в количестве примерно 60% и 40%, соответственно. Субзерна НСС содержат высокую по сравнению с НКС плотность дислокаций. Области НСС и НКС не полностью однородны по структуре: в первых встречаются индивидуальные наноразмерные зерна, а во вторых – небольшие группы субзерен (рисунок 1а,б). Микродифракционные картины НКС состоят из точечных колец с довольно однородным распределением рефлексов. Дифракционные кольца от НСС состоят из относительно коротких, часто фрагментированных дуг – сгущений рефлексов, характерных для полигонизованной дислокационной субструктуры, и небольшого числа индивидуальных рефлексов от НКС между ними.

Режим ХП (1.2), рисунок 1в. Повышение степени деформации при ХП с  $e=0.75$  до 1.2 приводит к интенсивному развитию НКС и увеличению доли аморфной структуры. Поэтому после ПДО при  $400^\circ\text{C}$ , 1 ч, приводящего к нанокристаллизации аморфной структуры и росту зерен исходной НКС, на светопольных и темнопольных изображениях наблюдается в основном НКС с размером зерен в пределах 15-70 нм. Судя по темнопольным изображениям, в небольшом количестве (в пределах 10-15 %) присутствует и НСС, идентифицируемая, как и в случае режима ХП(0.75) в виде «светящихся» областей размером до 150 нм, состоящих из нескольких близко ориентированных (и потому светящихся одновременно) субзерен. Микродифракционные картины представляют собой типичные для НКС точечные кольца с довольно равномерным распределением отдельных точечных рефлексов по кольцу. Сгущения рефлексов, служащие признаком существования НСС, выражены слабо.

Режим ХП(1)+ПО+ХП(0.2), рисунок 1г. На светлопольных и темнопольных изображениях наблюдается в основном НКС, как и в случае режима ХП(1.2), с такой же накопленной деформацией, но без ПО. При этом зерна НКС крупнее примерно в 1.5-2 раза, чем в случае ХП(1.2). Это следует и из более «разреженного» расположения точечных рефлексов на кольце микроэлектроннограммы, чем в случае ХП(1.2), полученной от того же объема материала. В целом интенсивность распределена по точечному кольцу электронограммы довольно равномерно, резких сгущений рефлексов нет, а явных областей с НСС на светлопольных и темнопольных изображениях мало. Следовательно, структуры после ТМО с одинаковой степенью накопленной деформации ( $\epsilon=1.2$ ) при ХП подобны и отличаются только размером зерна В2-аустенита, увеличившегося в конечном счете вследствие включения ПО в схему ТМО и соответствующего меньшего накопления дефектов решетки перед ПДО.

Режим ХП(1)+ПО+ТП(0.2), рисунок 1д, е. Структура после ТМО по этому режиму по своему характеру занимает как бы промежуточное положение между структурами, формирующимися в результате ТМО по режимам ХП(1)+ПО+ХП(0.2) и ТП(1)+ПО+ТП(0.2) (последняя показана на рисунке 1ж). Но она все-таки ближе к первой: в основном это НКС, с соответствующей кольцевой точечной дифракционной картиной (рисунок 1д), но довольно много и НСС (конгломераты субзерен размером до 200 нм и закономерные сгущения рефлексов на кольцевой электронограмме) (рисунок 1е), хотя областей с НСС и заметно меньше, чем после ТМО по режиму ТП(1)+ПО+ТП(0.2). Размер структурных элементов (зерен, субзерен) примерно такой же, как после ХП(1)+ПО+ХП(0.2), т.е., больше, чем после ХП(1.2) без ПО, и распределение точечных рефлексов по дифракционному кольцу более разреженное.

Режим ТП(1)+ПО+ТП(0.2), рисунок 1ж. Судя по светлопольным и темнопольным изображениям, наблюдается в основном НСС, но довольно много и НКС. Зерна, субзерна и группировки субзерен (полигонизованные области) крупнее, чем в случае ХП(1.2). Внутри субзерен наблюдается повышенная плотность дислокаций. Особенности дифракционной картины подтверждают этот характер структуры: наблюдаются явные дугообразные сгущения интенсивности на дифракционных кольцах, характерные для полигонизованной дислокационной субструктуры. Такая структура В2-аустенита не отличается от структуры без ПО (рисунок 1з), режим ТП(1.2).

Таким образом, электронномикроскопическое исследование выявило следующие закономерности формирования структуры В2-фазы сплава Ti-50.26%Ni:

- (1) Чем больше вклад ХП, тем больше доля НКС по сравнению с НСС и ниже средняя плотность дислокаций после ПДО при 400 °С, 1 ч;
- (2) Чем больше вклад ТП, тем больше доля НСС по сравнению с НКС и тем крупнее зерна, субзерна и полигонизованные области с НСС;
- (3) Включение в схему ТМО промежуточного отжига при 400 °С, 1 ч приводит к укрупнению структуры: увеличению размера зерен НКС и субзерен НСС.

Во *втором разделе* главы представлены результаты металлографического анализа образцов сплава Ti-50.26 ат. %Ni после ТМО по всем режимам. Проведена оценка средней длины поверхностных трещин и их концентрации.

Средняя длина поверхностных трещин после обработки по режиму ХП(0.75) составляет  $16 \pm 2$  мкм и концентрация трещин  $19 \pm 1$  мм<sup>-1</sup>. С увеличением степени ХП длина трещин резко возрастает до  $24 \pm 4$  мкм при  $\epsilon=1.0$  и до  $25 \pm 4$  при  $\epsilon=1.2$ , а концентрация трещин до  $22 \pm 1$  мм<sup>-1</sup>. Включение в режим ТМО промежуточного отжига, ХП(1)+ПО+ХП(0.2), приводит к уменьшению длины трещин до  $19 \pm 4$  мкм и концентрации до  $21 \pm 2$  мм<sup>-1</sup>. Дальнейшее увеличение вводимой тепловой энергии в процесс ТМО за счет дополнительной тепловой прокатки и промежуточного отжига, например, ХП(1)+ПО+ТП(0.2) и ТП(1)+ПО+ТП(0.2) ведет к еще большему уменьшению их длины: до  $17 \pm 2$  мкм и до  $16 \pm 3$

мкм, и концентрации до  $19 \pm 2 \text{ мм}^{-1}$ , а при полностью тепловой деформации, ТП(1.2), до концентрации  $18 \pm 1 \text{ мм}^{-1}$ .

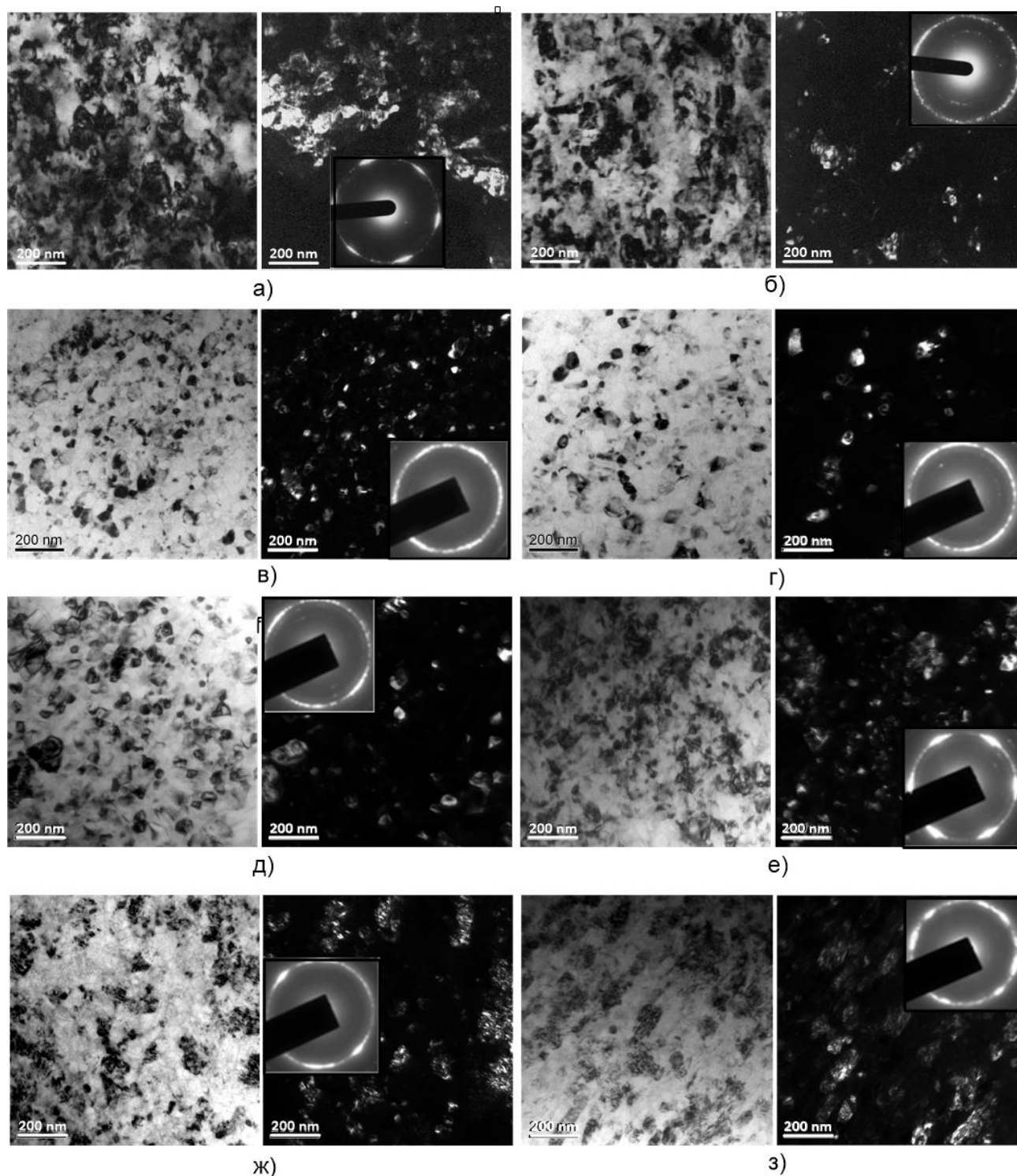


Рисунок 1 – Структуры сплава Ti-50.26%Ni после ТМО по различным режимам включающим: а-б) ХП(0.75); в) ХП(1.2); г) ХП(1)+ПО+ХП(0.2); д-е) ХП(1)+ПО+ТП(0.2); ж) ТП(1)+ПО+ТП(0.2) и з) ТП(1.2). Слева направо: светлопольное изображение, темнопольное изображение, вставка - микродифракция

В *третьем разделе* главы представлены результаты рентгенографического анализа сплава после ТМО по всем режимам. Главная задача данного исследования заключалась в

определении угловых координат рентгеновских линий и расчете параметров решетки B19'-мартенсита и B2-аустенита. Как показали расчеты, параметры решетки B19'-мартенсита после разных обработок в пределах погрешности не различаются (таблица 2). Кроме того, их отличие от соответствующих параметров закаленного мартенсита наблюдается в те же стороны и на такие же величины, что и в предыдущих исследованиях в случае образования мартенсита из нанокристаллического или полигонизованного аустенита.

Таблица 2 – Параметры решетки мартенсита и максимальная деформация решетки при мартенситном превращении сплава Ti-50.26%Ni (съемка при  $T_{\text{комн}}$ )

Обработка	Параметры решетки мартенсита				$\varepsilon_{\text{mono}}^{\text{max}}, \%$
	$a, \text{\AA}$	$b, \text{\AA}$	$c, \text{\AA}$	$\beta, \text{град}$	
Закалка 700°C	2.8969 $\pm 0.0014$	4.1228 $\pm 0.0026$	4.6435 $\pm 0.0012$	97.47 $\pm 0.08$	11.48 $\pm 0.06$
ХП(0.75) + ПДО (400°C, 1ч)	2.8898 $\pm 0.012$	4.1195 $\pm 0.0044$	4.6265 $\pm 0.0035$	96.99 $\pm 0.26$	10.84 $\pm 0.17$
ХП(1)+ПО+ХП(0.2)+ ПДО (400°C, 1ч)	2.8860 $\pm 0.0106$	4.122 $\pm 0.0044$	4.6311 $\pm 0.0034$	97.16 $\pm 0.23$	10.88 $\pm 0.16$
ХП(1)+ПО+ТП(0.2)+ ПДО (400°C, 1ч)	2.8827 $\pm 0.0075$	4.1187 $\pm 0.0045$	4.622 $\pm 0.0038$	96.88 $\pm 0.17$	10.5 $\pm 0.13$
ТП(1)+ПО+ТП(0.2)+ ПДО (400°C, 1ч)	2.8878 $\pm 0.0082$	4.1249 $\pm 0.0045$	4.6268 $\pm 0.0037$	96.83 $\pm 0.20$	10.71 $\pm 0.14$

В четвертом разделе главы представлены результаты текстурного анализа сплавов после ТМО по всем режимам с использованием методов прямых и обратных полюсных фигур и функции распределения ориентировок. Функция распределения ориентировок и обратная полюсная фигура вычислены на основе трех прямых полюсных фигур: (110), (200) и (211), - с помощью компьютерной программы текстурного анализа «X'pert texture». Компоненты текстуры (hkl)[uvw] во всех случаях могут быть качественно определены в соответствии с величиной плотности их ориентаций (ФРО), используя соотношения между эйлеровскими углами  $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$  и (hkl)[uvw] согласно уравнениям Бурнге.

При  $\varphi_2=0^\circ$  (или  $90^\circ$ ) и  $\Phi=90^\circ$  вычисленная основная компонента текстуры точно соответствует плоскости {100} и с небольшим отклонением - направлению [011], рисунок 2.

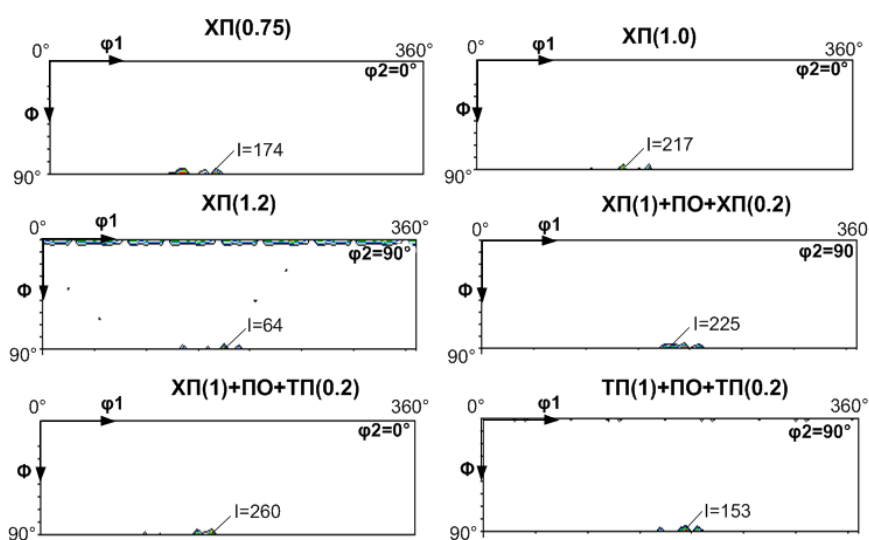


Рисунок 2 – Сечения ФРО при  $\varphi_2=0$  и  $90^\circ$  для всех режимов ТМО

Из анализа обратных полюсных фигур следует, что полюс направления  $[011]_{B2}$  располагается весьма близко к максимумам ОПФ. Таким образом, основная компонента текстуры аустенита после всех режимов ТМО сплава Ti-50.26Ni соответствует  $\{100\}\langle 011\rangle$ . На рисунке 2 указана величина ФРО (плотность ориентации -  $I$ ) для текстурной компоненты  $\{100\}\langle 011\rangle$  в зависимости от режима ТМО. Из рисунка 2 следует, что текстурная компонента  $\{100\}\langle 110\rangle_{B2}$  после повышения логарифмической деформации до  $e=1.2$  ослабляется. Объяснение этого наблюдения заключается в следующем: при ХП,  $e=1.2$  количество аморфной фазы больше, чем после ХП,  $e=0.75$  и  $1.0$  или режимов ТМО, включающих ТП и ПО. При нанокристаллизации аморфной фазы возникающие зерна имеют произвольную ориентировку, вследствие чего наблюдается снижение ориентационной плотности после ХП(1.2).

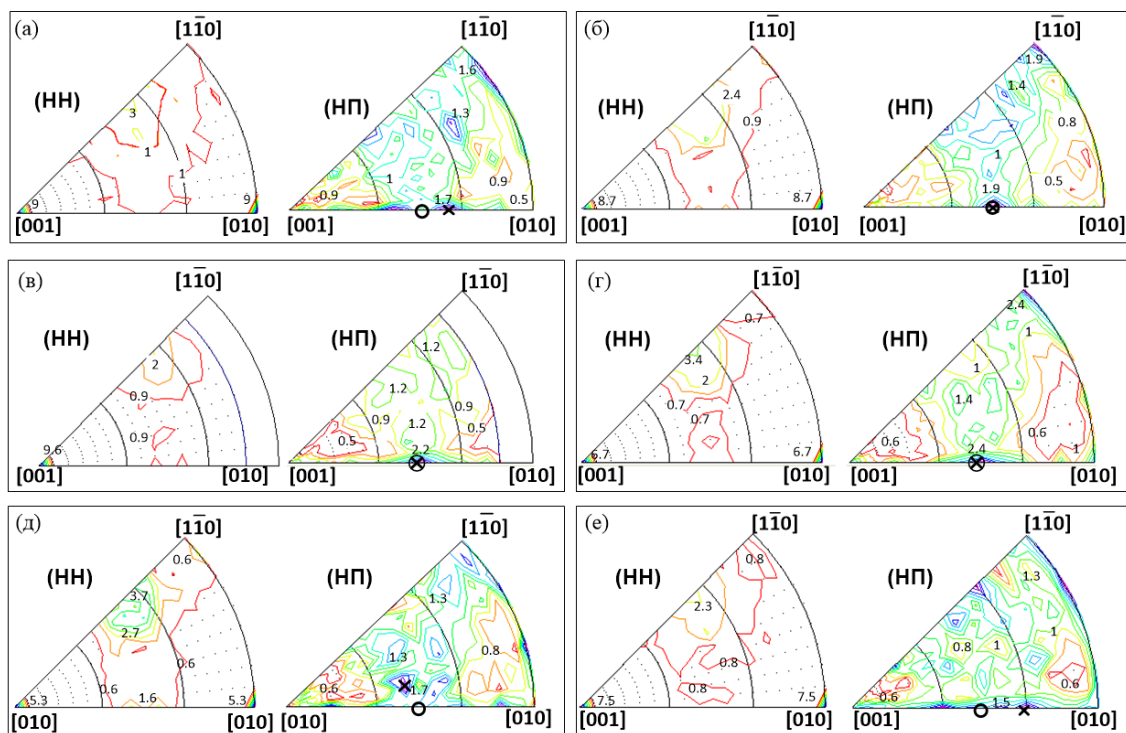


Рисунок 3 – Обратные полюсные фигуры, соответствующие направлению нормали (НН) к плоскости прокатки и направлению прокатки (НП): (а) ХП(0.75); (б) ХП(1.0); (в) ХП(1.2); (г) ХП(1)+ПО+ХП(0.2); (д) ХП(1)+ПО+ТП(0.2); (е) ТП(1)+ПО+ТП(0.2). О – положение полюса  $[011]_{B2}$ , х – положение максимума ОПФ

В ГЛАВЕ 4 представлены результаты расчета кристаллографического ресурса обратимой деформации СПФ Ti-50.26%Ni после ТМО по всем режимам. Теоретический (кристаллографический) ресурс обратимой деформации СПФ определяется максимальной деформацией кристаллической решетки при мартенситном превращении. С учетом различных особенностей структуры и ее изменений при мартенситном превращении используют разные методы оценки ресурса обратимой деформации.

Теоретический расчет кристаллографического ресурса обратимой деформации в приближении монокристалла (превращение «монокристалл аустенита  $\leftrightarrow$  монокристалл мартенсита»), проводимый непосредственно по параметрам решетки мартенсита и аустенита, дает наибольшую величину в случае образования мартенсита из рекристаллизованного аустенита при обычной закалке:  $\varepsilon_{mono}^{max}=11.48\%$  (таблица 2). Применение ТМО по разным режимам приводит к уменьшению теоретического ресурса, причём примерно в равной степени (см. таблица 2).

Проведенный текстурный анализ позволил оценить ресурс обратимой деформации поликристаллического сплава Ti-50.26%Ni после ТМО по разным режимам с учетом

особенностей текстуры (таблица 3) тремя методами: (1)  $\varepsilon_{poly}^{max3}$  с учетом относительной плотности ориентаций  $R_{\langle hkl \rangle}$  в направлениях  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , рассчитанный из обратных полюсных фигур; (2)  $\varepsilon_{poly}^{max2}$  с учетом полюсной плотности 12500 ориентировок в пределах стандартного стереографического треугольника простым усреднением; (3)  $\varepsilon_{poly}^{max1}$  с учетом полюсной плотности 12500 ориентировок в пределах стандартного стереографического треугольника в предположении реализации наиболее благоприятного ориентационного варианта мартенсита в каждом зерне. Результаты расчетов представлены в таблице 3.

Таблица 3- Ресурс обратимой деформации поликристаллического сплава Ti-50.26%Ni, рассчитанный разными методами.

Обработка	Рассчитанный ресурс обратимой деформации, %		
	$\varepsilon_{poly}^{max1}$	$\varepsilon_{poly}^{max2}$	$\varepsilon_{poly}^{max3}$
Закалка 700 °C	10.56	9.26	-
ХП(0.75)	10.14	9.03	7.47
ХП(1.2)	10.24	9.17	7.24
ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	10.19	9.15	6.89
ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	9.78	8.68	7.40
ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	9.89	8.78	6.95

Из анализа таблицы 3 вытекают следующие выводы:

(1) Величины ресурса обратимой деформации, рассчитанные с учетом текстуры поликристаллического аустенита разными методами, существенно различаются. Для разных режимов ТМО расчет по наиболее адекватному методу, учитывающему реализацию под напряжением в каждом зерне наиболее благоприятного ориентационного варианта мартенсита, дает  $\varepsilon_{poly}^{max1}$  около 10%, простое усреднение ориентационных вариантов дает  $\varepsilon_{poly}^{max2}$  около 9%, а учет только полюсных плотностей направлений  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  -  $\varepsilon_{poly}^{max3}$  в пределах 6.89...7.47.

(2) Несмотря на различия в ориентационной плотности основной текстурной компоненты  $\{100\}\langle 110 \rangle_{B2}$  после ТМО по разным режимам, различия в теоретическом ресурсе обратимой деформации поликристалла (в пределах одного метода его расчета) невелики и не выходят за пределы погрешности.

В ГЛАВЕ 5 представлены результаты исследований статических функциональных свойств сплавов Ti-50.26%Ni и Ti-50.7%Ni после термомеханической обработки.

Главная решаемая задача *первого раздела* заключалась в определении максимальных функциональных свойств в зависимости от структуры и текстуры СПФ Ti-50.26%Ni и выявлении влияния различных факторов на их величины.

Испытания по схеме «генерация реактивных напряжений» образцов сплава Ti-50.26%Ni после предварительного нагружения с деформацией  $\varepsilon_f=5\div 9\%$  и разгрузкой до 10Н показали, что наибольшая величина реактивного напряжения достигается при предварительно наведённой деформации сплава  $\varepsilon_f=9\%$  после режимов ХП(1.2) и ХП(1)+ПО+ТП(0.2). Поэтому значение  $\varepsilon_f=9\%$  было выбрано для дальнейших исследований величины  $\sigma_r^{max}$  после всех остальных режимов ТМО (рисунок 4).



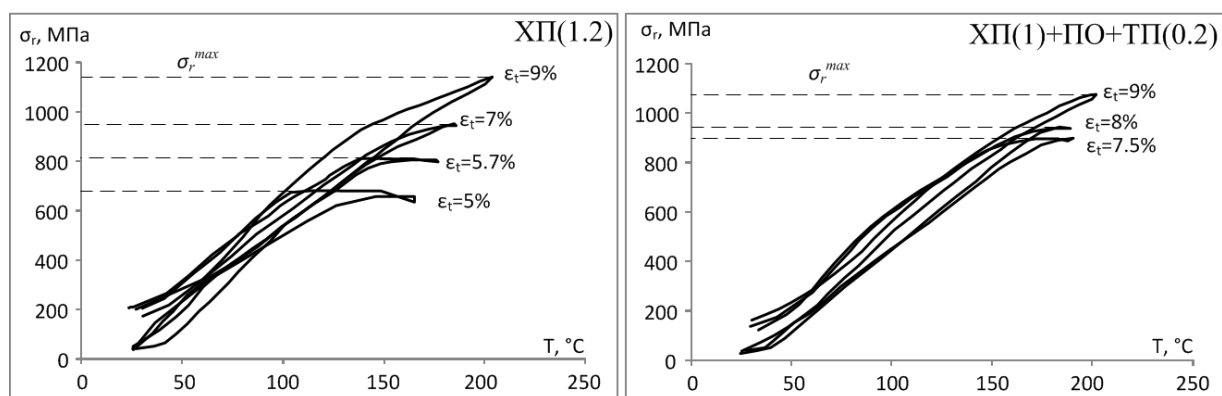


Рисунок 4 – Кривые генерации-релаксации реактивного напряжения в зависимости от величины полной наводимой деформации для разных режимов ТМО

Таблица 4– Значения максимального реактивного напряжения, характеристики обратимой деформации и параметры диаграммы деформации-разгрузки СПФ Ti-50.26 ат. %Ni в зависимости от режимов ТМО

№	Режимы	$\sigma_r^{max}$ , МПа	$\varepsilon_r^{max}$ , %	$\varepsilon_{r,1}^{max}$ , %	$\sigma_\phi$ , МПа	$\sigma_i$ , МПа (при $\varepsilon_t = 10\%$ )
1	ХП(0.75)	940±40	6.67±0.15	6.1	144±14	690±30
2	ХП(1.0)	990±30	-	-	-	-
3	ХП(1.2)	1170±50	8.00±0.32	8.0	238±12	860±50
4	ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	1110±40	7.27±0.05	7.2	189±24	740±30
5	ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	1030±30	7.37±0.12	7.3	178±28	705±35
6	ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	940±30	7.32±0.04	7.3	170±17	750±60

Наибольшая полная обратимая деформация  $\varepsilon_r^{max} = \varepsilon_r^{CY+ЭПФ} = 8\%$  достигается в случае ТМО по режиму ХП(1.2). После ТМО по режимам, включающим комбинирование ХП, ПО и ТП с такой же накопленной деформацией  $e=1.2$ , т.е., ХП(1)+ПО+ХП(0.2), ХП(1)+ПО+ТП(0.2) и ТП(1)+ПО+ТП(0.2), эти величины  $\varepsilon_r^{max}$  ниже и составляют около 7.3 %. После ТМО по режиму ХП(0.75) величина  $\varepsilon_r^{max}$  наименьшая (6.7 %). Максимальная полностью обратимая деформация  $\varepsilon_{r,1}^{max}$  – ведет себя подобным образом. Причем после всех режимов ТМО с накопленной деформацией  $e=1.2$  она совпадает в пределах погрешности с  $\varepsilon_r^{max}$ , а для режима ХП(0.75) – заметно меньше  $\varepsilon_r^{max}$  (таблица 4).

Сравнение экспериментальных величин обратимой деформации с предсказанными теоретически показывает следующее (рисунок 5):

-экспериментально измеренная максимальная обратимая деформация  $\varepsilon_r^{max}$  в трех случаях из пяти превышает рассчитанный ресурс  $\varepsilon_{poly}^{max3}$ , что свидетельствует о неадекватности оценки ресурса только по трем основным ориентировкам;



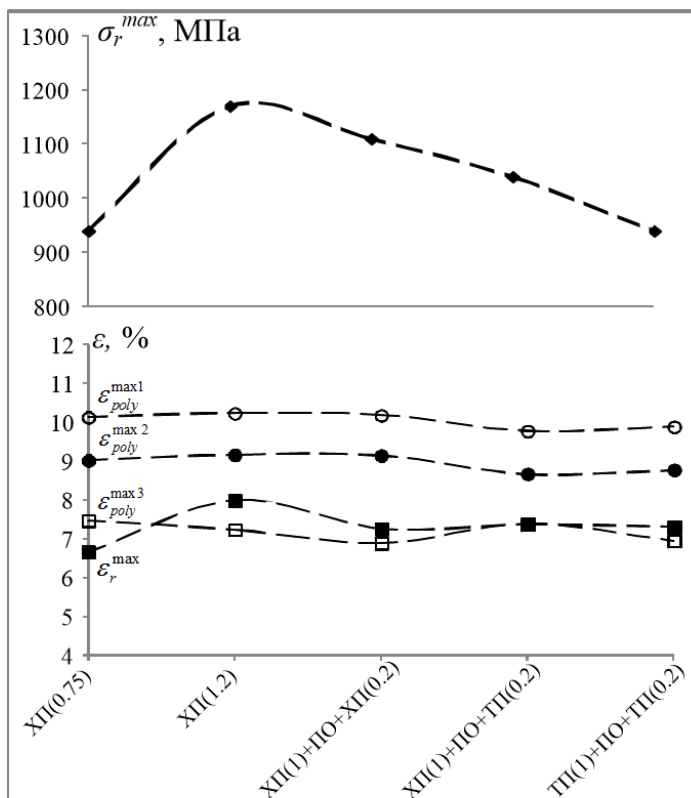


Рисунок 5 - Сравнение экспериментальных величин обратимой деформации (Таблица 4), ее теоретического ресурса, рассчитанного разными методами (Таблица 3), и реактивного напряжения (Таблица 4)

В остальных случаях оно имеет промежуточную величину. В таком же соотношении находятся величины максимальной полностью обратимой деформации  $\varepsilon_{r,1}^{\max}$ . После ТМО по всем режимам, кроме ХП(0.75), величины  $\varepsilon_{r,1}^{\max}$  и  $\varepsilon_r^{\max}$  для данного режима в пределах погрешности не различаются, а после ХП(0.75)  $\varepsilon_{r,1}^{\max}$  меньше, чем  $\varepsilon_r^{\max}$ .

Сравнительный анализ особенностей характеристик свободного формовосстановления, силовых характеристик (фазовый предел текучести  $\sigma_\phi$  и напряжение  $\sigma_i$ , достигаемое при  $\varepsilon_t = 10\%$ ) и структуры СПФ Ti-50.26%Ni позволяет непротиворечиво объяснить наблюдаемую закономерность изменения максимальной обратимой деформации в зависимости от режима ТМО и оценить роль структурного и текстурного факторов в реализации ее ресурса (таблица 4). Сравнение этих параметров после ТМО по разным режимам показывает, что всем режимам, включающим ПО и ТП, отвечают близкие значения  $\sigma_\phi$  и  $\sigma_i$ . Величины  $\sigma_\phi$  и  $\sigma_i$  отличаются от этого уровня: в большую сторону для режима ХП(1.2), в меньшую для режима ХП(0.75).

Наибольшее структурное упрочнение в сочетании с наиболее благоприятной (судя по наибольшему теоретическому ресурсу обратимой деформации  $\varepsilon_{poly}^{\max1}$ , Таблица 3) текстурой в случае ТМО по режиму ХП(1.2), приводящему к образованию преимущественно НКС в В2-аустенита, обеспечивает наибольшие величины обратимой деформации ( $\varepsilon_r^{\max} = 8\%$ ), степени реализации ее теоретического ресурса, рассчитанного с учетом реальной текстуры ( $\varepsilon_r^{\max} / \varepsilon_{poly}^{\max1} = 0.79$ ), и максимального реактивного напряжения  $\sigma_r^{\max} = 1170$  МПа.

Наименьшее структурное упрочнение, а следовательно, и наименьшая разность между дислокационным и фазовым пределами текучести, в случае ТМО по режиму ХП(0.75), приводящему к образованию смеси НКС+НСС также в сочетании с благоприятной текстурой

- величины теоретического ресурса обратимой деформации, рассчитанные двумя другими методами,  $\varepsilon_{poly}^{\max1}$  и  $\varepsilon_{poly}^{\max2}$ , везде больше экспериментальных максимальных величин обратимой деформации  $\varepsilon_r^{\max}$ . Поскольку мартенситное превращение при наводящей ЭПФ деформации происходит под воздействием внешнего растягивающего напряжения, то в качестве наиболее адекватной теоретической оценки ресурса обратимой деформации поликристаллического материала следует принять  $\varepsilon_{poly}^{\max1}$ .

Степень реализации ресурса обратимой деформации  $\varepsilon_r^{\max} / \varepsilon_{poly}^{\max1}$  наибольшая после ТМО по режиму ХП(1.2), приводящему к формированию наибольшего количества НКС с наиболее мелким зерном (рисунок 1в). В случае наименьшей накопленной деформации при прокатке (режим ХП(0.75)) отношение  $\varepsilon_r^{\max} / \varepsilon_{poly}^{\max1}$  наименьшее, а в

(Таблица 3), обеспечивает и наименьшее значение  $\varepsilon_r^{\max}$ , которое в свою очередь значительно уступает теоретическому ресурсу, рассчитанному с учетом текстуры В2-аустенита ( $\varepsilon_r^{\max}/\varepsilon_{poly}^{\max1}=0.66$ ). Максимальное реактивное напряжение после данной обработки также понижено:  $\sigma_r^{\max}=940$  МПа.

Промежуточное по величине структурное упрочнение в случае ТМО, включающей ТП и ПО и приводящей к формированию смешанной структуры с более крупными нанозернами/наносубзернами, но с большей плотностью дислокаций в НСС, в сочетании с менее благоприятной текстурой обеспечивает промежуточные значения  $\varepsilon_r^{\max}/\varepsilon_{poly}^{\max1}=0.72-0.75$  и  $\sigma_r^{\max}=940-1100$  МПа.

Из этого анализа следует, что реализуемая максимальная обратимая деформация в рассмотренных случаях определяется в основном структурным состоянием В2-аустенита. Действительно, НКС, обеспечивающая наибольшую разность между дислокационным и фазовым пределами текучести, обеспечивает и наиболее высокие обратимую деформацию и степень восстановления формы (режим ХП(1.2). В то же время смешанная НС+НК структура, образовавшаяся в результате ТМО по режиму ХП(0.75), при наименьшей разности между дислокационным и фазовым пределами текучести и таком же теоретическом ресурсе, обеспечивает наиболее низкие  $\varepsilon_r^{\max}$  и степень восстановления формы  $\varepsilon_k/\varepsilon_i$ .

В целом на обратимую деформацию при ТМО влияют два основных фактора.

Первый, «текстурный», фактор (ФРО) определяет теоретический ресурс обратимой деформации. Роль второго, «структурного», фактора (дефектности решетки, определяющей структурное упрочнение, а главное, разность между дислокационным и фазовым пределами текучести) двоякая. В первую очередь он определяет степень реализации этого теоретического ресурса  $\varepsilon_r^{\max}/\varepsilon_{poly}^{\max1}$  (а также максимальную полностью обратимую деформацию  $\varepsilon_{r,1}^{\max}$ , степень восстановления формы  $\varepsilon_r/\varepsilon_i$ ). В меньшей мере он влияет и на саму величину теоретического ресурса, изменяя ее вследствие изменения параметров решетки мартенсита. Таким образом, для реализации предельно высокой обратимой деформации следует стремиться к формированию НКС в сочетании с сильной текстурой, ФРО которой обеспечивает максимальную деформацию превращения в направлении растяжения.

Во *втором разделе* исследовали особенности процессов формовосстановления в условиях реализации аномально высокой обратимой деформации в СПФ Ti-50.7%Ni.

В «заникеленном» сплаве Ti-50.7%Ni в отличие от околоэквиатомных сплавов в процессе ПДО в интервале температур 350-500 °С наряду с субструктурным разупрочнением протекают процессы дисперсионного упрочнения. Они вносят определенное влияние на характеристики формовосстановления.

Наведение ЭПФ и ОЭПФ осуществляли изгибом по схеме, предусматривающей деформирование в исходном состоянии В2-фазы с реализацией последовательности мартенситных превращений В2→R→ В19' и последующее постепенное охлаждение в нагруженном состоянии до температуры -196 °С. Нагрев образцов после снятия нагрузки проводили до 90 °С.

Последеформационный отжиг в случае исходной умеренной деформации,  $e=0.6$ , сопровождается следующими структурными изменениями: ПДО при 350 °С, 20 мин формирует развитую дислокационную субструктуру возврата с признаками начальной стадии полигонизации; после ПДО при 430 °С, 20 мин наблюдается полигонизованная субструктура аустенита с размером субзерен  $\leq 70$  нм, т.е. наносубзеренная структура; после ПДО при 500 °С, 20 мин субзерна вырастают до размера  $\leq 200$  нм, выходя из нанометрического размерного диапазона; после ПДО при 600 °С, 20 мин наблюдается смешанная структура аустенита: полигонизованная субструктура и частично рекристаллизованная структура; режим ПДО 600 °С, 1 ч приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры аустенита с размером зерна  $\leq 5$  мкм; наконец,

после ПДО при 700 °С, 20 мин зерна рекристаллизованной структуры вырастают до размера  $\leq 10$  мкм. В случае исходной ИПД ( $e=1.55$ ) ПДО при температуре 450°С, 10 ч формирует нанокристаллическую структуру в В2-аустените со средним размером зерен около 100 нм.

Закономерность изменения обратимой деформации ЭПФ  $\varepsilon_r$  характеризуется ее большим ростом практически во всех структурных состояниях с увеличением полной наводимой деформации  $\varepsilon_t$  в диапазоне от 12 до 18%.

При этом наименьшие значения обратимой деформации по механизму эффекта памяти формы  $\varepsilon_r^{\text{ЭПФ}}$  и наибольшая величина условно упругой (включающей сверхупругую) отдачи  $\varepsilon_{el}$  во всем исследованном диапазоне  $\varepsilon_t$  наблюдаются в сплаве с наносубзеренной полигонизованной субструктурой (ПДО при 430 °С, 20 мин). При максимальном значении  $\varepsilon_t=18\%$  обратимая деформация ЭПФ  $\varepsilon_r$  после дорекристаллизационного ПДО (350 °С, 20 мин; 430 °С, 20 мин; 500 °С, 20 мин) весьма высокая, сопоставимая с ее теоретическим монокристалльным ресурсом (таблица 5). Отметим, что при этих температурах 350-500°С протекают процессы старения, причем более интенсивно при  $T=430^\circ\text{C}$ . Следствием старения является инициирование образования R-фазы и поэтому облегчение протекания мартенситных превращений. По-видимому, высокий уровень  $\varepsilon_r$  при  $\varepsilon_t = 18\%$ , обеспечивается за счет воздействия мельчайших когерентных частиц фазы  $\text{Ti}_3\text{Ni}_4$ , выделяющихся при старении. Они создают дополнительные ориентированные поля напряжений в матрице, а низкое положение интервала  $M_n-M_k$  обеспечивает большой вклад в полную обратимую деформацию эффекта сверхупругости, в результате чего  $\varepsilon_{el}$  оказывается наибольшей и, сопоставимой со случаем чистой НКС, когда  $\varepsilon_{el}$  достигает 9%.

Таблица 5 – Функциональные характеристики формовосстановления сплава Ti-50.7 ат. %Ni в результате ПДО после умеренной деформации ( $e=0.6$ ) при  $\varepsilon_t = 18\%$

ТМО	$\varepsilon_t$ , %	$\varepsilon_i$ , %	$\varepsilon_{el}$ , %	$\varepsilon_r^{\text{ЭПФ}}$ , %	$\varepsilon_f$ , %
350°С – 20 мин	17.9	12.0	5.9	11.9	0.1
430°С – 20 мин	17.9	10.0	7.9	9.9	0.1
500°С – 20 мин	17.9	11.1	6.8	10.9	0.2
600°С – 20 мин	17.9	15.8	2.1	13.8	2.0
600°С – 1 час	17.9	17.7	0.2	16.6	1.0
700°С – 20 мин	17.9	16.7	1.2	11.7	5.0

Замена развитой полигонизованной субструктуры мелкозернистой структурой приводит к подъему интервала  $M_n-M_k$  и уменьшению дислокационного предела текучести, что приводит к увеличению вклада ЭПФ в обратимую деформацию и соответствующему росту  $\varepsilon_r$  при резком уменьшении  $\varepsilon_{el}$ . Получаемая в результате ПДО при 600 °С, 1 ч полностью рекристаллизованная структура аустенита с размером зерна  $\leq 5$  мкм обеспечивает максимальное значение обратимой деформации ЭПФ  $\varepsilon_r^{\text{ЭПФ}}=16.6$  %. Такая величина обратимой деформации ЭПФ является аномально высокой, она в 1.5 раза превосходит теоретический (кристаллографический) ресурс деформации решетки при мартенситном превращении в сплаве Ti-50.7 ат. %Ni. Увеличение же размера рекристаллизованного зерна приблизительно в два раза (до  $\leq 10$  мкм после ПДО при 700 °С, 20 мин) приводит к уменьшению  $\varepsilon_r$  до «нормального» уровня, вследствие дальнейшего уменьшения дислокационного предела текучести и развитием пластической деформации при наведении ЭПФ.

В *третьем разделе* описано применение разработанных режимов ТМО были в технологической цепочке изготовления самофиксирующихся скоб для сшивания ран век, действующих на основе ЭПФ и ОЭПФ.

В четвертом разделе представлены результаты динамических усталостных испытаний сплава Ti-50.26%Ni после всех режимов ТМО по трем схемам: свободное восстановление формы, генерация-релаксация реактивного напряжения и сверхупругое механоциклирование.

#### *Схема свободного восстановления формы*

Схема свободного восстановления формы позволяет проследить особенность изменения обратимой деформации  $\varepsilon_r$ , реализуемой сплавом при нагреве до 100°C после деформации  $\varepsilon_t = 9\%$  и разгрузки, ее стабильность (деградацию  $\Delta\varepsilon_r$ ) и число циклов до разрушения  $N_f$  (таблица 6).

Таблица 6 – Результаты испытаний по схеме свободного восстановления формы: обратимая деформация в первом цикле  $\varepsilon_I$  (%), степень деградации обратимой деформации  $\Delta\varepsilon_r$  (%) и число циклов до разрушения  $N_f$

№	Обработка	$\varepsilon_I$ , (%)	$\Delta\varepsilon_r$ , (%)	$N_f$
1	ХП(0.75)	5.6±0.3	11.2±2.8	7770±550
3	ХП(1.2)	5.3±0.1	2.4±1.3	4020±1650
4	ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	5.6±0.1	6.2±1.4	5040±600
5	ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	5.6±0.1	7.3±0.8	6550±1310
6	ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	5.5±0.1	6.0±1.4	6300±1200

Обратимая деформация  $\varepsilon_r$  в 1-м цикле оказывается одинаковой (около 5.5 %) в пределах погрешности измерения после ТМО по всем режимам. Деградация величины обратимой деформации  $\Delta\varepsilon_r$  при циклировании, определенная как относительное изменение  $\varepsilon_r$  между первым и 500-м циклами, увеличивается с уменьшением степени исходной деформации от  $e=1.2$  до 0.75 и при включении ТП и ПО в схему ТМО. В случае ХП(0.75) деградация обратимой деформации максимальна, а после ХП(1.2) минимальна (таблица 6).

Число циклов до разрушения при увеличении степени деформации уменьшается и после контрольной обработки ХП(1.2) долговечность образца наименьшая. Она заметно повышается после ТМО, включающей ТП и ПО. Самая большая долговечность в случае накопленной деформации  $e=1.2$  наблюдается после ХП(1)+ПО+ТП(0.2) и ТП(1)+ПО+ТП(0.2), а также и после деформации ХП(0.75) (таблица 6).

#### *Схема генерации-релаксации реактивного напряжения*

Испытание по схеме генерации-релаксации реактивного напряжения позволило определить долговечность сплава после ТМО по различным режимам, а также величину реактивного напряжения в первом цикле  $\sigma_r^I$  и степень ее деградации при циклировании  $\Delta\sigma_r$  (таблица 7). Результаты испытаний с деформацией в первом цикле  $\varepsilon_t=9\%$  и дальнейшее термоциклирование в интервале температур от комнатной до 200°C показали, что деградация реактивного напряжения после ТМО по режиму ХП(1.2) наименьшая (17%), а после ХП(0.75) – наибольшая (25%). Остальные режимы ТМО занимают промежуточные позиции по этому показателю функциональной стабильности.

В то же время после ХП( $e=0.75$ ) долговечность сплава самая высокая по сравнению с другими режимами ТМО, включающими накопленную деформацию  $e=1.2$ . Наименьшая долговечность при наведенной деформации  $e=1.2$  наблюдается после ТМО с ХП( $e=1.2$ ), 780 цикла. После ТМО с ТП, ХП+ТП и ПО она в 2-2.5 раза выше, чем в случае ХП(1.2). Т.е., долговечность повышается с повышением количества тепловой энергии, введенной в ходе ТМО, как и в случае испытаний на свободное восстановление формы. Однако в процессе циклирования реактивное напряжения после этих обработок снижается сильнее, чем после ХП( $e=1.2$ ).

Таблица 7 – Результаты испытаний по схеме генерация-релаксация реактивного напряжения: реактивное напряжение в первом цикле  $\sigma_r^I$  (МПа), степень деградация реактивного напряжения,  $\Delta\sigma_r$  (%) и число циклов до разрушения  $N_f$

№	Обработка	$\sigma_r^I$ , (МПа)	$\Delta\sigma_r$ , (%)	$N_f$
1	ХП(0.75)	940±40	25±1	3870±700
2	ХП(1.0)	990±30	24±2	1520±470
3	ХП(1.2)	1170±50	17±2	780±150
4	ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	1110±40	20±3	1370±340
5	ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	1030±30	22±2	1820±290
6	ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	940±30	24±1	2030±200

#### Схема сверхупругого механоциклирования

Циклирование при температуре  $A_k+10^\circ\text{C}$  с деформацией 3% в каждом цикле позволило выявить особенности изменения максимального значения фазового предела текучести  $\sigma_\phi^I$ , его стабильность (деградацию  $\Delta\sigma_\phi$ ) и число циклов до разрушения  $N_f$  (таблица 8).

Максимальное среднее число циклов до разрушения  $N_f=2940$  наблюдается после ТМО по режиму ХП(1)+ПО+ТП(0.2). Более низкое среднее число циклов до разрушения  $N_f=2440$ , но при этом и максимальная средняя накопленная необратимая деформация к 1000-му циклу  $\varepsilon_{1000}=2.5\%$ , наблюдается после ТМО по режиму ХП(0.75). Значительно ниже эти показатели после ТМО по режиму ХП(1)+ПО+ХП(0.2) ( $N_f=1710$  и  $\varepsilon_{1000}=1\%$ ). Далее идет ХП(1.2) с количеством циклов до разрушения  $N_f=1680$  и наименьшей  $\varepsilon_{1000}=0.6\%$ . Наименьшую долговечность  $N_f=1360$  показали образцы после ТМО по режиму ТП(1)+ПО+ТП(0.2) при умеренной накопленной необратимой деформации 1.4 %.

Таблица 8 – Результаты испытаний по схеме сверхупругого механоциклирования сплава Ti-50.26%Ni: фазовый предел текучести в первом цикле  $\sigma_\phi^I$  (МПа); степень деградации фазового предела текучести  $\Delta\sigma_\phi$  (%); необратимая деформация накопленная к 1000-му циклу  $\varepsilon_{1000}$  (%) и число циклов до разрушения  $N_f$

№ маршрута	Обработка	$\sigma_\phi^I$ , (МПа)	$\Delta\sigma_\phi$ , (%)	$\varepsilon_{1000}$ , %	$N_f$
1	ХП(0.75)	480±22	54±2	2.5±0.1	2440±260
2	ХП(1.0)	560±10	50±6	2.5±0.1	1900±370
3	ХП(1.2)	580±30	41±3	0.6±0.1	1680±50
4	ХП(1)+ПО+ХП(0.2)	550±40	45±2	1.0±0.1	1710±190
5	ХП(1)+ПО+ТП(0.2)	520±50	53±5	2.2±0.5	2940±380
6	ТП(1)+ПО+ТП(0.2)	560±30	53±2	1.4±0.2	1360±80

В первом цикле испытания фазовый предел текучести  $\sigma_\phi^I$  одинаков для всех маршрутов ТМО с  $e=1.2$  в пределах доверительного интервала. В ходе последующего механоциклирования  $\sigma_\phi$  уменьшается. Однако после ТМО по режиму ХП(0.75)  $\sigma_\phi^I$  наименьший (480 МПа). Наибольшая стабильность  $\sigma_\phi$  наблюдается после ХП(1.2), степень деградации к 1000 циклу  $\Delta\sigma_\phi = 41\%$ , при низкой долговечности (1680 циклов). Наибольшее снижение  $\sigma_\phi$  наблюдается после ХП(0.75), 54 %, при большой долговечности (2440 циклов). Однако образец после ТП(1)+ПО+ТП(0.2) показал также высокую деградацию (53%) при минимальной долговечности (1360 цикла).

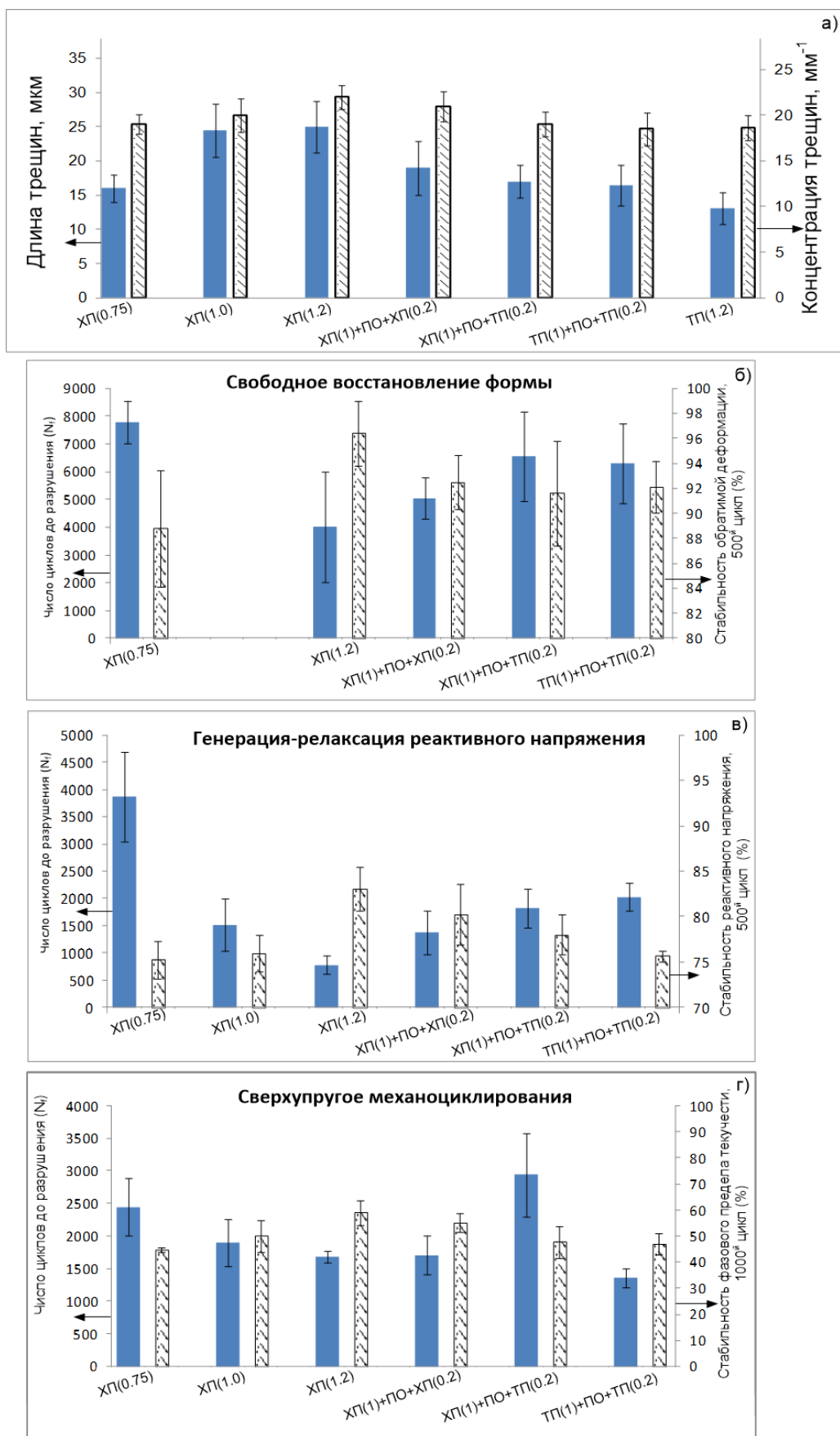


Рисунок 6 - Сопоставление характеристик микротрещин, наведенных в процессе ТМО по разным режимам (а), и усталостных функциональных свойств, полученных при испытаниях по разным схемам: (б) свободное восстановление формы, (в) генерация-релаксация реактивного напряжения, и (г) сверхупругое механоциклирование

С результатами, полученными при динамических испытаниях, хорошо коррелируют закономерности изменения характеристик трещинообразования. Так, при суммарной накопленной при ТМО истинной деформации  $e=1.2$ , ХП(1.2) наблюдается наибольшая дефектность краев наноструктурного образца, которой соответствует наименьшая долговечность, а при включении ТП и ПО, а также при уменьшении  $e$  от 1.2 до 0.75 дефектность образцов уменьшается, а число циклов до разрушения увеличивается (рисунок 6).

## Выводы

1. Закономерность формирования структуры В2-аустенита сплава Ti-50.26 ат.%Ni в результате ТМО по режимам, включающим холодную и теплую (150°C) прокатку с накопленной деформацией  $e=1.2$  и промежуточный отжиг (400°C, 1 ч), в зависимости от вклада тепловой энергии заключается в том, что чем большее количество тепловой энергии включено в процесс ТМО, тем больше доля наносубзеренной структуры по сравнению с нанокристаллической; размер зерен в нанокристаллической структуре, размер субзерен в наносубзеренной структуре и размер полигонизованных областей с наносубзеренной структурой, сформированных в ходе последеформационного отжига при 400°C, 1 ч.

2. Металлографическое исследование выявляет краевые поверхностные микротрещины, концентрация и глубина которых увеличивается с ростом степени ХП с  $e=0.75$  до  $e=1.2$  в 1.5 раза. С увеличением вклада тепловой энергии в процессе ТМО с накопленной деформацией  $e=1.2$  после ТМО по режиму ХП( $e=1$ )+ПО+ТП( $e=0.2$ ) происходит уменьшение размера микротрещин в 1.5 раза по сравнению с ХП( $e=1.2$ ).

3. Основная компонента текстуры В2-аустенита сплава Ti-50.26 ат.%Ni после ТМО по всем режимам близка к  $\{100\}<110>_{В2}$ . Относительная полюсная плотность благоприятных ориентаций  $<110>$  и  $<111>$  максимальна, а неблагоприятной  $<100>$  минимальна после ТМО по режиму ХП(1)+ПО+ТП(0.2). Отсутствие усиления текстуры аустенита после ТМО по режиму ХП(1.2) объясняется большей долей произвольно ориентированных зерен аустенита, образовавшихся при нанокристаллизации аморфной структуры в ходе последеформационного отжига.

4. Оценка ресурса обратимой деформации, достаточно полно учитывающая распределение ориентировок в аустените в текстурованном поликристалле при условии реализации только наиболее благоприятных ориентационных вариантов мартенсита, для сплава Ti-50.26 ат.%Ni после ТМО по всем режимам дает величину ресурса не менее 9.7%.

Уменьшение степени деформации при ХП с  $e=1.2$  до 0.75 так же, как и включение в схему ТМО теплой прокатки и промежуточного отжига, приводит к уменьшению теоретической величины и степени реализации ресурса обратимой деформации. Наибольшая величина обратимой деформации,  $\varepsilon_r^{\max}=8\%$ , наблюдается после ТМО по режиму ХП(1.2), обеспечивающему формирование в основном нанокристаллической структуры в В2-аустените, а наименьшая (6.7%) - после ХП(0.75), формирующего смесь наносубзеренной и нанокристаллической структур. После ТМО по остальным режимам наблюдаются промежуточные значения  $\varepsilon_r^{\max}$ . В таком же соотношении находятся значения степени реализации теоретического ресурса обратимой деформации  $\varepsilon_r^{\max}/\varepsilon_{poly}^{\max1}$  и максимальной полностью обратимой деформации  $\varepsilon_{r,I}^{\max}$ .

5. Максимальное реактивное напряжение  $\sigma_r^{\max}$  и напряжение  $\sigma_i$ , (соответствующее сопротивлению деформации при растяжении на 10%), а также сам дислокационный предел текучести, характеризующий уровень упрочнения сплава Ti-50.26%Ni, наибольшие в случае ТМО по режиму ХП(1.2), наименьшие в случае ХП(0.75) и промежуточные после ТМО по остальным режимам.

6. На величину и степень реализации ресурса обратимой деформации в поликристаллическом сплаве, по сравнению с его реализацией в благоприятно ориентированном бездефектном монокристалле Ti-Ni, влияют два основных фактора: «текстурный» и «структурный». «Текстурный» служит мерой несогласованности величин деформации внутри соседних зерен и поэтому определяет теоретический ресурс обратимой деформации  $\varepsilon_{poly}^{max1}$ . Роль «структурного» фактора (дефектности решетки) заключается в определении разности между дислокационным и фазовым пределами текучести. Поэтому в первую очередь он определяет степень реализации максимальной полностью обратимой деформации  $\varepsilon_{r,1}^{max}$  по сравнению с теоретическим ресурсом обратимой деформации. Кроме того, он влияет и на саму величину теоретического ресурса через изменение параметров решетки мартенсита. В случае образования наноструктуры сплава Ti-50.26%Ni, особенно преимущественного формирования нанокристаллической структуры, вклад структурного фактора значительно выше текстурного.

7. В условиях, обеспечивающих реализацию аномально высокой обратимой деформации, превышающей ее кристаллографический ресурс при B2→R→B19' превращении в сплаве Ti-50.7 ат.%Ni, восстановление формы происходит по механизмам сверхупругого возврата и эффекта памяти формы. Вклад сверхупругого возврата в полную обратимую деформацию достигает 6-9% в случае нанокристаллической и наносубзеренной структур B2-аустенита, когда интервал  $M_n-M_k$  значительно ниже температуры деформации, наводящей эффект памяти формы, а дислокационный предел текучести наиболее высокий. Вклад эффекта памяти формы в полную обратимую деформацию максимален и составляет 16.6 % в случае менее упрочненной мелкозернистой ( $\leq 5$  мкм) рекристаллизованной структуры аустенита и интервала  $M_n-M_k$  вблизи температуры наводящей ЭПФ деформации.

8. Наибольшая долговечность при усталостных термомеханических и механических испытаниях функциональных свойств сплава Ti-50.26 ат.%Ni по разным схемам наблюдается в случае включения теплой деформации и промежуточного отжига в схему ТМО с накопленной деформацией  $\varepsilon=1.2$ , либо уменьшения степени холодной деформации с  $\varepsilon=1.2$  до  $\varepsilon=0.75$ . Однако при этом несколько понижаются уровень функциональных свойств и их стабильность. Повышение долговечности в этом случае может быть результатом: (1) повышения сопротивления распространению трещин в наносубзеренной структуре по сравнению с нанокристаллической; (2) уменьшения размеров и концентрации трещин; (3) увеличения вклада благоприятной текстуры B2-аустенита типа  $\{100\}<110>_{B2}$ .

Основные результаты диссертационной работы изложены в следующих публикациях:

*В журналах, входящих в перечень рецензируемых российских и зарубежных научных журналов и изданий:*

1. Е.П. Рыклина, С.Д. Прокошкин, А.Ю. Крейцберг. Возможности достижения аномально высоких параметров ЭПФ сплава Ti-50.7ат.%Ni в различных структурных состояниях аустенита. Известия РАН. Серия физическая, 2013, т. 77, №11, с. 1653-1663.
2. A. Kreitchberg, V. Brailovski, S. Prokoshkin, Y. Facchinello, K. Inaekyan, S. Dubinskiy. Microstructure and functional fatigue of nanostructured Ti-50.26at.%Ni alloy after thermomechanical treatment with warm rolling and intermediate annealing. Material Science and Engineering A, 2013, V. 562, p. 118-127.
3. E.P. Ryklina, S.D. Prokoshkin, A.Yu. Kreysberg. Abnormally high recovery strain in Ti-Ni-based shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, 2013, V.577, Suppl. 1, p.S255-S258.
4. Е.П. Рыклина, И.Ю. Хмелевская, С.Д. Прокошкин, С.М. Дубинский, А.Ю. Крейцберг, В.А. Шереметьев. Получение, структура и свойства объемных наноструктурных и ультрамелкозернистых сплавов с памятью формы, 2010, Известия Вузов. Черная металлургия, № 11, с. 32-38.



5. A. Kreitchberg, V. Brailovski, S. Prokoshkin, K. Inaekyan. Influence of thermomechanical treatment on structure and crack propagation in nanostructured Ti-50.26 at.%Ni alloy. Metallography, microstructure, and analysis, 2014, V.3, №1, p. 46-57.

*В прочих изданиях:*

6. A. Kreitchberg, V. Brailovski, S. Prokoshkin, K. Inaekyan, A. Korotitskiy, S. Dubinskiy. Nanostructures Formation and Improvement of the Functional Properties of Ti-50.26 at.%Ni Alloy by Warm Rolling and Intermediate Annealing Included in the TMT Schedule. Proc. Int. Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST-2013), 2013, p. 75-76.
7. E.P.Ryklina, I.Yu. Khmelevskaya, A.Yu. Kreysberg. Elaboration, Structure and Properties of Nano-structured and Ultrafine-Structured Shape Memory Alloys. Exhibition-Seminar "Constructional Materials and Functional Coverings", Bratislava, 21-24 May 2012, pp. 14-21.
8. А.Ю. Крейцберг, В. Браиловский, С.Д. Прокошкин, Я. Факкинелло, К. Инаекян, А.В. Коротицкий, С.М. Дубинский, «Применение теплой деформации в цикле ТМО наноструктурного сплава Ti-50.26 ат. %Ni для повышения его функциональных свойств». Сб. трудов VI Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», ПРОСТ 2012, 17-19.04.2012, М.: НИТУ «МИСиС», 2012, с. 142.
9. А.Ю. Крейцберг, В. Браиловский, С.Д. Прокошкин, А.В. Коротицкий. «Исследование влияния структуры и текстуры сплава Ti-50.26 ат. %Ni при включении в цикл ТМО теплой деформации на величину обратимой деформации». Сб. трудов международного симпозиума «Физика кристаллов 2013», 28.10-02.11.13, М.: НИТУ «МИСиС», 2013, с. 127.
10. А.Ю. Крейцберг, В. Браиловский, С.Д. Прокошкин, К. Инаекян, А.В. Коротицкий. «Повышение функциональных свойств наноструктурного сплава Ti-50.26 ат. %Ni путем включения в цикл ТМО теплой деформации. Сб. материалов V-Всероссийской конференции по наноматериалам. ISBN 978-5-4253-0605-0. Звенигород. 23-27.09.13, М.: ИМЕТ РАН, 2013, с. 238-239.
11. Е.П.Рыклина, С.Д.Прокошкин, А.А.Чернавина, А.Ю.Крейцберг. Наведение аномально высокой обратимой деформации в сплавах Ti-Ni памятью формы. Матер. 50 Международного симпозиума «Актуальные проблемы прочности», Часть 1, 27.09-01.10.2010, Витебск, Беларусь, Витебск: ВГТУ, 2010, с. 66-69.