

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
«МИСиС»

На правах рукописи

КОМАРОВ ВИКТОР СЕРГЕЕВИЧ

**ДИАГРАММЫ ДЕФОРМАЦИИ, СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И
СВОЙСТВА ОБЪЕМНЫХ СПЛАВОВ Ti-Ni, ДЕФОРМИРОВАННЫХ В
ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ**

05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Доктор физико-математических наук, профессор
Прокошкин Сергей Дмитриевич

Научный консультант:
Кандидат технических наук, доцент
Хмелевская Ирина Юрьевна

Москва – 2018

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1 Аналитический обзор литературы	9
1.1 Термоупругие мартенситные превращения, эффекты памяти формы и сверхупругости в сплавах на основе Ti-Ni.....	9
1.2 Технологии получения сплавов и полуфабрикатов с памятью формы на основе Ti-Ni.....	14
1.3 Факторы, влияющие на диаграммы деформации	16
1.4 Термическая и термомеханическая обработка сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni	19
1.5 Интенсивная пластическая (мегапластическая) деформация сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni	23
1.6 Формулировка цели и задач работы	29
Глава 2 Материалы и методы исследования	31
2.1 Исследуемые сплавы	31
2.2 Проведение деформации образцов	32
2.2.1 Деформация сжатием, получение и обработка диаграмм деформации.....	32
2.2.2 Деформация на модуле <i>MaxStrain</i>	38
2.3 Подготовка образцов для исследований	41
2.4 Калориметрический анализ	43
2.5 Исследование микроструктуры и субструктуры	43
2.6 Рентгеноструктурный и текстурный анализ	45
2.7 Определение твердости.....	46
2.8 Определение функциональных свойств термомеханическим методом.....	48
Глава 3 Анализ диаграмм деформации сжатием СПФ Ti-Ni в широком интервале температур.....	51
Глава 4 Структура и свойства СПФ Ti-Ni, подвергнутых деформации сжатием и последеформационному отжигу	67
4.1 Влияние температуры деформации на твердость	67
4.2 Структурные исследования	70
4.2.1 Рентгеноструктурный анализ.....	70
4.2.2 Световая и сканирующая электронная микроскопия.....	78
4.2.3 Просвечивающая электронная микроскопия	86
4.3 Функциональные свойства после деформации и отжига	93
4.4 Рекомендации по оптимальным режимам термомеханической обработки.....	108

Глава 5 Влияние квазинепрерывной изотермической деформации по схеме <i>MaxStrain</i> и последеформационного отжига на структуру и свойства СПФ Ti-Ni	111
5.1 Предварительные исследования	111
5.2 Калориметрический анализ	117
5.3 Структурные исследования	119
5.3.1 Рентгеноструктурный анализ.....	119
5.3.2 Электронномикроскопический анализ структуры	122
5.3.3 Термомеханические условия формирования нанокристаллической структуры в объемных образцах СПФ Ti-Ni	128
5.3.4 Анализ кристаллографической текстуры	129
5.4 Механические и функциональные свойства	132
Выводы	134
Список использованных источников	136
Приложение А	149
Приложение Б.....	150
Приложение В.....	153

Введение

В настоящее время сплавы с памятью формы (СПФ) на основе Ti-Ni входят в число перспективных, активно развивающихся функциональных материалов. Усложнение конструкций и интеллектуальных устройств, действующих на основе эффекта памяти формы (ЭПФ), влечет за собой повышение требований к комплексу свойств СПФ Ti-Ni [1-6].

Известно, что наилучший комплекс свойств СПФ Ti-Ni можно получить при формировании в сплаве полностью нанокристаллической (НК) структуры с размером зерна менее 100 нм. Такая структура была сформирована в тонких сечениях, но ее до настоящего времени не удалось получить в объемных заготовках этих сплавов [7].

Одной из технологических схем интенсивной пластической (мегапластической) деформации объёмных образцов является равноканальное угловое прессование (РКУП). Но до настоящего времени в СПФ Ti-Ni методом РКУП при температурах 350-400 °С удалось сформировать только субмикрокристаллическую структуру, не обеспечивающую достижение наиболее высокого комплекса функциональных свойств. Невозможность получения НК структуры с помощью традиционных схем РКУП связана с частичным разупрочнением материала в процессе промежуточных подогревов между проходами [8].

Решить эту проблему можно поиском новых схем, позволяющих проведение деформации в изотермических условиях в квазинепрерывном режиме, а также использованием комбинированных обработок.

Сложность определения оптимальных режимов деформации СПФ Ti-Ni заключается в отсутствии данных о диаграммах деформации и формирующейся структуре данных сплавов при температурах ниже 600 °С, что не позволяет в полной мере оценить возможности их практического применения, в том числе с точки зрения технологичности [9, 10].

Получение кривых течения в широком интервале температур деформации от 20 до 900 °С позволит определить оптимальные режимы деформации СПФ Ti-Ni технического и медицинского назначения для формирования в них НК или другой заданной структуры и реализации высокого комплекса функциональных свойств, а также технологические параметры деформации, определяющие наилучшие ее условия с точки зрения оптимизации нагрузки на оборудование.

Для исследования возможности проведения и особенностей деформации в изотермических условиях при пониженных температурах, актуальность которого следует из проведенного анализа и необходимости получения объемных образцов СПФ Ti-Ni с НК структурой, целесообразно использовать метод экспериментального моделирования на модуле *MaxStrain* многофункционального комплекса *Gleeble*.

Исходя из вышесказанного, была сформулирована **цель настоящей работы:**

Изучить особенности и закономерности деформационного поведения, структурообразования и формирования функциональных свойств сплавов Ti-Ni с памятью формы при термомеханической обработке (ТМО) в широком интервале температур, скоростей и степеней деформации; получить с помощью многоосевой деформации по схеме *MaxStrain* нанокристаллическую структуру в объемных образцах СПФ Ti-Ni и обеспечить соответствующее улучшение комплекса их функциональных свойств.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи:**

1 Построить диаграммы деформации сжатием нестареющих и стареющих СПФ Ti-Ni в широких интервалах температур (20-900 °C), скоростей ($\dot{\epsilon} = 0,1-5 \text{ с}^{-1}$) и степеней (до $\epsilon = 0,9$) деформации, определить их параметры и проанализировать закономерности изменения.

2 Изучить закономерности изменений структуры и фазового состава нестареющих и стареющих СПФ Ti-Ni, определенных при комнатной температуре после деформации сжатием в разных деформационно-температурных условиях.

3 Определить механические (твердость) и функциональные свойства СПФ Ti-Ni после деформации сжатием в разных деформационно-температурных условиях.

4 Исследовать влияние последеформационного отжига (ПДО) на структуру, фазовый состав, механические и функциональные свойства СПФ Ti-Ni, деформированных по разным режимам.

5 Определить оптимальные с точки зрения технологических и функциональных свойств режимы деформации и последеформационного отжига СПФ Ti-Ni общетехнического и медицинского назначения для формирования в них нанокристаллической или другой заданной структуры и реализации высокого комплекса функциональных свойств.

6 Провести квазинепрерывную пластическую деформацию в изотермических условиях на модуле многоосевой деформации *MaxStrain*, входящем в состав комплекса *Gleeble*, для получения ультрамелкозернистой структуры СПФ Ti-Ni.

7 Провести комплексное исследование структуры, фазовых превращений и функциональных свойств СПФ Ti-Ni, подвергнутых термомеханической обработке, методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии, калориметрии, измерения твердости и термомеханических функциональных испытаний.

8 Исследовать влияние последеформационного отжига при температуре деформации, необходимого для задания формы готового изделия, на структуру и свойства СПФ Ti-Ni.

9 Разработать рекомендации для совершенствования технологии термомеханической обработки объемных заготовок СПФ Ti-Ni, позволяющей получить в них нанокристаллическую структуру и значительно повысить функциональные свойства.

Научная новизна работы:

1 Впервые построены, описаны и проанализированы диаграммы деформации сплавов Ti-Ni с памятью формы двух основных подклассов: нестареющего Ti-50,0 ат.% Ni и стареющего Ti-50,8 ат.% Ni, – при ТМО в широких интервалах температур, скоростей и степеней деформации.

2 Определены температурные области развития динамических процессов разупрочнения (возврата, полигонизации и рекристаллизации) при деформации сжатием в широких интервалах температур, скоростей и степеней деформации и соответствующие изменения функциональных свойств СПФ Ti-Ni.

3 Определено влияние различных режимов квазинепрерывной изотермической деформации по схеме *MaxStrain* на формирование структуры и функциональных свойств объемных СПФ Ti-Ni.

4 Впервые получена нанокристаллическая структура (средний размер элементов структуры 55 ± 10 нм) в объемных образцах СПФ Ti-Ni методом деформации по схеме *MaxStrain*, обеспечившая наиболее высокие обратимую деформацию и степень восстановления формы.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1 Выявлены способ и условия деформации, позволяющие сформировать нанокристаллическую структуру в объемных образцах СПФ Ti-Ni.

2 Разработаны режимы ТМО для формирования заранее заданной структуры и высокого уровня функциональных свойств в СПФ Ti-Ni.

3 Результаты работы использованы при оптимизации технологии производства прутков СПФ Ti-Ni с повышенным уровнем свойств в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (акт об использовании результатов представлен в приложении А).

Методология и методы исследования

Для исследования эволюции структуры и свойств СПФ Ti-Ni, подвергнутых деформации на установках *WUMSI* и *Gleeble*, использовали комплекс современных методов анализа структуры и фазовых превращений (электронномикроскопические,

рентгенографические и калориметрические исследования), механических и функциональных свойств. При обработке экспериментальных данных использовали статистические методы.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту:

- 1 Диаграммы деформации нестареющих и стареющих сплавов с памятью формы Ti-Ni в широких интервалах температур и скоростей деформации сжатием.
- 2 Установленные температурные области развития динамических процессов разупрочнения и условия достижения установившейся стадии деформации СПФ Ti-Ni.
- 3 Общие закономерности влияния последеформационного отжига на структуру и способность к формовосстановлению СПФ Ti-Ni.
- 4 Термомеханические условия квазинепрерывной изотермической деформации по схеме *MaxStrain* для формирования ультрамелкозернистой, в том числе нанокристаллической структуры в объемных образцах СПФ Ti-Ni.
- 5 Достижение максимально высоких для эквиатомного сплава Ti-Ni значений обратимой и полностью обратимой деформации в объемных нанокристаллических образцах в результате деформации *MaxStrain*.

Степень достоверности полученных результатов обеспечена использованием современного аналитического и испытательного оборудования, объемом экспериментальных данных и их статистической обработкой, а также комплексным подходом к решению поставленных задач, основанным на применении современных взаимодополняющих методов исследований, отсутствием противоречий установленных закономерностей основным положениям теоретического металловедения и имеющимся литературным данным.

Апробация работы

Основные результаты работы были представлены на следующих научно-технических конференциях: конгрессе «Процессы пластического деформирования авиакосмических материалов. Наука, технология, производство», Самара, 2017 г.; VII-ой Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 2017г.; 5-ом и 6-ом Международном семинаре «Металлические биоматериалы», Москва, 2017 г.; XIV Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (с международным участием), Москва, 2015 и 2017 гг.; Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», Москва, 2014, 2016 г.; Международной научной конференции «Сплавы с эффектом памяти формы»,

Санкт Петербург, 2016 г.; VII-ой и VIII-ой Евразийской научно-практической конференции «ПРОСТ», Москва, 2014 и 2016 гг., 5-ой Международной конференции «Умные и многофункциональные материалы, конструкции и системы CIMTEC», Перуджа, Италия, 2016г.; Европейском симпозиуме по мартенситным превращениям ESOMAT, Антверпен, Бельгия, 2015 г.; 6-ой Международной конференции по наноматериалам полученными интенсивной пластической деформацией NanoSPD 6, Мец, Франция, 2014 г. и др.

Работа выполнялась в соответствии с тематическими планами НИОКР университета по ряду проектов, в том числе:

- ФЦП № 14.575.21.0094 2014–2016 гг. «Разработка методов получения адаптивных композиционных наноматериалов на основе обладающего свойствами памяти формы нитинола медицинского и общетехнического назначения»;
- Государственное задание №11.1495.2017/ПЧ 2017–2019 гг. «Разработка технологических основ получения объемных наноструктурных полуфабрикатов сплавов Ti-Ni с повышенными свойствами памяти формы методами квазинепрерывной интенсивной деформации».

Публикации

Основное содержание диссертации опубликовано в 28 печатных работах, в том числе 7 в изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах Web of Science и/или Scopus, оформлено 3 ноу-хау.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и трех приложений. Работа изложена на 153 листах формата А4, содержит 78 рисунков и 13 таблиц. Список использованных источников включает 160 наименований.

Личный вклад

Основные результаты, изложенные в диссертации и в научных публикациях по теме работы, получены лично автором. Он принимал непосредственное участие в определении цели, постановке задач, проведении экспериментальных исследований, анализе полученных результатов, формулировке основных положений и выводов, а также написании статей.

Руководство работой осуществляли научный руководитель д.ф.-м.н., профессор С.Д. Прокошкин и научный консультант к.т.н., доцент И.Ю. Хмелевская (НИТУ «МИСиС»). Часть экспериментальных работ была выполнена в ТУ «Фрайбергская горная академия» (Германия) при поддержке д-р инж., профессора Р. Каваллы и д-р инж. Г. Корпалы.

Глава 1 Аналитический обзор литературы

1.1 Термоупругие мартенситные превращения, эффекты памяти формы и сверхупругости в сплавах на основе Ti-Ni

В основе эффектов памяти формы (ЭПФ) лежит термоупругое мартенситное превращение (ТУМП), впервые открытое на сплавах системы Cu-Al-Ni Г.В. Курдюмовым и Л.Г. Хандросом в 1948 году [11]. ТУМП представляет собой бездиффузионное фазовое превращение высокотемпературной фазы с высокой симметрией кристаллической решетки (аустенит) в низкотемпературную фазу с низкой симметрией кристаллической решетки (мартенсит), являющееся одновременно фазовым превращением I рода и геометрически высокообратимым процессом [12-14]. ТУМП протекает за счет быстрого согласованного перемещения (сдвига) атомов на небольшие расстояния, не превышающие межатомные [15]. Химический состав и дефектность кристаллической решетки остаются неизменными при протекании превращения [16]. При ТУМП первоначально образовавшиеся кристаллы растут при понижении температуры со скоростью, соответствующей скорости охлаждения. Рост мартенситных кристаллов происходит до тех пор, пока сохраняется когерентная структурная связь между решетками обеих фаз: сохраняются порядок и соответствие в расположении атомов по обе стороны границы растущего кристалла [12, 14]. Стимулом для протекания прямого мартенситного превращения (МП) может быть уменьшение температуры или увеличение механического напряжения, однако закономерности формирования мартенсита при свободном охлаждении и под нагрузкой существенно различаются [17]. Зарождение и рост кристаллов мартенситной фазы при охлаждении протекает следующим образом: сначала образуются крупные мартенситные пластины в пределах границ зерен, затем расстояние между ними заполняется мелкими пластинами до тех пор, пока начальная фаза не исчезнет и превращение не закончится (рисунок 1). Отличительной особенностью ТУМП является плавность и реверсивность образования пластин при изменении внешнего фактора: при медленном увеличении температуры пластины мартенсита постепенно уменьшаются в размерах, а затем полностью исчезают в обратном порядке.

ЭПФ заключается в том, что сплав, продеформированный выше кажущегося предела текучести, обладает способностью к полному или частичному возврату своей исходной формы после снятия напряжений или в результате нагрева выше температуры конца обратного МП. Явление незамедлительного восстановления формы после снятия нагрузки при температуре деформации получило название сверхупругости (СУ), а требующее дополнительный нагрев – эффект памяти формы [3, 18, 19].

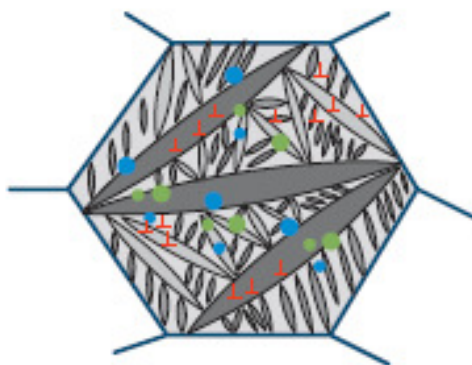


Рисунок 1 – Образование пластин мартенсита в теле зерна [17]

Для сплавов с памятью формы (СПФ) характеристическими являются температуры начала (M_s / M_n) и конца (M_f / M_k) прямого МП, температуры начала (A_s / A_n) и конца (A_f / A_k) обратного МП (рисунок 2).

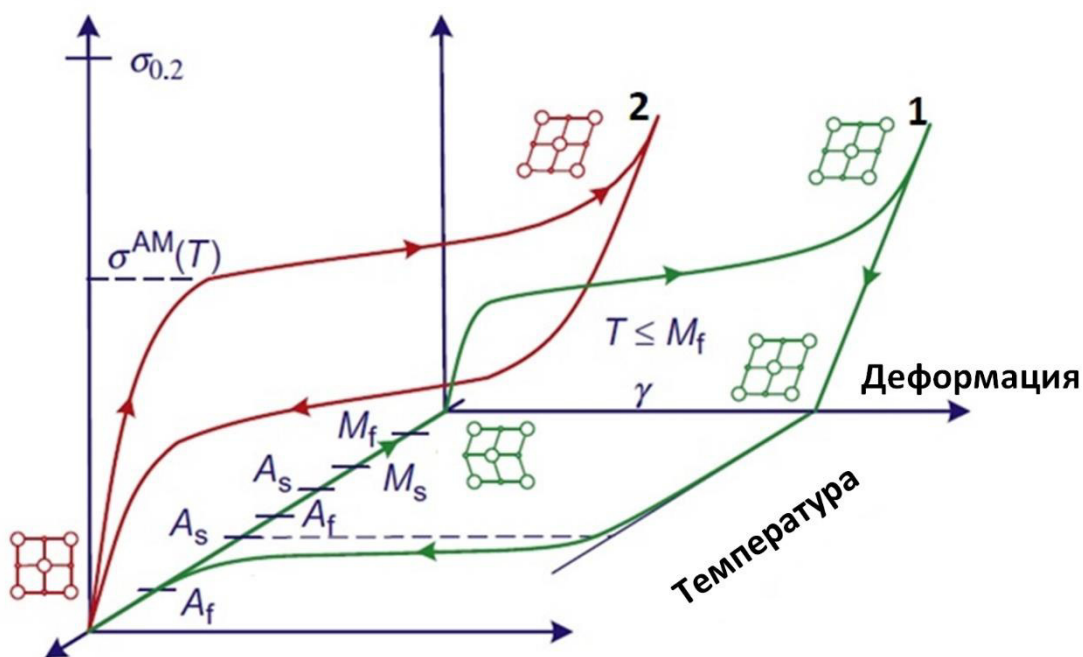


Рисунок 2 – Условия протекания одностороннего ЭПФ (петля 1) и СУ (петля 2) [16]

Если деформацию наводить в температурной области M_s - A_s , то при приложении механического напряжения деформация осуществляется за счет образования ориентированного мартенсита напряжений в аустените. В связи с тем, что мартенсит стабилен при температуре деформации меньше A_s , то после упругой разгрузки деформация не восстановится и для начала восстановления формы потребуется нагрев до температуры A_s , при которой начнется обратное мартенситное превращение и восстановление формы (необратимый ЭПФ). При деформации в области A_f - M_s^σ и последующей упругой разгрузке в

изотермических условиях произойдет восстановление формы, так как при температуре деформации термодинамически стабильной является высокотемпературная фаза, а не образованный в результате деформации мартенсит напряжений (СУ). Обратимый (двухсторонний) эффект памяти формы заключается в изменении формы при термоциклировании через интервал мартенситных превращений. Обратимый ЭПФ реализуется многократно, что обусловлено наличием ориентированных полей напряжений, управляющих прямым мартенситным превращением (рисунок 2).

На рисунке 3 отмечены температуры M_s^σ , M_d и напряжения $\sigma_y(M)$, $\sigma_y(A)$, $\sigma_{cr}(M)$ и $\sigma_{tr}(A)$. M_s^σ – температура, ниже которой возможно образование «мартенсита напряжения», нестабильного при температуре выше температуры конца обратного МП (A_f), за счет действия механического напряжения. M_d – температура, ниже которой возможно образование «мартенсита деформации» в процессе пластической деформации, выше температуры M_d образование мартенсита невозможно. $\sigma_y(M)$ и $\sigma_y(A)$ – предел текучести мартенсита и аустенита, $\sigma_{cr}(M)$ и $\sigma_{tr}(A)$ – критическое напряжение переориентации и образования мартенсита.

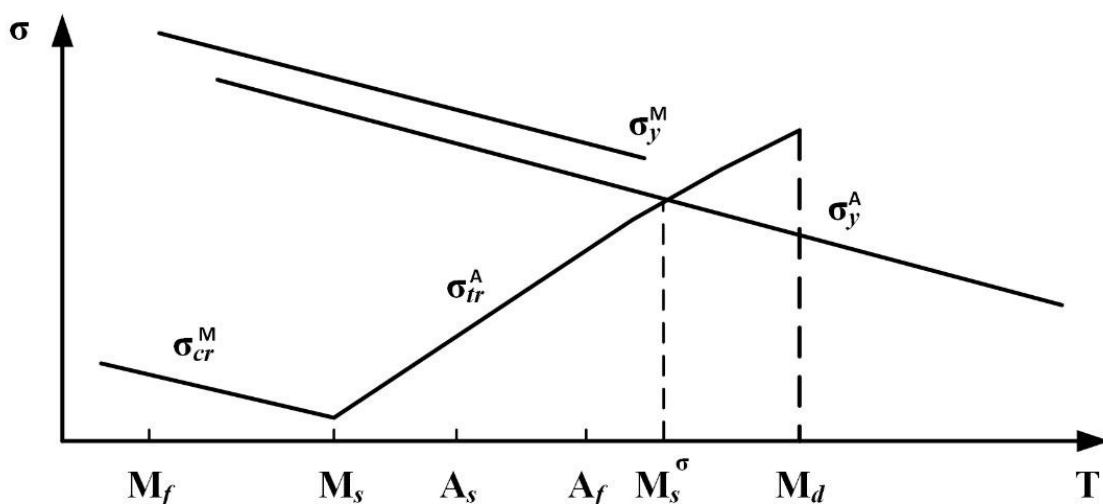


Рисунок 3 – Характеристические температуры МП и критические напряжения [20]

По достижении обычных пределов текучести мартенсита $\sigma_y(M)$ и аустенита $\sigma_y(A)$, начинается пластическая деформация по дислокационному механизму, а по достижении критических напряжений $\sigma_{cr}(M)$ и $\sigma_{tr}(A)$ деформация набирается за счет переориентации существующего мартенсита охлаждения или образования благоприятно ориентированного мартенсита напряжений. В СПФ пластической деформации предшествует деформация, протекающая за счет таких структурных механизмов как образование, двойникование и переориентация мартенсита [17]. Неупругая деформация набирается до тех пор, пока не

исчерпается ресурс деформации МП, после чего происходит упругая, а затем необратимая пластическая деформация.

В 1964 году В.Д. Бюхлер и Ф.В. Вэнг открыли ЭПФ на сплаве системы Ti-Ni. Данные сплавы обладают высокими прочностными и пластическими характеристиками, предельными значениями восстанавливаемой деформацией, значительным реактивным напряжением, хорошей коррозионной стойкостью, технологичностью и сравнительно невысокой стоимостью. Все эти свойства сделали их одними из наиболее используемых СПФ.

Из фазовой диаграммы (рисунок 4) видно, что интерметаллидная фаза TiNi существует в широком температурном интервале, а ширина области существования фазы TiNi повышается от менее чем 1 до 6 ат.% при нагреве до 1118 °С сначала в сторону обогащения титана, а затем никеля. Степень дальнего порядка принимает высокое значение (0,8-1), но незначительно уменьшается при нагреве до температуры выше 1000 °С.

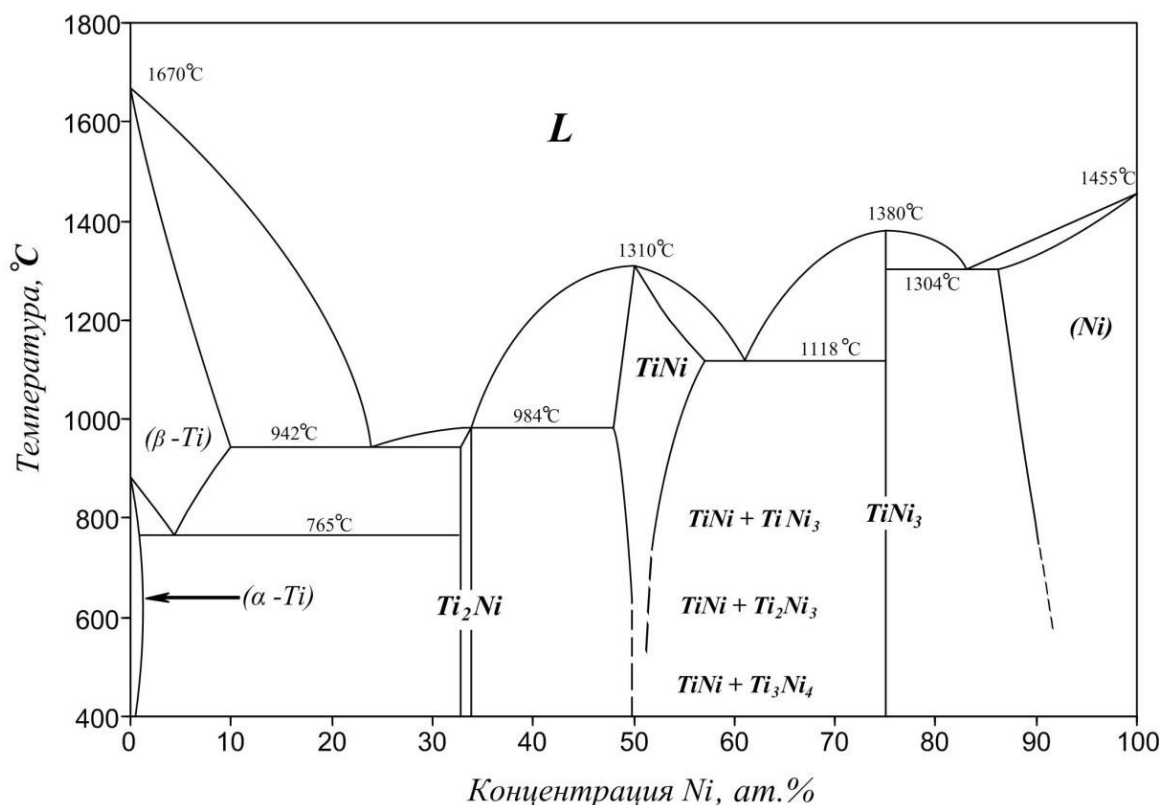


Рисунок 4 – Диаграмма фазового равновесия системы Ti-Ni [14]

Основными фазами никелида титана являются B2-аустенит, B19'-мартенсит и R-фаза (рисунок 5). В зависимости от состава в TiNi околоэквиатомного состава могут выделяться избыточные фазы: Ti₃Ni₄, TiNi₃, Ti₂Ni₃ и Ti₂Ni. В аустенитном высокотемпературном состоянии сплавы Ti-Ni в пределах области гомогенности имеют ОЦК решетку, упорядоченную по типу B2 (CsCl) и являются твердыми растворами замещения

($a_{B2} \approx 0,301$ нм) [14, 21]. При высоких температурах в сплавах обогащенных титаном выделяется избыточная фаза Ti_2Ni со сложной ГЦК структурой типа Fe_4W_2C ($a \approx 1,133$ нм). При увеличении концентрации никеля в матрице образуется избыточная фаза $TiNi_3$ с гексагональной структурой типа DO_{24} ($a = 0,509$ нм, $c = 0,827$ нм, $c/a = 1,625$). В «заникеленных» сплавах также имеют место избыточные фазы Ti_2Ni_3 с тетрагональной структурой ($a = 0,440$ нм и $c = 1,353$ нм) и Ti_3Ni_4 с ромбоэдрической решеткой ($a = 0,660$ нм, $\alpha = 113,7^\circ$). При наличии в «заникеленных» сплавах даже незначительного количества кислорода, образуется соединение $Ti_4Ni_2O_x$, имеющее идентичный соединению Ti_2Ni тип кристаллической структуры ($a = 1,132$ нм) [3, 22, 23]. В19'- мартенсит имеет орторомбическую решетку с моноклинным искажением ($a = 0,290$ нм, $b = 0,440$ нм, $c = 0,460$ нм, $\beta = 97^\circ$). R-фаза имеет ромбоэдрическую решетку, которая получается при растяжении решетки B2 вдоль оси $\langle 111 \rangle$ и сжатии в перпендикулярном направлении ($a = 0,9$ нм, $\alpha = 89-89,5^\circ$).

МП могут протекать в одну стадию без превращения аустенита в R-фазу, с почти одновременным превращением аустенита в R-фазу и мартенсит или в две отдельные стадии.

После отжига в сплавах Ti-Ni эквиатомного или «затитаненного» состава МП происходит в один этап ($B2 \rightarrow B19'$), либо начинается с образования моноклинной решетки B19' и продолжается в двухфазной области формированием ромбоэдрической мартенситной фазы R, при охлаждении формируется моноклинная структура B19'. При легировании или отклонении состава от эквиатомного M_s и T_R заметно разделяются, поэтому МП реализуется последовательно.

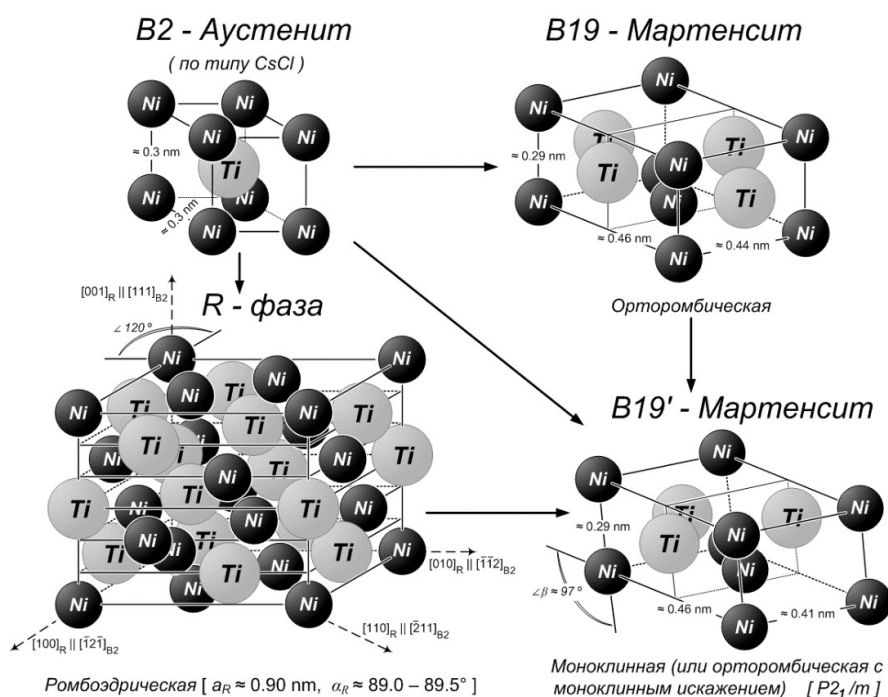


Рисунок 5 – Кристаллические решетки характерных фаз сплава Ti-Ni [24, 25]

Прямое МП начинается с превращения В2-аустенита в R-фазу, которая затем превращается В19'-мартенсит. Таким образом, в сплавах Ti-Ni, обогащенных никелем (или легированных железом, кобальтом, алюминием и т.д.) реализуется превращение $B2 \rightarrow R \rightarrow R + B19' \rightarrow B19'$ ($T_r > M_s$). В многокомпонентных сплавах, легированных палладием, платиной, золотом и медью протекает цепочка МП $B2 \rightarrow B19 \rightarrow B19'$. Важно отметить, что фазовые превращения В2-аустенита в сплавах Ti-Ni сопровождаются уникальным неупругим поведением [17]. По мере приближения к точке фазового перехода В2-аустенита в В19'-мартенсит наблюдается особый характер изменения упругих свойств В2-решетки. Перед МП происходит «размягчение» независимых модулей упругости c_{11} , c_{12} , c_{44} и их комбинаций, отвечающих за определенные системы сдвига в ОЦК решетке. В сплавах Ti-Ni из-за сильного размягчения модуля упругости c_{44} фактор упругой анизотропии, который выступает в роли критерия неустойчивости кристаллической решетки, падает, достигая чрезвычайно низких значений к моменту МП. То есть вблизи температуры M_s проявляется такое снижение упругих констант, при котором решетка становится «мягкой» практически во всех основных кристаллографических системах сдвига. Температурная область, охватывающая температуру M_s , называется температурным интервалом легкой деформации. Неупругая деформация «заникеленных» сплавов Ti-Ni в этом интервале может начинаться при напряжениях менее 50 МПа [26].

1.2 Технологии получения сплавов и полуфабрикатов с памятью формы на основе Ti-Ni

Технология получения СПФ на основе Ti-Ni является одним из определяющих факторов формирования структуры и комплекса функциональных свойств. Важной научно-технической задачей является получение сплава заданного химического состава с наименьшим содержанием вредных примесей.

Как правило данные сплавы получают методами литья (электродуговой или индукционной плавкой в вакууме или в инертной атмосфере аргона/гелия [27, 28]) и порошковыми технологиями (самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [29, 30], спекания [31, 32] и металлургии гранул [33]). Каждый из перечисленных способов имеет свои преимущества и недостатки, определяется требованиями к свойствам конечного продукта.

Наибольшее распространение получил комбинированный способ плавки, при котором вначале плавка производится в вакуумной гарнисажной печи, а затем вторично переплавляют

в электродуговой вакуумной печи. Масса слитков, полученных таким образом может достигать одной тонны. Необходимость плавки в вакууме или в атмосфере инертного газа обусловлена тем, что в жидком состоянии никелид титана легко поглощает газы и взаимодействует со многими веществами. Использование расходного электрода, исключает попадание углерода или вольфрама в сплав. При кристаллизации в слитке возникают ликвационные неоднородности, приводящие к выделению по границам зерен фаз типа $TiNi_3$, Ti_2Ni , $Ti_4Ni_2O_x$, TiC и др. Наличие газовых примесей (O, N, H, C и др.) в сплавах Ti-Ni в значительной степени определяется их содержанием в исходных материалах и практически не изменяется с увеличением числа переплавов. При использовании высокочистых компонентов: рафинированной титановой губки или йодидного титана в массивных слитках при затвердевании возможно обеспечение однородности состава в разных его участках в пределах $\pm 0,025$ ат.% [23].

Методы порошковой металлургии применяют как для получения заготовок с различной степенью пористости (30-60 % пор), так и сплошных заготовок. Такие заготовки обладают более низким уровнем пластических свойств из-за высокого содержания газовых примесей и охрупчивающих фаз на их основе [34, 35].

Полученные после выплавки слитки, в зависимости от требуемого сортамента готового продукта, подвергают механической обработке (обточке на токарных станках) и обработке давлением. При использовании традиционных технологических схем обработки металлов давлением (ОМД) никелид титана обычно подвергается деформации при температурах от 700 до 900 °С. Нижняя граница обусловлена силовыми возможностями используемого оборудования, а верхняя – развитием процессов окисления и охрупчивания поверхностного слоя заготовки.

Для производства длинномерных заготовок СПФ Ti-Ni в зависимости от выбранного технологического режима используют различные способы ОМД: горячую прокатку обжатием 10-20 % за проход, ротационную ковку, волочение и др. ОМД при пониженных температурах сопровождается проведением промежуточных отжигов с целью уменьшения уровня деформационного наклепа заготовки. В зависимости от требований, предъявляемых к конечному продукту, используют одну или комбинацию из схем ОМД. Правку готовой продукции при необходимости производят на растяжных или роликовых правильных машинах [36-39].

Использование эффективной технологии производства СПФ Ti-Ni позволяет производить высококачественную продукцию с высоким уровнем специальных свойств.

1.3 Факторы, влияющие на диаграммы деформации

При разработке технологических схем ОМД и обоснованного выбора режимов ТМО целесообразно использовать диаграммы деформации сплава, поскольку определенной стадии диаграммы деформации отвечает определенный тип субструктуры в идентичных условиях деформации [10]. Сведения о сопротивлении деформации сплавов на основе Ti-Ni в литературе были представлены в ограниченном температурном интервале 600-1100 °С [9]. Развитие технологий и применений новых схем ТМО (включающих методы интенсивной пластической деформации (ИПД) при более низких температурах: 350-500 °С) дают основание полагать, что к настоящему времени назрела необходимость получения диаграмм деформации в более широком температурном интервале.

Сопротивление деформации – напряжение, вызывающее пластическую деформацию материала при определенных термомеханических условиях, является одной из важнейших характеристик металлов и сплавов, определяющих энергосиловые параметры процессов ОМД [40-42]. Значения сопротивления деформации определяются как химическим составом сплава, так и условиями технологического процесса: степенью, скоростью и температурой деформации [43-46]. Для оптимизации технологических процессов ОМД необходимо изучение характера течения металла. Графически представленная зависимость сопротивления деформации (напряжения течения) от степени деформации, отражающая характер течения металла, называется кривой течения.

На рисунке 6 представлены несколько типов кривых течения: с отсутствием максимального значения напряжения σ_{max} и без установившейся стадии (1); с максимальным напряжением σ_{max} , после которого происходит уменьшение напряжения течения при увеличении степени деформации до напряжения $\sigma_{уст}$, по достижении которого появляется установившаяся стадия (2); с напряжением $\sigma_{уст}$, по достижении которого появляется установившаяся стадия (3).

Характер течения металла определяется интенсивностью протекания динамических процессов упрочнения и разупрочнения (возврат, полигонизация и рекристаллизация). Рост напряжения при увеличении степени деформации свидетельствует о преимущественном протекании процессов упрочнения, установившаяся стадия свидетельствует об одинаковой интенсивности процессов упрочнения и разупрочнения [44, 46].

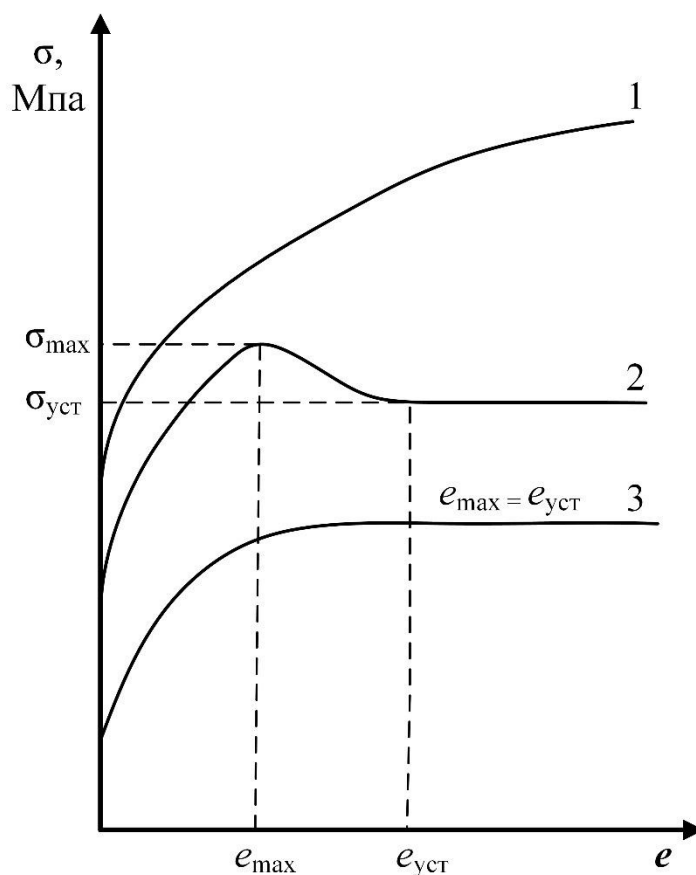


Рисунок 6 –Типичный вид кривых течения в зависимости от условий деформации

Как уже было упомянуто, температура, скорость и степень деформации являются основными факторами, влияющие на сопротивление деформации.

Температура деформации оказывает на напряжение течения наибольшее влияние: с повышением температуры деформации происходит не только снижение значений сопротивления деформации, но и может изменяться характер кривых. Чем выше температура, тем меньше сопротивление деформации. Это объясняется увеличением подвижности атомов при повышении температуры и ослабеванием когезии между молекулами. В зависимости от температуры деформации может происходить, как динамическая полигонизация, так и динамическая рекристаллизация.

Скорость деформации также оказывает значительное влияние на сопротивление деформации: с увеличением скорости деформации уменьшается время протекания процесса рекристаллизации и, следовательно, увеличивается упрочнение. Однако одновременно с повышением скорости деформации происходит увеличение количества выделяющейся в металле в момент деформирования теплоты, которая не успевает рассеяться в окружающую среду. Она вызывает дополнительный разогрев металла, а увеличение температуры сопровождается снижением сопротивления металла деформированию. Увеличение

сопротивления деформации с ростом скорости деформации хорошо согласуется с дислокационной теорией упрочнения. К общим факторам, повышающим сопротивление деформации с увеличением скорости, относятся: увеличение сил внутреннего трения; повышение плотности дислокации и точечных дефектов; уменьшение влияния тепловых флуктуаций и изменение механизма деформации [45].

Напряженное состояние в металле, возникающее в реальных условиях на производстве, как правило, является достаточно сложным. Промышленные процессы ОМД обычно моделируют испытаниями на растяжение, кручение и сжатие.

Испытания на растяжение не позволяют достигать больших степеней деформаций, так как у большинства материалов уже при $\epsilon = 0,15-0,3$ образуется шейка, приводящая к значительной неоднородности и изменению скорости деформации.

Испытания на кручение позволяют получать кривые течения до очень больших степеней деформаций, однако для данной схемы характерен недостаток, ограничивающий ее применение – неоднородность деформации по сечению (значения степени и скорости деформации уменьшаются от максимальных на поверхности до минимальных в центре образца).

Наиболее распространенным является испытание на сжатие, при котором возможно достижение величины истинной деформации более 2. Как правило, для уменьшения «бочкообразования» и вероятности перекоса при деформации используют цилиндрические образцы с соотношением диаметра к высоте равного 1:2. При изготовлении образцов высокие требования предъявляются к перпендикулярности торцов к оси. Для уменьшения влияния контактных сил трения, приводящих к возникновению высоких растягивающих напряжений на поверхности сжатого образца, используются различные смазки (на основе графита, нитрида бора и др.) [47].

Полученные, в результате испытаний на сжатие, диаграммы деформации позволяют сделать вывод о процессах упрочнения и разупрочнения, протекающих в металле, могут быть использованы при моделировании процессов ОМД и оптимизации технологии производства.

1.4 Термическая и термомеханическая обработка сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni

Большинство функциональных свойств СПФ на основе Ti-Ni (температурный интервал восстановления формы (ТИВФ), способность формовосстановления, развиваемые реактивные напряжения и др.) являются структурно-чувствительными. Величина обратимой деформации также зависит от текстуры деформации и отжига, которая обуславливает анизотропию ЭПФ. Использование различных схем термической (ТО), термомеханической обработок (ТМО) и их комбинаций даёт возможность формировать требуемую структуру и фазовый состав и, таким образом, регулировать комплекс специальных свойств данных сплавов [3].

У «заникеленных» сплавов Ti-Ni наблюдается большая чувствительность температур и последовательности МП, а также свойств к ТО и ТМО [12]. Это обусловлено выделением избыточных фаз, оказывающих упрочняющее и дестабилизирующее или стабилизирующее воздействие на B2-аустенит [48]. У сплавов Ti-Ni эквиатомного состава эта зависимость менее выражена, что обусловлено видом диаграммы состояния (рисунок 4). Стоит также отметить, что сплавы эквиатомного состава более склонны к фазовому наклепу, что связано более низкими значениями предела текучести.

По восприимчивости к ТО и ТМО сплавы системы Ti-Ni можно разделить на две группы: содержащие Ti- 49,5...50,2 ат.% Ni и содержащие более 50,6 ат.% Ni, где высокотемпературная фаза претерпевает многостадийный диффузионный распад [49]. В связи с тем, что фазовый состав первой группы практически не чувствителен к ТО, то управление его функциональными свойствами возможно путем ТМО [50-54] и термоциклической обработки [19, 55, 56] при котором происходит изменение структурного состояния B2-фазы.

Термическая обработка

Применительно к сплавам на основе Ti-Ni основными видами термообработки принято считать закалку, отжиг, старение и термоциклирование [3, 20].

Закалка сплавов первой группы включает в себя нагрев до температур существования стабильной рекристаллизованной B2-фазы (рисунок 4), выдержку и охлаждение со скоростью, достаточной для фиксации высокотемпературного структурного состояния к моменту начала мартенситного превращения [13, 57]. Это способствует полному или частичному устранению деформационной предыстории сплава, его «смягчению» и гомогенизации. Такая обработка, формирующая структуру рекристаллизованного аустенита, часто используется в качестве контрольной обработки [58-60]. В качестве оптимального температурного интервала нагрева

под закалку обычно используют 700-900 °С, при этом размер зерен В2-аустенита не превышает 50 мкм [13].

При закалке сплавов второй группы высокая скорость охлаждения играет более значимую роль: при температуре 600 °С и ниже из В2-аустенита может выделиться избыточная фаза, приводящая к неуправляемому изменению характеристических температур МП и свойств.

Закалка из расплава вносит большие изменения в фазовый состав и структуру. Функциональные характеристики сплавов, подвергнутых такой обработке достаточно высоки из-за возникающей преимущественной ориентировки и измельчения зерен, а интервал МП снижен из-за увеличенной дефектности структуры [61-65].

Получение сплавов с требуемым интервалом МП возможно за счёт точного контроля химического состава, режимов ТМО и, в случае стареющих сплавов второй группы, с помощью старения. Это связано с тем, что критические температуры МП «заникеленных» сплавов имеют выраженную зависимость от концентрации никеля (рисунок 7) [25, 66].

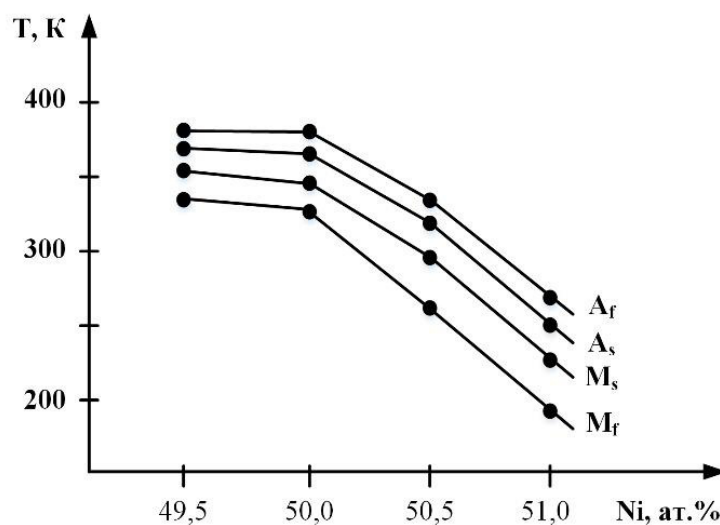


Рисунок 7 – Зависимость критических точек прямого и обратного мартенситного превращений в бинарных сплавах Ti-Ni, закаленных от 800 °С в воде

При старении формирование комплекса свойств происходит под воздействием следующих факторов:

- изменение в твёрдом растворе и дефектной структуре;
- возникновение ориентированных полей внутренних напряжений в связи с выделением частиц, когерентных с матрицей;
- релаксация внутренних напряжений из-за нарушения когерентности при росте частиц.

Выделение избыточных фаз происходит в следующей последовательности: метастабильная Ti_3Ni_4 переходит в метастабильную Ti_2Ni_3 , а затем в стабильную $TiNi_3$ (рисунок 8) [12, 14, 67]. При этом происходит постепенное обеднение В2-матрицы никелем, возникновение полей ориентированных напряжений на стадии предвыделения и когерентного выделения, что ведет к изменению всего комплекса свойств сплава.

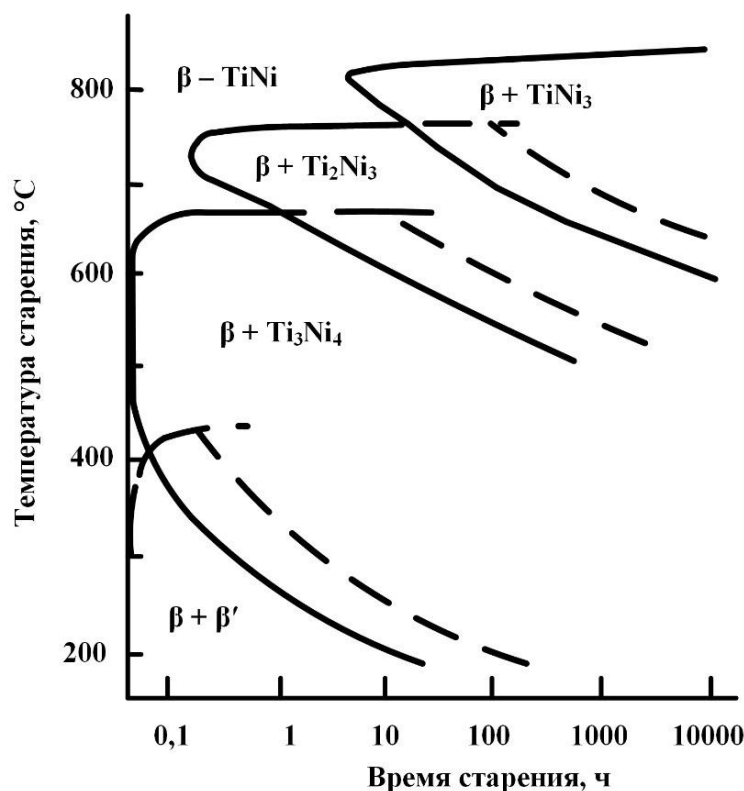


Рисунок 8 – Диаграмма фазового распада (С-кривые), закаленных сплавов Ti-Ni

На практике чаще всего применяют режимы, при которых старение осуществляют в интервале температур 400-500 °С. Данный интервал соответствует выделению фазы Ti_3Ni_4 [12, 14]. В работах [68, 69] показано, что старение способно улучшить механические и функциональные свойства данных сплавов. Также данный вид ТО является одним из способов регулирования характеристических температур МП, и характеристик формовосстановления ЭПФ и ОЭПФ в сплавах Ti-Ni [70-73].

Одним из распространенных видов ТО также является термоциклирование (ТЦО), заключающиеся в многократном повторении цикла «охлаждение ниже температуры прямого МП и нагрев выше температуры обратного МП» [19]. Изменения в структурном и напряженном состояниях (фазовый наклеп), происходящие при ТЦО, позволяют регулировать функциональные свойства. Через некоторое количество циклов происходит их стабилизация, включая параметры однократного ЭПФ, сверхупругости и обратимого ЭПФ.

Термомеханическая обработка

Впервые использование термомеханической обработки с целью формирования наиболее благоприятной структуры и свойств было предложено М.Л. Бернштейном. ТМО представляет собой совокупность операций термической обработки и обработки металлов давлением (в любой последовательности), при которых фазовые и структурные превращения протекают при повышенной плотности и закономерного распределения несовершенств кристаллического строения, созданных пластической деформацией [74]. Как показано в работах [45, 74-76] улучшение комплекса свойств металлов и сплавов с МП в результате воздействия ТМО происходит за счёт:

- прямого наследования конечной фазой дислокационной субструктуры исходной фазы;
- измельчения кристаллов новой фазы;
- большей однородности и уменьшения размеров частиц выделений при старении и отпуске;
- более равномерного распределения примесей;
- изменения кинетики превращений.

Применительно к СПФ на основе Ti-Ni используют классические схемы ТМО: высокотемпературная (ВТМО) и низкотемпературная (НТМО) [77].

ВТМО представляет собой комбинацию процессов горячей деформации (при температуре выше статической рекристаллизации) и резкое охлаждение с целью сохранения деформационной субструктуры В2-фазы к началу МП [74]. Деформация при температуре 1000 °С и выше приводит к образованию рекристаллизованной структуры; в интервале от 900 до 600 °С – развитой динамически полигонизованной субструктуры с размером субзерен несколько микрометров; при 500 °С – субструктуры горячего наклепа [9].

Сформированная рекристаллизованная структура или полигонизованная субструктура оказывает слабое влияние на критические температуры МП, а субструктура горячего наклепа приводит к их снижению. ВТМО способствует повышению уровня функциональных свойств СПФ на основе Ti-Ni за счёт увеличения разности между дислокационным и фазовым пределом текучести и создания благоприятной текстуры В2-аустенита. Влияние ВТМО на свойства экиатомного состава менее выражено, чем на «заникеленные» сплавы. В работе [78] это связывают с тем, что вклад фазового наклепа заметен только при температуре деформации 700 °С и ниже.

НТМО представляет собой деформацию В2-аустенита при температуре ниже порога рекристаллизации [9]. НТМО СПФ Ti-Ni можно разделить на два вида: НТМО с деформацией аустенита – НТМО_А и НТМО с деформацией мартенсита (ниже точки M_d) – НТМО_М [79, 80].

В настоящее время НТМО в комбинации с последеформационным отжигом (ПДО) является наиболее распространенной схемой ТМО СПФ на основе Ti-Ni [78-81].

При НТМО_А происходит значительное повышение силовых характеристик (значение реактивного напряжения до 1420 МПа) [51, 82], но наблюдается уменьшение максимальной обратимой деформации и размытие температурного интервал МП.

При НТМО_М наблюдается появление высокотемпературного ЭПФ [83-85]: формовосстановление завершается при 300 °С и выше, вместо 100 °С после традиционных обработок, вследствие стабилизации пластически деформированного мартенсита. Однако НТМО_М не дает преимущества по силовым характеристикам [86, 87] и снижает уровень функциональных свойств.

Для устранения нежелательных последствий НТМО применяют ПДО, который устраняет излишний деформационный наклеп, сохраняя созданную благоприятную субструктуру. Температура ПДО, как правило, составляет 350-550 °С и сопровождается протеканием процессов возврата и статической полигонизации. Нагрев выше 600 °С сопровождается рекристаллизацией и нивелирует положительное влияние НТМО [44].

С ростом степени накопленной деформации НТМО приводит к увеличению механических и функциональных характеристик сплава [7, 78, 88, 89]. В сплаве эквиатомного состава под действием полей напряжений от дислокаций [90] НТМО приводит к изменению последовательности МП: они идут через промежуточную R-фазу.

1.5 Интенсивная пластическая (мегапластическая) деформация сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni

Использование ТМО для управления свойствами СПФ Ti-Ni путем создания развитой дислокационной субструктуры – не единственный путь к повышению комплекса функциональных свойств. Новые возможности в этом направлении открывает формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в СПФ. Преимущество нанокристаллической структуры с размером зерен 50-80 нм для реализации наиболее высокого комплекса функциональных свойств на сплаве Ti-50,0 ат.% Ni было показано в работе [7].

Начиная с 1980-х гг. одним из наиболее перспективных направлений повышения функциональных свойств сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni является использование

ТМО [7, 9, 91-93], в том числе включающей интенсивную пластическую (мегапластическую) деформацию [94-98].

Под ИПД понимают способ получения беспористых металлов и сплавов с УМЗ структурой (субмикроструктурной и наноструктурной) за счет больших деформаций при пониженных температурах. Основные требования к режимам ИПД и природе исследуемого материала включают [99, 100]:

- $T_{ИПД} \leq 0,4 T_{плав}$;
- Степень истинной деформации $\epsilon > 2$;
- Гидростатическое давление $P > 1$ ГПа;
- Турбулентность и немонокотность деформации металла;
- Атомная структура материала.

Применение методов ИПД дает возможность формирования наноструктур в массивных металлических образцах путем измельчения их микроструктуры [101]. Основные исследования наноструктурированных материалов, полученных методами ИПД, были начаты в начале 90-х годов (публикация первых статей по данной теме научной группы Р.З. Валиева [102]) и продолжаются до сих пор. Имеющиеся результаты свидетельствуют, что УМЗ материалы, полученные методами ИПД обладают целым рядом наноструктурных параметров, связанных с особенностями границ зерен и наличием ультрамелких зерен, поэтому они относятся к классу объемных наноструктурных материалов.

Согласно терминологии, принятой журналом «NanoStructured Materials», к наноструктурным материалам относят кристаллические материалы со средним размером элементов структуры менее 100 нм. Под субмикроструктурной понимают структуру с размером зёрен от 100 нм до 1 мкм [103].

Структура, формирующаяся в результате ИПД (размер и форма зерен, тип границ, фазовый состав), зависит от схемы и режимов деформации, исходной микроструктуры и фазового состава. Наиболее эффективными схемами ИПД с точки зрения получения однородной УМЗ структуры СПФ Ti-Ni являются равноканальное угловое прессование (РКУП), кручение под высоким давлением (КГД), всесторонняя ковка (а-в-с прессование) [104]. Ниже будут рассмотрены основные характеристики этих методов.

Кручение под давлением

При деформации кручением под высоким давлением на наковальне Бриджмена образец помещается между бойками и сжимается под приложенным давлением в несколько ГПа (рисунок 9) [103, 105]. Нижний боек вращается, и силы поверхностного трения заставляют образец деформироваться в условиях квазистатического сжатия сдвигом. Образцы,

получаемые методом КГД, представляют собой диски диаметром 2-20 мм и толщиной 0,2-1 мм. Стоит отметить, что деформация образца происходит неравномерно: её значение истинной деформации увеличивается к краю образца. Существенное измельчение структуры при КГД происходит уже при деформации на половину оборота. Аморфизация структуры, как правило, происходит после 3-10 оборотов [106-109].

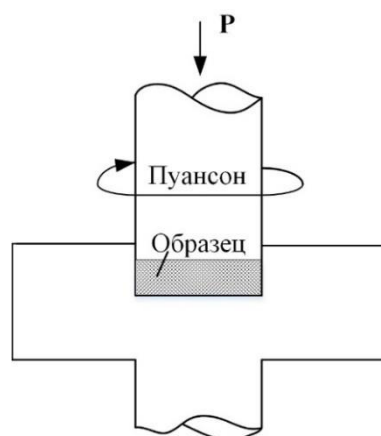


Рисунок 9 – Технологическая схема кручения под высоким давлением

Равноканальное угловое прессование

Способ РКУП был разработан В.М. Сегалом в 70-х годах для того, чтобы подвергать многократной пластической деформации массивные образцы. При РКУП образец пропускается через два канала, пересекающихся под углом. Это дает возможность достигать высоких степеней истинной деформации без изменения поперечного сечения образца при повторении цикла деформирования (рисунок 10). Также существуют различные модификации данного способа ИПД: РКУП-ПК, РКУП-КОНФОРМ, многоканальное угловое прессование [103, 110].

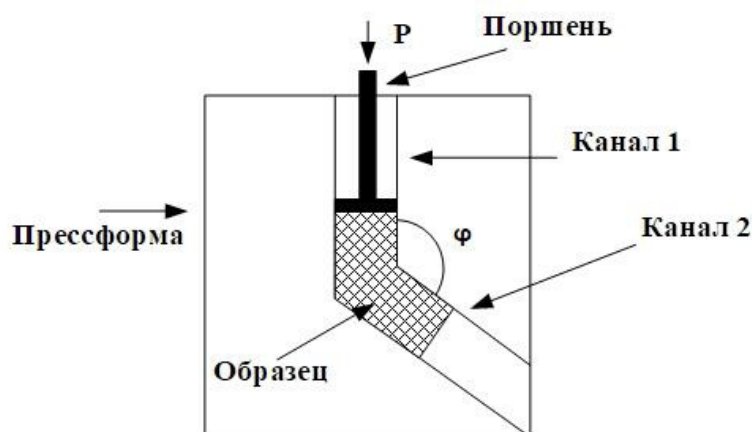


Рисунок 10 – Технологическая схема равноканального углового прессование

За счёт задействования различных систем скольжения во время деформирования, при РКУП формируется достаточно однородная структура. Степень истинной деформации определяется соотношением между углом сопряжения между двумя каналами и углом внешнего радиуса сопряжения, и в большинстве случаев составляет $e = 0,70-1,2$ за проход [111]. Как правило, при РКУП образуется субмикrokристаллическая зеренная структура и для достижения такого размера зерна необходимо 6-9 проходов [112].

A-b-c прессование

Схема a-b-c прессования (всесторонняя ковка) основана на повторении операции свободнойковки со сменой оси прилагаемого деформирующего усилия. Данный способ позволяет получать УМЗ структуру даже в сплавах с относительно невысокой пластичностью, так как обработку начинают с повышенных температур с невысокими степенями единичной деформации. Эффективность использования данного метода для измельчения зеренной структуры в сплаве Ti-50,2 ат.% Ni была показана в работах [113, 114]. При истинной деформации $e = 8$ формируется рекристаллизованная структура образцов на основе субмикrokристаллических и нанокристаллических зерен/субзерен. Величина истинной деформации за обжатие может быть определена как логарифм отношения начальной и конечной высоты образца. Однородность деформации в данной схеме деформации по сравнению с РКУП и КГД ниже.

Многопроходная прокатка

Данный способ относится к классическим схемам ОМД и позволяет производить деформацию образцов в различных условиях. При прокатке в гладких валках возможно получить в СПФ Ti-Ni смешанную нанокристаллическую и аморфную структуру [94, 115, 116]. Основным недостатком данного метода является малая толщина образцов после деформирования СПФ Ti-Ni с целью формирования УМЗ структуры.

В первых исследованиях влияния ИПД на структуру и фазовый состав сплавов Ti-Ni деформация прокаткой с обжатием 90 % или кручением (10 оборотов под давлением 4 ГПа) привела к формированию смешанной аморфно-кристаллической структуры с наноразмерными кристаллами В2-фазы [113, 115, 117, 118]. Далее в ряде работ с помощью электронномикроскопических исследований околоэквиатомных сплавов Ti-Ni были определены термомеханические условия, необходимые для формирования нанокристаллической структуры [116, 119-130]. Было показано, что ИПД при температурах выше 300 °С не сопровождается аморфизацией, а склонность сплавов на основе никелида

титана к аморфизации при ИПД зависит от исходного структурного состояния (или плотности решетки): она наибольшая, когда исходная структура – В19'-мартенсит, и наименьшая если исходная структура – стабильный В2-аустенит. Последеформационный отжиг (ПДО) приводит к кристаллизации аморфной структуры с образованием наноразмерных зерен (меньше 100 нм) и к росту нанокристаллов, образованных при деформации [122-124]. Были установлены предельные температуры отжига для стареющих (400 °С) и нестареющих (300-350 °С) сплавов Ti-Ni, при которых еще сохраняется нанокристаллическая структура. Технология получения нанокристаллической структуры из аморфной была применена и в работах [95, 119, 128]. В работе [7] на сплаве Ti-50,0 ат.% Ni было показано преимущество нанокристаллической с размером зерен 50-80 нм для реализации наиболее высокого комплекса функциональных свойств (рисунок 11).

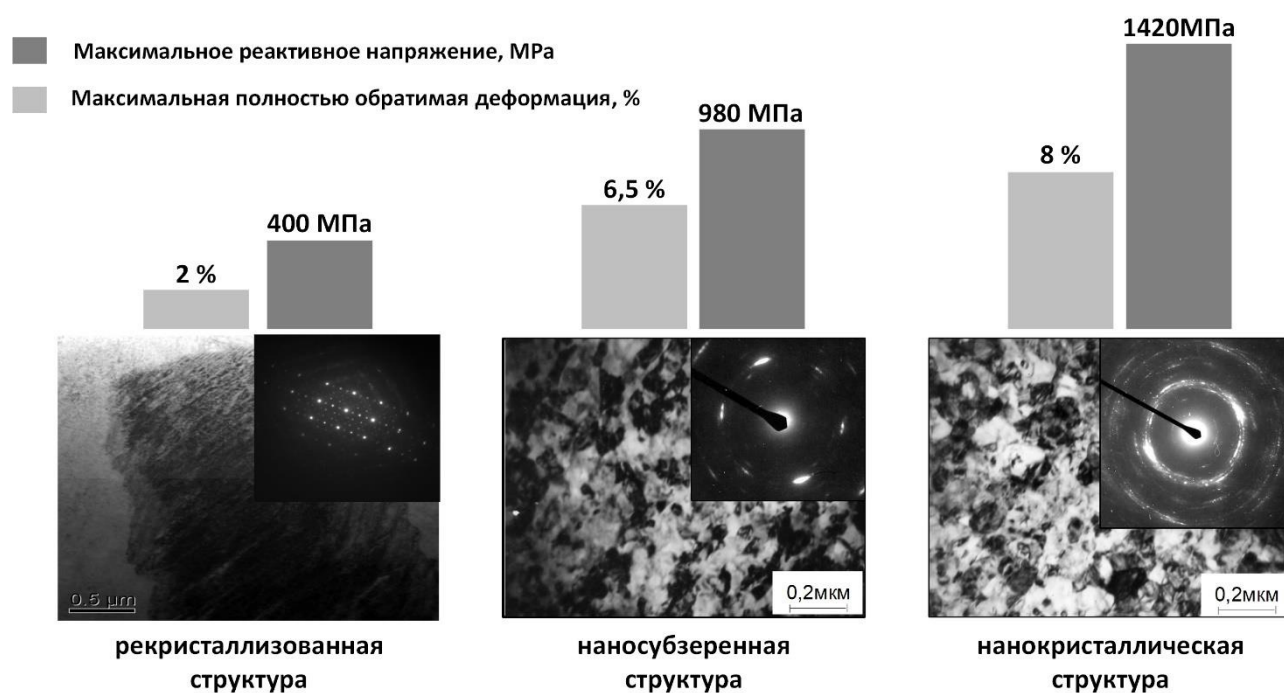


Рисунок 11 – Зависимость функциональных свойств сплава Ti-50,0 ат.% Ni от типа структуры

Ограничениями методов многопроходной прокатки и КГД являются малая толщина образцов, а во втором случае – неоднородность деформации вдоль радиального направления. Поэтому, с точки зрения получения нанокристаллической структуры в объемных СПФ Ti-Ni, в настоящее время наибольший практический интерес представляет ИПД методом РКУП [98, 103-105, 131] и некоторые ее модификации, например,

РКУП-КОНФОРМ. Систематический анализ эволюции зеренной структуры при ИПД различных металлов проведен в работах [132-135].

Опыт применения метода РКУП при температурах выше 400 °С к стареющим сплавам Ti-Ni (50,2 и 50,6 % ат.% Ni) позволил получить массивные образцы диаметром 20 мм и длиной до 100 мм с субмикроструктурной структурой [96, 135, 136]. При понижении температуры деформации до 350 °С был получен наиболее высокий комплекс функциональных свойств в сплаве Ti-50,2 ат.% Ni, однако размер зерен/субзерен не уменьшился до нанометрического, оставаясь больше 100 нм [135]. Исследование комбинированных обработок, включающих РКУП и последующую НТМО прокаткой, не привело к существенному выигрышу в функциональных свойствах, но показало возможность использования данного метода вместе с ПДО при температурах, не вызывающих заметный рост зерна (300-350 °С) [96, 122, 121, 137].

В работе [138] в сплаве Ti-50,2 ат.% Ni, после РКУП за 20 проходов при 400 °С в квазинепрерывном режиме, была получена смешанная ультрамелкая зеренно-субзеренная структура с размерами структурных элементов от 50 до 300 нм и высокой плотностью свободных дислокаций. Таким образом, применение РКУП к настоящему времени не позволило получить нанокристаллическую структуру в СПФ Ti-Ni. Причиной этого является отсутствие изотермических условий и непрерывности деформации, поскольку при РКУП трудно избежать развития процессов разупрочнения при промежуточных подогревах [129].

Устранить этот принципиальный недостаток позволило бы использование новых схем ИПД, позволяющих проводить деформацию до больших степеней в квазинепрерывном режиме (с минимальными паузами между обжатиями) в изотермических условиях при пониженных температурах. Данную схему деформирования возможно реализовать используя модуль многоосевой деформации *MaxStrain* комплекса физического моделирования термомеханических процессов *Gleeble*. Схема деформации и принцип действия модуля подробно описаны в главе 2.

1.6 Формулировка цели и задач работы

В аналитическом обзоре литературы были рассмотрены механизмы эффекта памяти формы СПФ на основе Ti-Ni, технологии их производства. Обоснована необходимость получения диаграмм деформаций, которые на настоящий момент представлены только в верхнем интервале температур (600-1000 °C), что ограничивает возможности поиска оптимальных режимов деформации. Также было рассмотрено влияние термической и термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую (мегапластическую) деформацию, на структуру, фазовый состав и основные функциональные свойства СПФ на основе Ti-Ni и показана необходимость использования новых схем деформации с целью формирования в объемных образцах СПФ Ti-Ni нанокристаллической структуры и реализации максимально высокого комплекса функциональных свойств.

На основе проанализированной информации были сформулированы основные цели и задачи работы.

Цель работы:

Изучить особенности и закономерности деформационного поведения, структурообразования и формирования функциональных свойств сплавов Ti-Ni с памятью формы при термомеханической обработке (ТМО) в широком интервале температур, скоростей и степеней деформации; получить с помощью многоосевой деформации по схеме *MaxStrain* нанокристаллическую структуру в объемных образцах СПФ Ti-Ni и обеспечить соответствующее улучшение комплекса их функциональных свойств.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1 Построить диаграммы деформации сжатием нестареющих и стареющих СПФ Ti-Ni в широких интервалах температур (20-900 °C), скоростей ($\dot{\epsilon} = 0,1-5 \text{ с}^{-1}$) и степеней (до $\epsilon = 0,9$) деформации, определить их параметры и проанализировать закономерности изменения.

2 Изучить закономерности изменений структуры и фазового состава нестареющих и стареющих СПФ Ti-Ni, определенных при комнатной температуре после деформации сжатием в разных деформационно-температурных условиях.

3 Определить механические (твердость) и функциональные свойства СПФ Ti-Ni после деформации сжатием в разных деформационно-температурных условиях.

4 Исследовать влияние последеформационного отжига (ПДО) на структуру, фазовый состав, механические и функциональные свойства СПФ Ti-Ni, деформированных по разным режимам.

5 Определить оптимальные с точки зрения технологических и функциональных свойств режимы деформации и последеформационного отжига СПФ Ti-Ni общетехнического и медицинского назначения для формирования в них нанокристаллической или другой заданной структуры и реализации высокого комплекса функциональных свойств.

6 Провести квазинепрерывную пластическую деформацию в изотермических условиях на модуле многоосевой деформации *MaxStrain*, входящем в состав комплекса *Gleeble*, для получения ультрамелкозернистой структуры СПФ Ti-Ni.

7 Провести комплексное исследование структуры, фазовых превращений и функциональных свойств СПФ Ti-Ni, подвергнутых термомеханической обработке, методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии, калориметрии, измерения твердости и термомеханических функциональных испытаний.

8 Исследовать влияние последеформационного отжига при температуре деформации, необходимого для задания формы готового изделия, на структуру и свойства СПФ Ti-Ni.

9 Разработать рекомендации для совершенствования технологии термомеханической обработки объемных заготовок СПФ Ti-Ni, позволяющей получить в них нанокристаллическую структуру и значительно повысить функциональные свойства.

Глава 2 Материалы и методы исследования

2.1 Исследуемые сплавы

В данной работе были использованы 4 сплава системы Ti-Ni, химический состав которых представлен в таблице 1. Сплавы 1 и 4 являются нестареющими, 3 – слабостареющим и находят свое применение в технике. Сплав 2 является стареющим и применяется при изготовлении различных медицинских устройств.

Таблица 1 – Химический состав исследуемых сплавов

Сплав	Ni масс. % / ат. %	Ti масс. %	Примеси в масс. %				
			C	O	N	H	Ост.
1	54,95 / 50,0	баланс	0,038	0,038	0,002	Не более 0,001	Не более 0,1
2	55,8 / 50,7	баланс	0,02	0,05	0,002	Не более 0,001	Не более 0,1
3	55,25 / 50,2	баланс	0,035	0,03	0,002	Не более 0,001	Не более 0,1
4	54,98 / 50,0	баланс	0,04	0,03	0,003	Не более 0,001	Не более 0,1

Сплавы были получены вакуумно-индукционной плавкой (печь ОППФ – 3М) на производственной площадке ООО «Промышленный центр «МАТЭК-СПФ». Обточенный и обрезанный слиток массой 22 кг и диаметром 90-100 мм подвергали поперечно-винтовой прокатке до 20 мм (сплав 3 и 4 до 25 мм) при температуре 700-900 °С с деформацией за проход не более 8-15 %. Далее проводили обточку и ротационную ковку до 5 мм при температуре 700-900 °С (сплав 1 и 2). На этапе предварительных исследований и определения преимуществ применения новой для данных сплавов схемы деформации для сравнения был использован пруток из сплава 3, полученный традиционной технологией: горячей ротационной ковкой (РК) при 700-900 °С.

В качестве контрольной обработки, как это принято при сравнительных исследованиях подобных сплавов [139], использовали режим, при котором осуществлялся нагрев образцов до температуры 700 °С (30 мин) с последующим немедленным охлаждением в воде. В результате ее получали рекристаллизованную структуру аустенита. Температуры начала (подстрочный индекс «n» / «s») и окончания (подстрочный индекс «к» / «f») прямого и обратного мартенситных превращений были определены методом дифференциальной

сканирующей калориметрии. Характеристические температуры мартенситных превращений после контрольной обработки представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Характеристические температуры мартенситных превращений исследуемых сплавов

Сплав	$M_s, ^\circ\text{C}$	$M_f, ^\circ\text{C}$	$A_s, ^\circ\text{C}$	$A_f, ^\circ\text{C}$
1	55	39	66	86
2	-82	-96	-64	-44
3	35	16	42	68
4	60	30	70	93

2.2 Проведение деформации образцов

2.2.1 Деформация сжатием, получение и обработка диаграмм деформации

Для проведения пластометрических испытаний и получения диаграмм деформации были использованы прутки из сплава 1 и 2 диаметром 5 мм. Из них с высокой точностью были вырезаны образцы высотой 10 мм для того, чтобы соотношение высоты к диаметру равнялось 2. При изготовлении образцов высокие требования предъявляли к параллельности их торцов и перпендикулярности торцов оси образца. Для уменьшения влияния сил трения, приводящих к возникновению высоких растягивающих напряжений на поверхности сжатого образца, была использована смазка на основе графита и нитрида бора (см. пункт 1.3).

Для проведения осадки образцов был использован комплекс моделирования горячей деформации *WUMSI* (рисунок 12).



Рисунок 12 – Внешний вид комплекса моделирования горячей деформации *WUMSI*

Схема деформации приведена на рисунке 13.

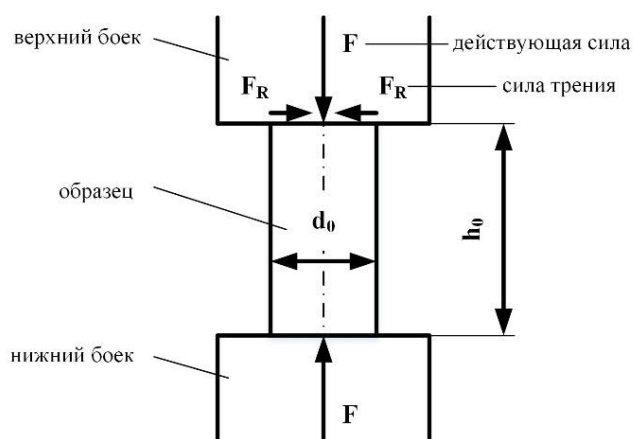


Рисунок 13 – Схема деформации образца сжатием

Физическое моделирование с использованием данного комплекса, технические характеристики которого представлены в таблице 3, позволяет использовать результаты испытаний, с учетом масштабных факторов, в производстве. Комплекс *WUMSI* имеет современную компьютеризированную систему управления для обеспечения контроля процесса испытаний и сбора данных.

Таблица 3 – Технические характеристики комплекса *WUMSI*

Максимальная статическая нагрузка	400 кН
Максимальная динамическая нагрузка	320 кН
Способ нагрева образцов в стакане для деформирования	Во внешней печи (излучения или рециркуляционного типа)
Максимальная скорость нагрева	< 5 К/с
Температура испытаний	20-1200 °С
Максимальная скорость охлаждения образца после деформации	100 К/с (закалка в воде)
Охлаждающая среда	Воздух, негорючие жидкости
Скорость деформации	0,01-40 с ⁻¹
Максимальная скорость испытания	480 мм/с
Максимальная длина хода	50 мм
Максимальное время паузы	15 с
Контролируемые параметры	Время, сила, перемещение, степень деформации
Варианты испытаний	Сжатие цилиндрического, кубического, конусовидного образцов, толстых пластин и биметаллических композиций

Пластометрические испытания сплавов 1 и 2 на сжатие до различных степеней деформации проводили при скоростях 0,1; 1 и 5 с⁻¹ в широком интервале температур при 20, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 900 °С. Внешний вид образцов до и после деформации представлен на рисунке 14.



Рисунок 14 – Цилиндрические образцы до и после деформации

После нанесения смазки образцы помещались в специальные стаканы для деформации с отверстием для термопары. В нишах на дне стакана и в крышке были закреплены бойки из карбида вольфрама или закалённой стали.

Нагрев образцов в стакане осуществлялся в печи рециркуляционного типа для испытаний до 500 °С и в печи-излучения для испытаний при более высоких температурах. После достижения требуемой температуры образца внутри стакана производилась выдержка в течении 10 минут для равномерного прогрева. Температура контролировалась с помощью термопары, помещенной во внутрь стакана. Благодаря использованию массивных стаканов, удастся добиться высокой однородности распределения температуры в объеме образца в сочетании с высокой точностью поддержания заданного уровня температуры в течение всего времени испытания. Важным преимуществом является отсутствие (минимизация) градиента температуры ввиду того, что бойки нагреваются вместе с образцом в одном стакане в печи.

Стакан с образцом, нагретый до требуемой температуры, переносили в гидравлический пресс, где и осуществлялась осадка цилиндров до требуемой высоты (рисунок 15).

Информация об образце, режиме, времени и усилие деформации, величине перемещение траверсы прессы во время эксперимента записывались в файл с расширением *mdt*.

После деформации образец вынимали из стакана и подвергали немедленному охлаждению в воде. Для построения кривых течения сплавов 1 и 2 деформация осуществлялась до степени $\epsilon = 0,9$ и более. Исследование структуры и свойств проводили на

образцах, деформированных со скоростью 1 с^{-1} до степени истинной деформации $e = 0,5$ в интервале температур от 100 до 900 °С.



Рисунок 15 – Стакан с образцом перед деформацией на прессе и процедура его переноса

Образцы исследовали в двух состояниях: после деформации и последеформационного отжига (ПДО). Для сплава 1 использовали отжиг при 400 °С (1 ч), для сплава 2 – при 430 °С (1ч).

Существующий сегодня опыт применения ТМО к СПФ Ti-Ni предполагает формирование в сплавах УМЗ структуры с помощью различных схем ИПД и ПДО [130]. Проведение деформации при пониженных температурах (ниже 400 °С) повышает вероятность формирования УМЗ структуры, а использование ПДО при температуре деформации не вызывает дополнительный рост зерна и позволяет удалить избыточный деформационный наклеп. Температура ПДО 400 °С для сплава 1 была выбрана как минимальная температура, необходимая для задания рабочей («запоминаемой») формы изделию.

В заэквиатомных сплавах Ti-Ni в процессе ПДО одновременно с разупрочнением протекают процессы старения, заключающиеся в выделении наноразмерных частиц фазы Ti_3Ni_4 [3, 140]. Температура ПДО 430 °С для сплава 2 была выбрана из соображений обеспечения наиболее интенсивного старения (согласно данным работы [140]).

Обработка полученных данных, построение кривых течения и их корректировка по трению, температуре и скорости деформации проводилась с помощью специализированной компьютерной программы *AUK – Index Version 3.0*.

Зная данные об образце, изменении его размеров в единицу времени и усилие деформации по формуле 1 рассчитывали приведенное значение сопротивления деформации $\sigma_{\text{пр}}$:

$$\sigma_{\text{пр}} = \frac{F h_x}{h_0 A_0} = \frac{F}{A_x} [\text{МПа}], \quad (1)$$

где F – действующая сила,

A_0 – начальная площадь поверхности,

h_0 – начальная высота образца,

h_x – высота образца,

A_x – площадь поверхности образца в процессе осадки.

Для оценки влияния трения вводили коэффициент трения μ . Коэффициент трения связан с напряжением трения следующим выражением (формула 2):

$$\sigma = \frac{\sigma_{\text{пр}}}{\left[1 + \left(\frac{\mu}{3} \right) \left(\frac{d_x}{h_x} \right) \right]} [\text{МПа}], \quad (2)$$

где μ – коэффициент трения,

$\sigma_{\text{пр}}$ – приведенное напряжение без поправки на трение,

σ – приведенное напряжение с поправкой на трение,

d_x – текущий диаметр,

h_x – текущая высота образца.

Коэффициент трения зависит от материала, температуры и наличия технологической смазки. В данной работе в зависимости от температуры деформации коэффициент трения варьировался от 0,05 (деформация до $T = 300$ °C) до 0,15 (деформация выше $T = 700$ °C).

Степень деформации e при осадке рассчитывается по формуле 3:

$$e = \ln \frac{h_0}{h_x} \quad (3)$$

Деформация как правило происходила с постоянной скоростью, однако в начале и конце эксперимента имели место колебания скорости (в пределах 10-15 %), связанные с особенностью гидравлической системы комплекса. Программа автоматически определяла коэффициент скорости деформации m и производила корректировку кривых течения. При равных условиях предел текучести увеличивается с ростом скорости деформации. Данная зависимость (формула 4) описывается с использованием коэффициента скорости деформации m .

$$\sigma_2 = \sigma_1 \left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1} \right)^m \quad [\text{МПа}] \quad (4)$$

Зависящий от материала и состояния материала коэффициент скорости деформации m увеличивается с ростом температуры деформации. Для никелида титана коэффициент скорости деформации принимает значения m от 0,01 до 0,03.

Скорость деформации связана со степенью и временем деформации следующим выражением (формула 5):

$$\dot{\epsilon} = \frac{\delta e}{\delta t} \approx \frac{\Delta e}{\Delta t} \quad [\text{с}^{-1}] \quad (5)$$

Комплекс не позволяет производить контроль температуры во время эксперимента. Согласно закону сохранения энергии выделившаяся в процессе деформации энергия приводит к нагреву образца, который влияет на поведение кривых течения. Для корректировки кривых течения, при известных свойствах материала и параметрах деформации, программа, используя оригинальный алгоритм, осуществляет перестройку кривых течения для изотермических условий.

Определение температурного разогрева осуществлялось по закону сохранения энергии, учитывающему удельную теплоемкость (c_p) и плотность сплавов (ρ) при комнатной температуре (формула 6):

$$\Delta T = \frac{\sigma e}{\rho c_p} \quad [^\circ\text{C}] \quad (6)$$

Сплав 1 обладает плотностью 6450 кг/м³, сплав 2 – 6490 кг/м³. Значение удельной теплоёмкости для двух сплавов составляет 0,48 Дж/г·К.

Расчет температуры образца во время деформации был проведен по формуле 7:

$$T = T_{\text{исх}} + \Delta T \quad (7)$$

Далее, зная реальную температуру деформации, по оригинальному алгоритму происходила корректировка значений напряжения течения. Изображение интерфейса программы на данном этапе представлено на рисунке 16.

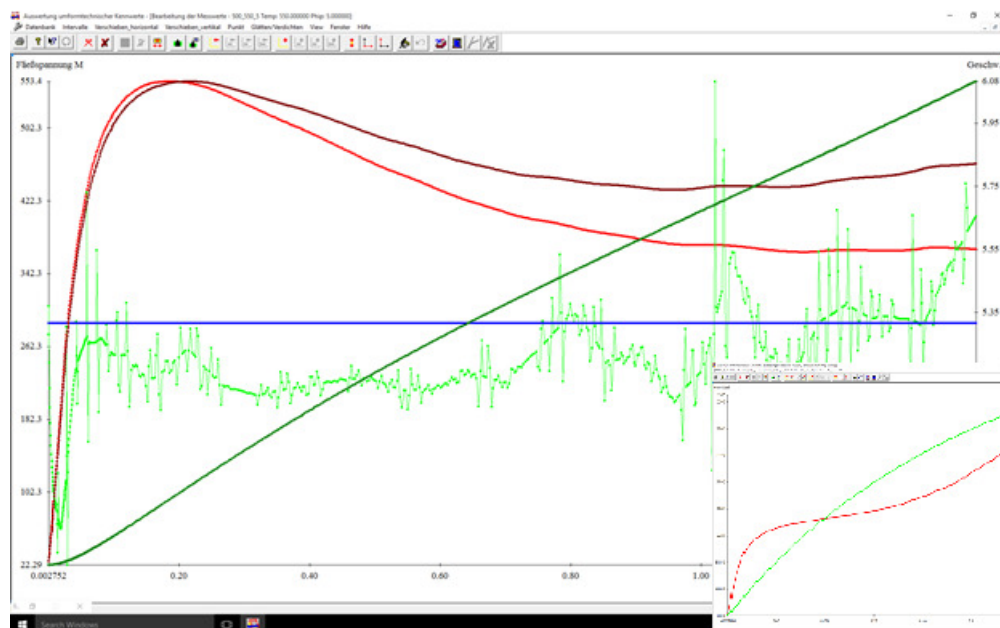


Рисунок 16 – Интерфейс программы *AUK – Index Version 3.0*

После отсечения линейного участка диаграммы, соответствующего упругой деформации, были получены кривые пластического течения материала. Подробный анализ кривых течения и их параметры представлены в главе 3.

2.2.2 Деформация на модуле *MaxStrain*

Сплавы 3 и 4 деформировали в изотермических условиях на модуле многоосевой деформации *MaxStrain* комплекса физического моделирования термомеханических процессов *Gleeble*, которые изображены на рисунке 17. Данный модуль является уникальным инструментом, позволяющим проводить деформации с точным контролем температуры, степени и скорости деформации в зоне деформирования, что позволяет достичь высокого уровня воспроизводимости процессов. Система позволяет удерживать образец по всей длине во время реализации неограниченных деформаций в двух других измерениях. Таким образом, образец может быть подвергнут высокой степени деформации, что необходимо для получения УМЗ структуры. Данная система была успешно применена для получения объемных материалов с наносубзеренной и нанокристаллической структурой в титановых, алюминиевых и медных сплавах.



Рисунок 17 – Комплекс физического моделирования термомеханических процессов *Gleeble* (слева) и модуль *MaxStrain* (справа)

Принцип действия модуля *MaxStrain* показан на рисунке 18. Центральная часть образца деформируется сжатием двумя синхронизированными бойками из карбида вольфрама. После деформации образец поворачивается (по часовой стрелке) на 90° вокруг своей продольной оси и снова сжимается в направлении, перпендикулярном к первоначальному направлению сжатия. Далее, его поворачивают против часовой стрелки на 90° к предыдущей ориентировке и снова деформируют. Этот цикл может повторяться многократно, что приводит к накоплению деформации в образце.

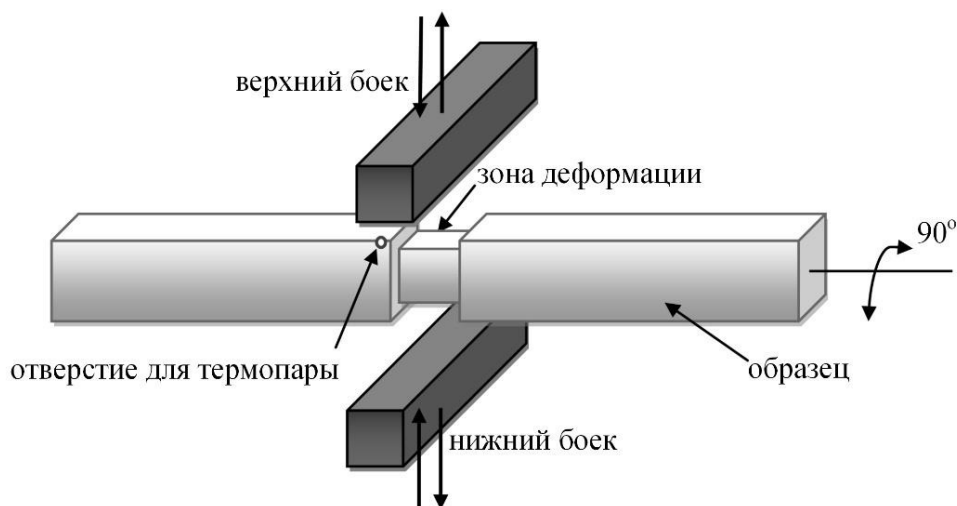


Рисунок 18 – Принцип действия модуля *MaxStrain*

Схема многоосевой деформации *MaxStrain* для сплавов на основе Ti-Ni с памятью формы была применена впервые. Образцы для испытаний (рисунок 19) были вырезаны из горячекатаного прутка диаметром 25 мм на электроэрозионном станке.

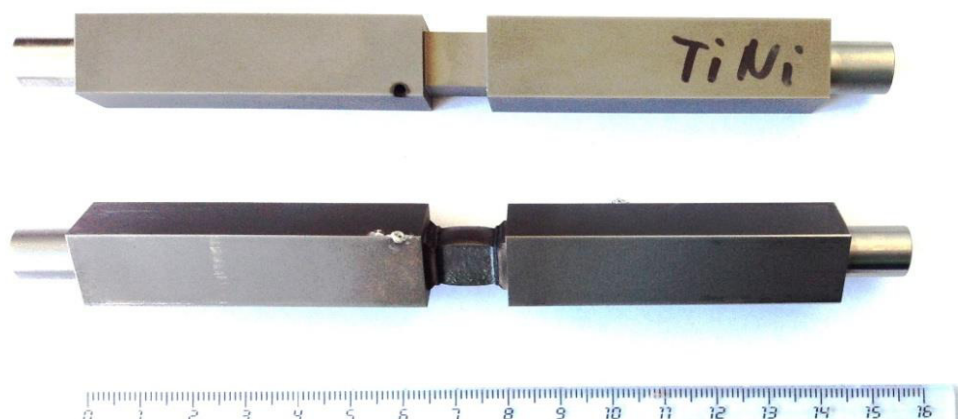


Рисунок 19 – Образец до и после испытаний на модуле *MaxStrain*

Образцы с исходной деформируемой зоной размером 10 x 10 x 11 мм деформировали на модуле *MaxStrain* со скоростью 0,5 мм/с с минимальной (около 5 с) паузой между обжатиями при постоянных температурах 400, 370, 350, 330 и 250 °С. Накопленная деформация составила $\epsilon = 3,5; 4,6; 6,6; 9,5$ и 11 соответственно (таблица 4). Незначительная пауза между обжатиями позволит рассматривать *MS*-деформацию как квазинепрерывную.

Таблица 4 – Термомеханические условия деформации

№	Обработка	Температура деформации, °С	Количество обжатий	Степень накопленной истинной деформации	Максимальное усилие, кН
Сплав 3					
1	<i>MS1</i>	400	6	3,5	115
Сплав 4					
2	<i>MS2</i>	400	10	4,6	110
3	<i>MS4</i>	370	10	4,6	117
4	<i>MS5</i>	370	10	6,6	148
5	<i>MS6</i>	350	10	6,6	154
6	<i>MS7</i>	350	14	9,5	159
7	<i>MS8</i>	330	14	9,5	168
8	<i>MS11</i>	250	17	11	180

В режимах *MS 2-4* высота образца уменьшалась до 7 мм при каждом обжатии. Однако было замечено, что имеет место частичное истечение течение металла из зоны деформации в головки образца. Для того чтобы деформация была распределена более равномерно, в режимах *MS 5-11* каждое последующее обжатие было больше предыдущего на 0,1-0,2 мм. Итоговая высота образца составила 5,5 мм. Пример распределения усилия деформации по обжатиям представлен на рисунке 20. Максимальным это значение было при режиме *MS11* и составило 180 кН.

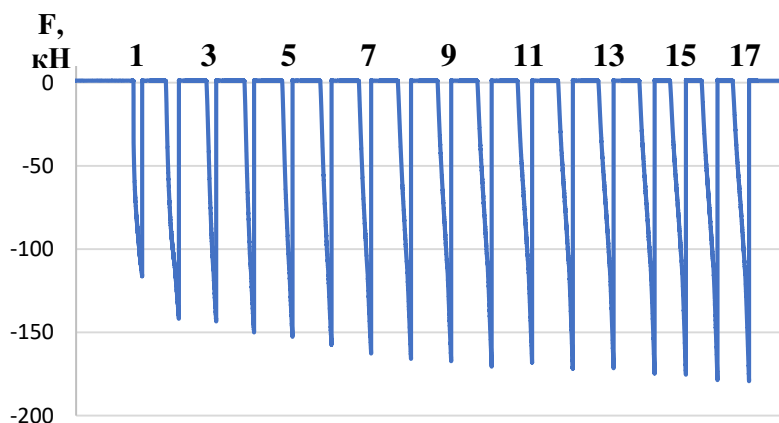
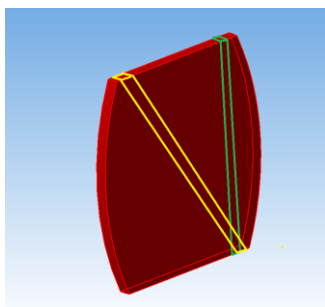


Рисунок 20 – Распределение усилия деформации по обжатиям (режим *MS11*)

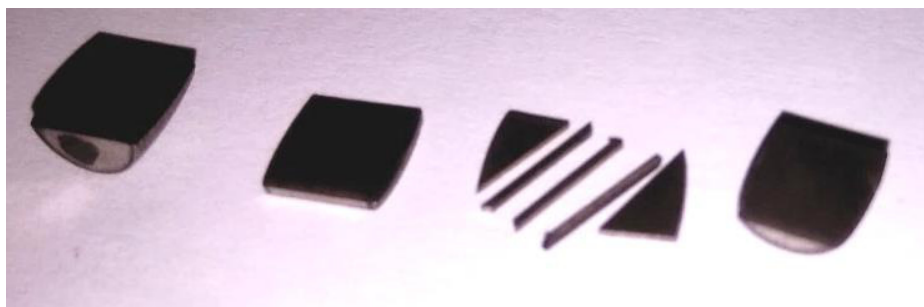
2.3 Подготовка образцов для исследований

После осадки бочкообразные образцы из сплавов 1 и 2 разрезали на электроэрозионном станке в осевой плоскости на две одинаковые части. Одну часть заливали в полимерную заливку для шлифования поверхности. Полученный шлиф использовали для измерения твердости и исследования структуры.

Известно, что при испытаниях на сжатие цилиндрических образцов наблюдается заметный градиент локальной деформации по высоте и сечению. Максимальная деформация наблюдается по диагонали сечения образца от краев торцов осажённых образцов через центр [41]. С учетом вышесказанного вторую часть образца разрезали в продольном (вдоль оси) и диагональном направлениях на образцы прямоугольного сечения (0,3 x 0,4 x 8 мм) для исследования функциональных свойств материала. Схема вырезки и образцы для исследований показаны на рисунке 21.



а)



б)

Рисунок 21 – Схема вырезки образцов (а) и образцы для исследований (б)

Из образцов сплавов 3 и 4, подвергнутых деформации на модуле *MaxStrain*, для проведения структурных исследований были вырезаны пластины толщиной 0,3-1 мм в плоскости перпендикулярной плоскости последнего обжатия. Для определения функциональных свойств из пластин были вырезаны столбики высотой 10 мм.

Для того чтобы представить структурно-морфологические особенности структуры формирующейся в объеме, после обработки *MS11* пластины для изготовления фольг были вырезаны в трех взаимно-перпендикулярных плоскостях образца (рисунок 22): параллельной направлению нагрузки и перпендикулярной направлению свободного течения металла (как и в случае всех других обработок, *MS1-MS8*) – плоскость 1; параллельной направлению нагрузки и параллельной направлению свободного течения металла – плоскость 2; перпендикулярной направлению нагрузки – плоскость 3.

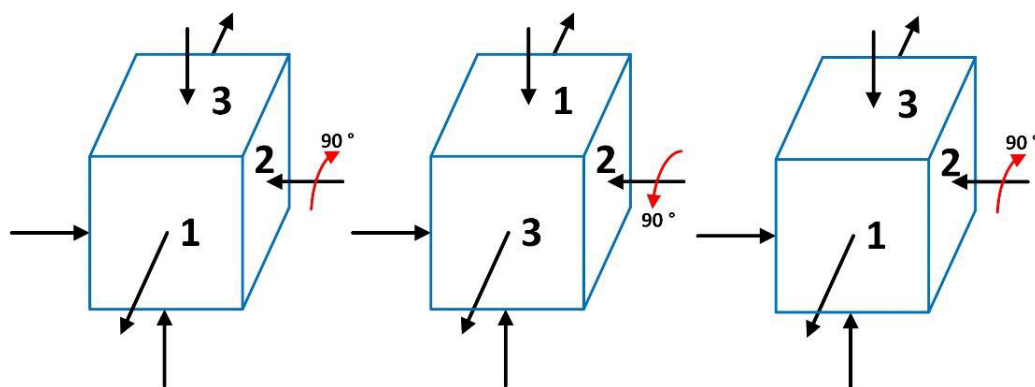


Рисунок 22 – Схематическое изображение плоскостей деформируемой зоны образца

2.4 Калориметрический анализ

Характеристические температуры мартенситных превращений определяли методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на калориметре *Mettler Toledo 822 E* в СПбГУ. Охлаждение и нагрев образцов проводили со скоростью 10 °С/мин в интервале температур от минус 100 до 120 °С.

Методом пересечения касательных определяли характеристические температуры начала и конца прямого (M_s , M_f) и обратного (A_s , A_f) мартенситных превращений, а также температуры, отвечающие экзотермическому и эндотермическому пикам на калориметрических кривых охлаждения и нагрева, соответствующим максимальной скорости развития превращений (рисунок 23).

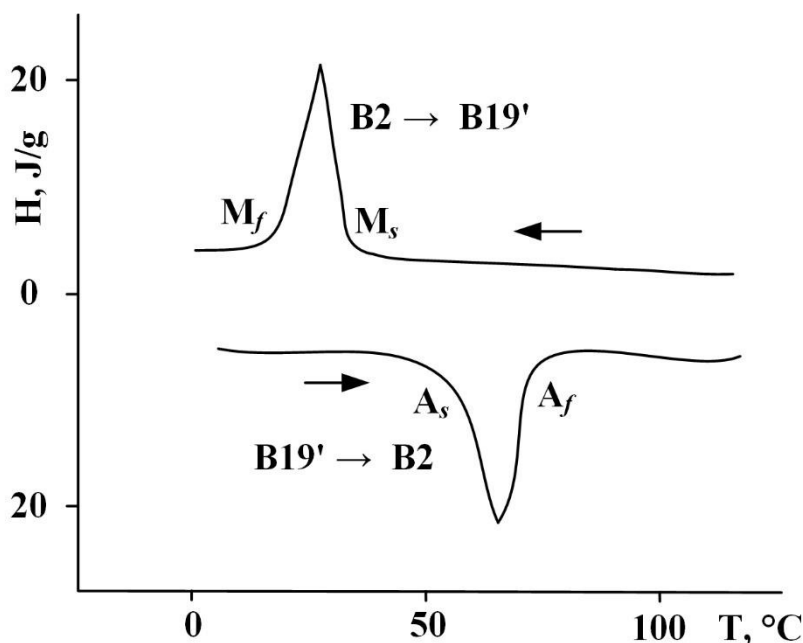


Рисунок 23 – Вид калориметрических кривых

2.5 Исследование микроструктуры и субструктуры

Световая микроскопия

Исследование зеренной структуры проводили на световом микроскопе *UNION* при увеличении $\times 50$ и $\times 100$. Образцы для световой микроскопии шлифовали на абразивной бумаге с величиной зернистости от P120 до P2500 с последующей полировкой. После механической шлифовки и полировки образцы травили в растворах: $1HF:4HNO_3:5H_2O$. Размер зерен определяли методом случайных секущих [141]. На фотографиях структуры проводили

случайные секущие прямые и измеряли длины всех отрезков d , на которые секущая разбивается при пересечении с границами структурных элементов (зерен и субзерен). Измерения проводились по фотографиям, снятым при одном увеличении ($\times 100$). Для каждого режима обработки измеряли 200 зерен. По результатам измерений строили гистограммы распределения зерен по размерам. Средний размер зерна определяли по формуле 8:

$$d_{\text{ср}} = \frac{\sum^{N_i} d_i}{N} \quad (8)$$

Следует отметить, что вышеизложенным методом травления удалось выявить зеренную структуру только в сплаве 2, имеющем при комнатной температуре структуру В2-аустенита. В сплаве 1 наличие при комнатной температуре структуры В19'-мартенсита не позволило выявить границы зерен. Использование сканирующей электронной микроскопии сплава 1 также не привело к положительному результату.

Сканирующая электронная микроскопия

Для выполнения структурных исследований был использован электронный сканирующий микроскоп фирмы *Tescan*, модель *Vega 3*. Он представляет собой полностью управляемый с компьютера сканирующий электронный микроскоп с классическим вольфрамовым термокатодом и предметной камерой. Исследование проводили на образцах, использованных ранее для световой микроскопии.

Просвечивающая электронная микроскопия

Электронномикроскопическое исследование сплава 2 проводили на просвечивающем электронном микроскопе *JEM 200CX*, а сплавов 3 и 4 на *JEM 2100*. Анализировали светлопольные и темнопольные изображения при увеличениях до $\times 100000$ и микродифракционные картины. Для описания структуры сплава 1 были привлечены изображения, полученные в работе [10].

Из термомеханически обработанных заготовок методом электроэрозионной резки вырезали пластины толщиной 0,3 мм и механически утоняли их до 0,1 мм. Дальнейшее утонение образцов из сплава 2 проводили с помощью электролитической полировки в смеси серной (75 %) и плавиковой (25 %) кислот, а из сплавов 3 и 4 – в смеси азотной кислоты (80 %) и метанола (20 %). Напряжение на электродах во время электрополировки составляло 10-15 В.

2.6 Рентгеноструктурный и текстурный анализ

Рентгенографическое исследование проводили на дифрактометрах *Ultima IV Rigaku*, *Brucker D8 Advance* и *ДРОН-3.0* на образцах площадью не менее 30 мм² и толщиной 0,5-1 мм. Образцы после различных режимов обработки и ПДО шлифовали на абразивной бумаге с величиной зернистости от P120 до P2500, с последующей механической полировкой. После механической шлифовки и полировки образцы были протравлены для удаления наклепанного слоя в растворе кислот: 1HF:3HNO₃:6H₂O₂. Съемку рентгеновских линий проводили в $\text{CuK}\alpha$ излучении при комнатной температуре (22 °C) в интервале углов 2θ от 36 до 47° и от 72 до 82, покрывающем линии {110} и {211} B2-аустенита, {211} Ti₃Ni₄ и {511} Ti₂Ni и линии (002), (110), (11 $\bar{1}$), (111), (300), (020) B19' мартенсита, а также линии (330) и (3 $\bar{3}$ 0) R-фазы.

По дифрактограммам, полученным при комнатной температуре, определяли положение пиков линий (110), (002), (11 $\bar{1}$), (020), (111) B19'-мартенсита для сплава 1, 3, 4 и линий (110) и (211) B2-аустенита для сплава 2. Рентгеновские линии {110} и {211} B2-аустенита сплавов 1, 3, 4 были сняты при температуре 150 °C. Идентифицирование проводили путем сравнения полученных дифрактограмм с эталонными, показанными на рисунке 24.

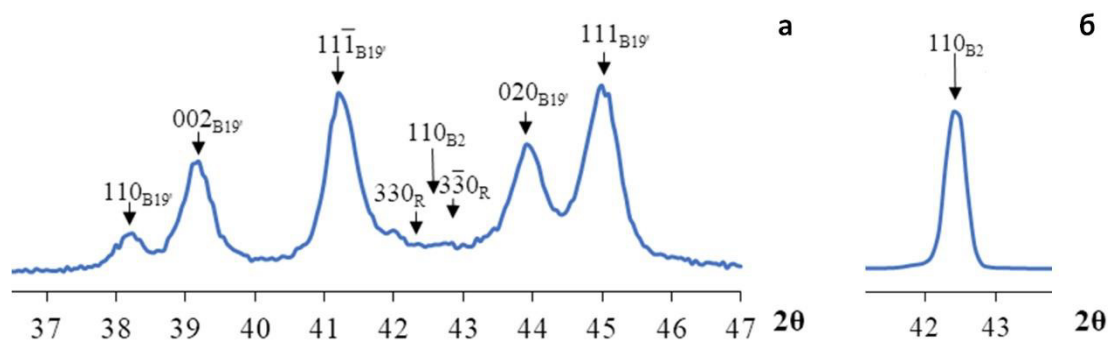


Рисунок 24 – Характерные участки дифрактограмм сплавов Ti-Ni: B19'-мартенсита и промежуточной R-фазы (а); линия {110} B2-аустенита (б)

По дифрактограммам рассчитывали ширину линий {110}_{B2}-аустенита и (002)_{B19'}-мартенсита: интегральную (отношение площади рентгеновской линии к интенсивности максимума) и на половине высоты. По изменению ширины линий судили об изменении деформационного наклепа (дефектности решетки) при различных режимах деформации.

Параметры решетки моноклинного B19'-мартенсита определяли методом наименьших квадратов по методике [142, 143]. Ориентированные остаточные напряжения в поверхностном слое образцов оценивали по изменению экстраполированной на $\theta = 90^\circ$ величины периода

решетки В2-аустенита. Определение периода решетки В2-аустенита производилось с помощью специальной компьютерной программы при помощи экстраполяционной функции Нельсона-Райли.

Для анализа кристаллографической текстуры деформированных образцов из никелида титана использован метод съемки прямых полюсных фигур (ППФ) [144, 145]. Рентгеновские измерения проводили на дифрактометре *ДРОН-3* с автоматизированной текстурной приставкой с использованием излучения хрома на кафедре Физических проблем материаловедения НИЯУ МИФИ. Указанный метод заключается в последовательной регистрации интегральной интенсивности выбранного рентгеновского отражения от плоскостей $\{hkl\}$ при наклоне и вращении образца вокруг нормали к его поверхности. Интенсивность отражения $\{hkl\}$, зарегистрированная для разных ориентаций образца, использована для построения неполной (частичной) текстурной ППФ. По неполным ППФ $\{100\}$, $\{110\}$ и $\{112\}$ с помощью программного обеспечения *LaboTex 2.0* [146] восстанавливали функцию распределения ориентаций (ФРО) и строили обратные полюсные фигуры (ОПФ) для трех главных направлений деформированного образца: его ось (НО), направление сжатия (НС) и направление вытяжки (НВ) для последнего прохода. При съёмке текстуры В2-аустенита образец подогревали до температуры 80-120 °С.

2.7 Определение твердости

Для оценки механических характеристик сплавов 1-4 после различных режимов деформации измеряли твердость по Виккерсу на стационарном твердомере *Металаб 421*. Твердость определяли при комнатной температуре под нагрузкой 1 кг (9,8 Н) с выдержкой вдавленного индентора 10 с.

Согласно [41] при осадке цилиндрического образца между поверхностью бойков и поверхностью образца возникает трение, образец сжимается и становится выпуклым. Образец принимает бочкообразную форму, потому что величины радиальных напряжений (при постепенном отдалении от контактной поверхности) начинают превышать действующие напряжения трения (рисунок 25). Это влечет за собой неравномерное распределение деформации по сечению образца. Этот эффект значительно усиливается при степенях деформации более 0,40.

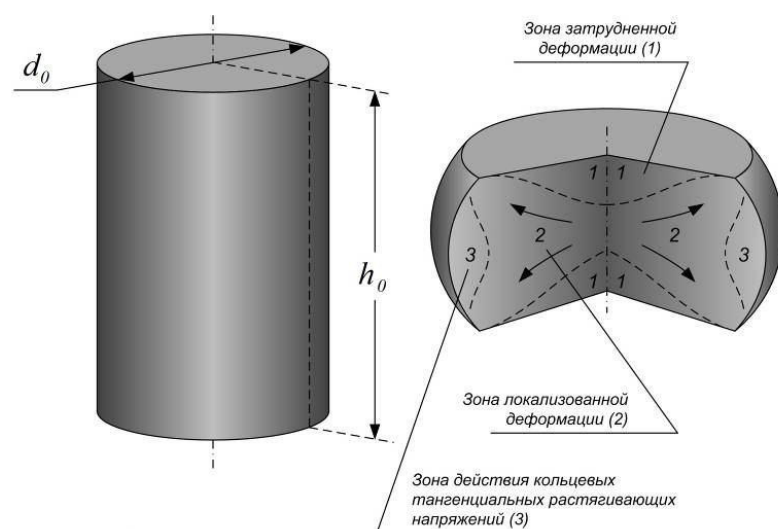


Рисунок 25 – Цилиндрический образец до и после осадки [147]

Для учета возможной неоднородности распределения деформации, твердость измеряли в семи точках в разных участках образца (рисунок 26).

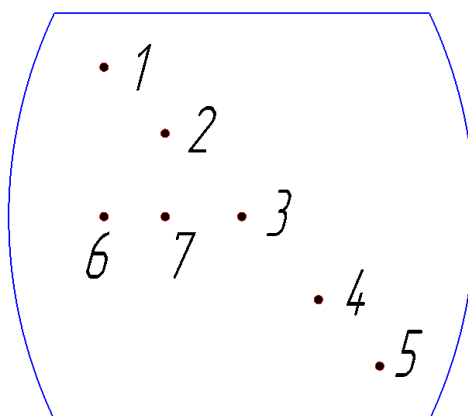


Рисунок 26 – Схема измерения твердости в разных участках образца

2.8 Определение функциональных свойств термомеханическим методом

К основным функциональным свойствам СПФ относятся: величина полностью обратимой деформации, степень восстановления формы и температурный интервал восстановления формы.

Термомеханический метод определения характеристик формовосстановления предполагает предварительную деформацию образца, как правило, в мартенситном состоянии, и последующий нагрев для восстановления формы [148]. На основании данных дифференциальной сканирующей калориметрии деформацию образцов сплава 1, 3 и 4 проводили при комнатной температуре, а сплава 2 – в жидком азоте.

Для определения величины полностью обратимой деформации на образце, имеющем размеры 0,5 x 0,5 x 10 мм, поочередно наводили разную степень деформации (путем изгиба образцов вокруг оправок различного диаметра (рисунок 27), увеличивая ее до получения остаточной необратимой деформации (ε_f).



Рисунок 27 – Вид оправок для наведения деформации

Полную наводимую степень деформации рассчитывали по формуле:

$$\varepsilon_t = \frac{d}{D + d}, \quad (9)$$

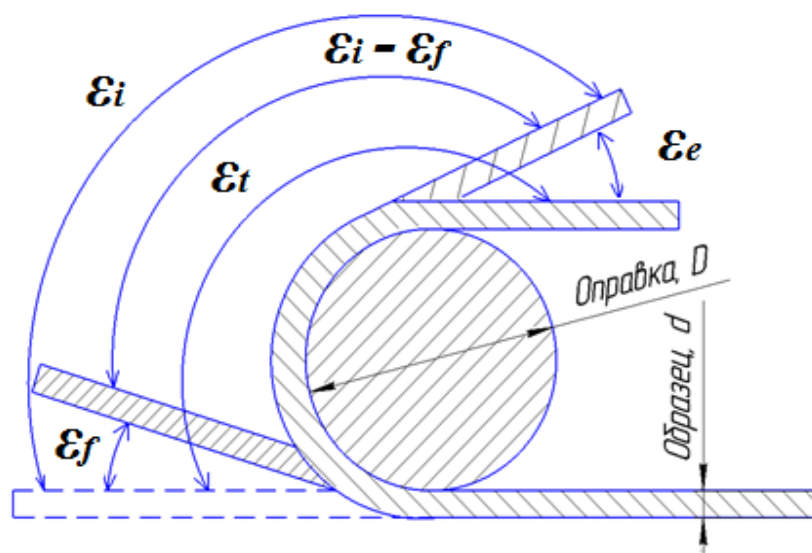
где D – диаметр оправки,

d – толщина образца.

После наведения деформации с помощью метода шаблонных дуг, фиксировали упругую составляющую (ε_e) от наводимой деформации (ε_t), затем проводили нагрев образца в воде и с помощью термопары фиксировали температуры начала и окончания обратного мартенситного превращения (A_n - A_k), после чего оценивали остаточную деформацию (ε_f) и рассчитывали степень восстановления формы по формуле 10:

$$СВФ = \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_i} = \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_f}{\varepsilon_i} \quad (10)$$

Составляющие полной деформации представлены на рисунке 28.



наводимая деформация (ε_t); наведенная деформация (ε_i); упругая и сверхупругая деформация (ε_e); остаточная деформация (ε_f); обратимая деформация (ε_r); толщина образца d ;
диаметр оправки (D)

Рисунок 28 – Составляющие полной деформации при наведении деформации изгибом вокруг оправки

После деформации в жидком азоте диаметр мерной дуги образца оценивали с помощью подбора вписанной окружности (по фотографии), совпадающей с одной из шаблонных дуг, соответствующей определенной деформации. При этом сравнивали три формы образца: до деформации, после нее и после нагрева для восстановления формы (рисунок 29).

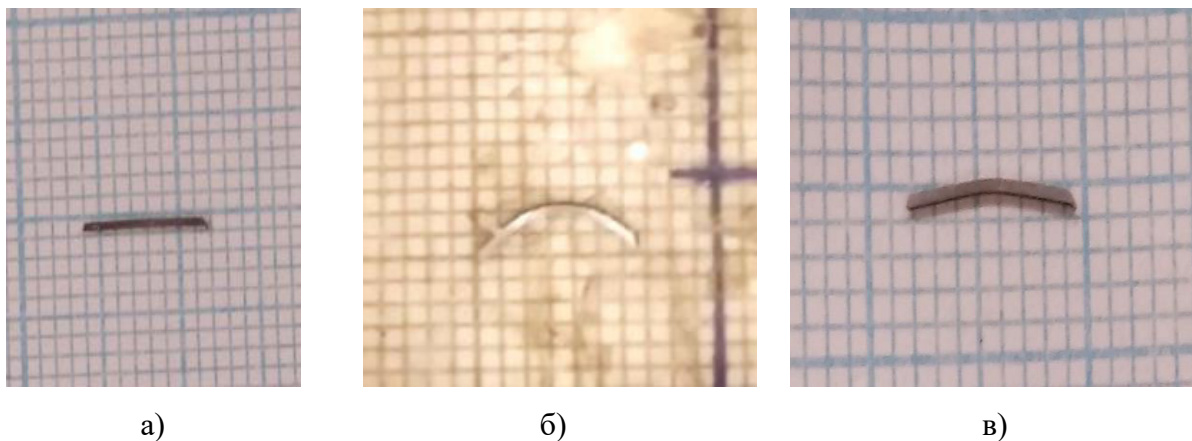


Рисунок 29 – Фотографии образцов сплава 2 до деформации (а), после деформации в жидком азоте (б) и после нагрева до комнатной температуры (в)

Исходя из учета разных механизмов памяти формы (эффект памяти формы и сверхупругость), общую способность к формовосстановлению оценивали по суммарной обратимой деформации за счет реализации ЭПФ и СУ, т.е. по величине ε_r (формула 11):

$$\varepsilon_r = \varepsilon_r^{\text{ЭПФ}} + \varepsilon_r^{\text{СУ}} \quad (11)$$

Однако условия проводимого эксперимента не позволяют выделить возможную сверхупругую деформацию $\varepsilon_r^{\text{СУ}}$ из регистрируемой экспериментальной «кажущейся» упругой ε_e . Поэтому оценивать способность к формовосстановлению следует по величине полной обратимой деформации (формула 12):

$$\varepsilon_{rt} = \varepsilon_r^{\text{ЭПФ}} + \varepsilon_e = \varepsilon_t - \varepsilon_f \quad (12)$$

и степени полного восстановления формы (формула 13):

$$\text{СВФ} = \frac{\varepsilon_{rt}}{\varepsilon_t} \quad (13)$$

При этом данные по $\varepsilon_r^{\text{ЭПФ}}$ и ε_i (наведенной деформации) не теряют своей важности, т.к. описывают формовосстановление именно за счет ЭПФ.

Глава 3 Анализ диаграмм деформации сжатием СПФ Ti-Ni в широком интервале температур

В данной главе представлены и проанализированы диаграммы деформации сплавов 1 и 2 в широком диапазоне температур и скоростей деформации. Форма диаграмм деформации (кривых течения) обоих сплавов отвечает общим закономерностям горячей, тёплой и холодной деформации и определяется конкуренцией двух факторов: деформационным упрочнением и разупрочнением. Последнее при повышении температуры получает все более значительное развитие уже в ходе деформации.

Кривые течения сплава 1 и сплава 2 в интервале температур от 900 °С до 100 °С при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 с⁻¹ представлены на рисунках 30 и 31. При данных температурах перед деформацией сжатием оба сплава находятся в однофазной аустенитной области.

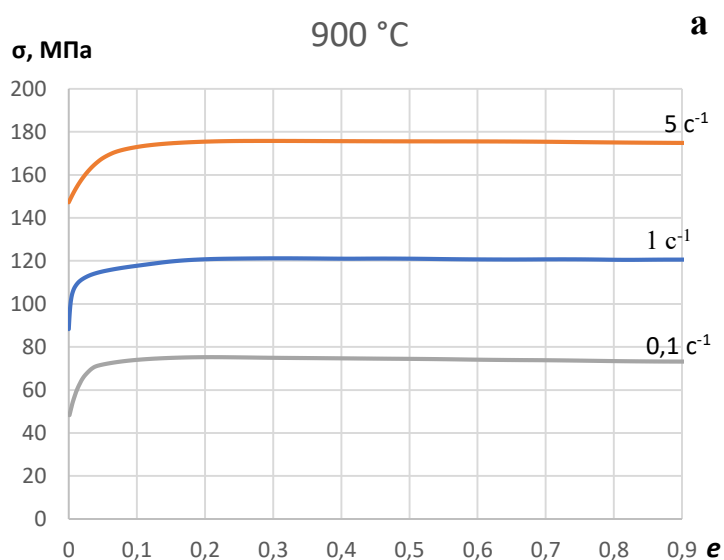
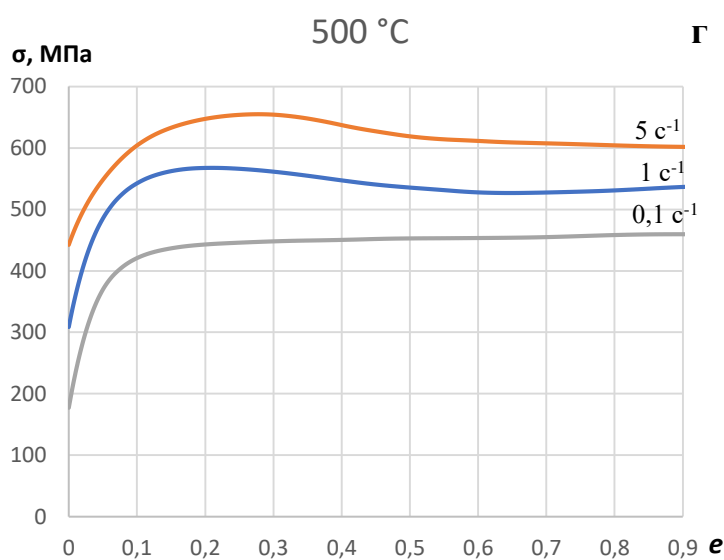
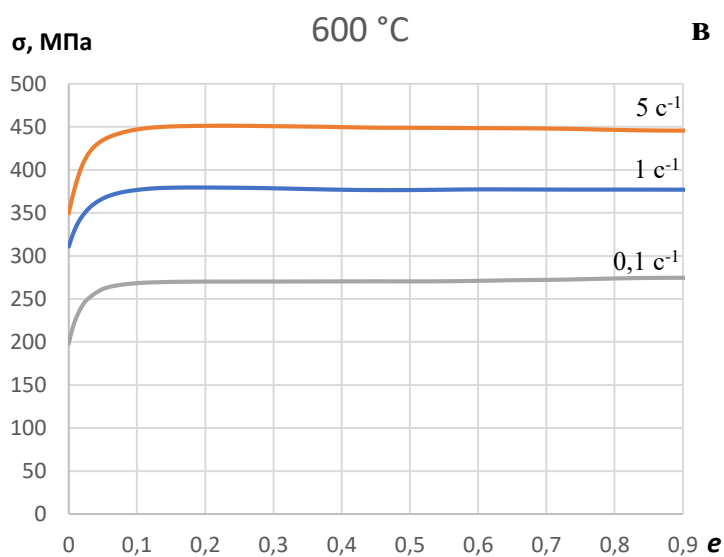
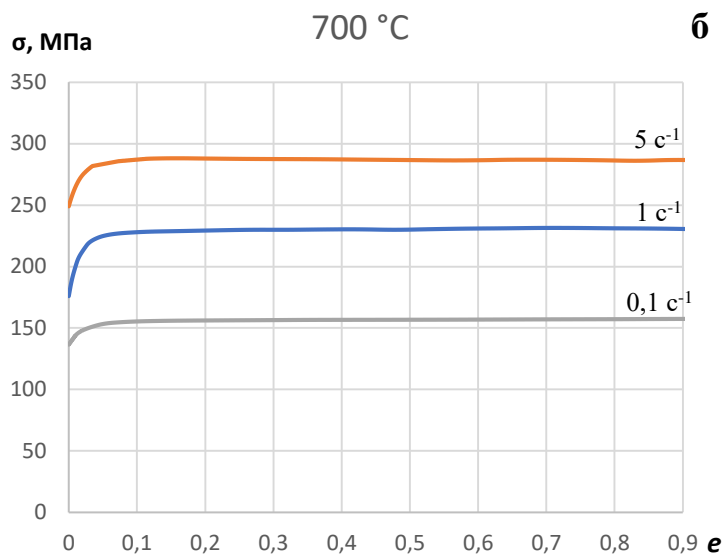
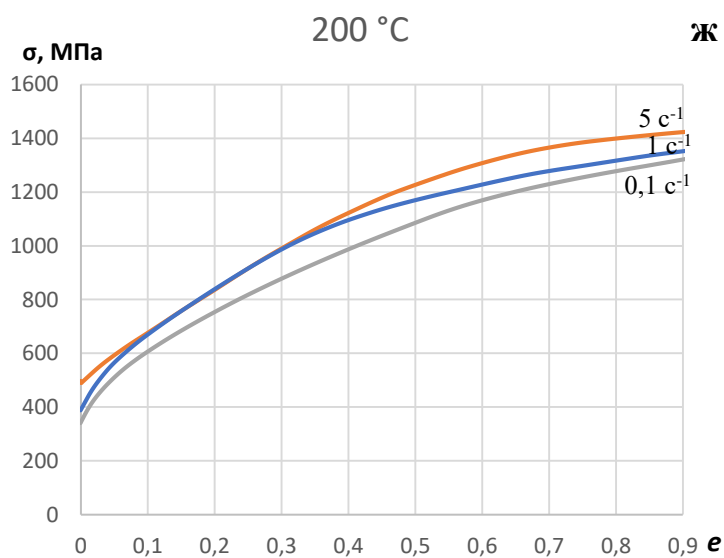
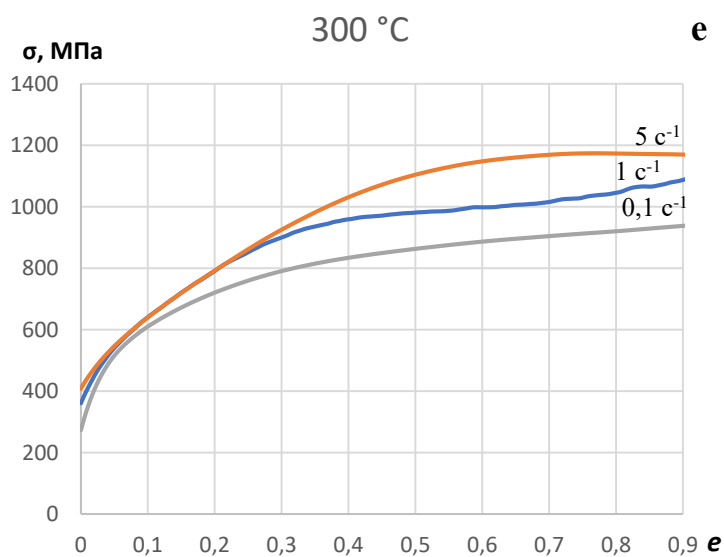
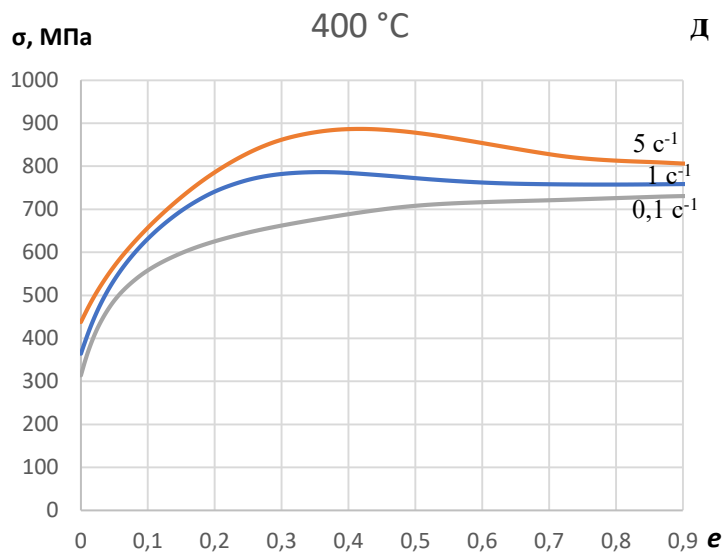


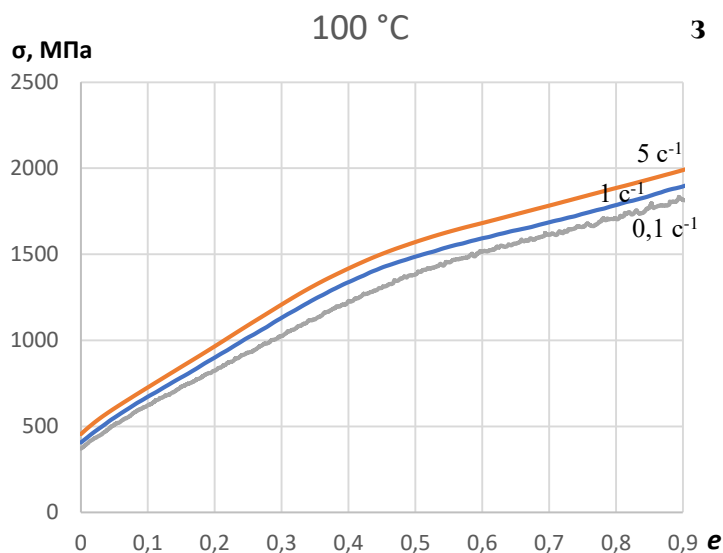
Рисунок 30 – Кривые течения сплава 1 при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 с⁻¹ при температурах: 900 °С (а), 700 °С (б), 600 °С (в), 500 °С (г), 400 °С (д), 300 °С (е), 200 °С (ж), 100 °С (з)



Продолжение рисунка 30



Продолжение рисунка 30



Продолжение рисунка 30

В интервале температур деформации от 900 до 600 °C кривые течения сплава 1 очень быстро (в пределах $\epsilon = 0,1$) выходят на установившуюся стадию. Увеличение скорости деформации и уменьшение температуры смещает начало установившейся стадии в сторону более высоких степеней деформации. Значения сопротивления деформации на установившейся стадии $\sigma_{уст}$ с уменьшением температуры деформации увеличиваются с 170, 120 и 70 МПа при 900 °C (при скоростях деформации 5, 1 и 0,1 с⁻¹ соответственно) до 450, 370 и 270 МПа при 600 °C. Начиная с температуры 500 °C, характер течения сплава меняется: при больших скоростях деформации ($\dot{\epsilon} = 1$ и 5 с⁻¹) напряжение течения при постоянных скорости и температуре деформации сначала возрастает до максимального значения, проходит через пологий максимум, затем уменьшается на $\Delta\sigma \approx 50$ МПа и выходит на установившуюся стадию. Выход на установившуюся стадию в случае $\dot{\epsilon} = 0,1$ происходит значительно позже по сравнению с более высокими температурами (при $\epsilon = 0,2$).

Понижение температуры деформации до 400 °C не влечет за собой изменений вида кривых течения, но происходит смещение σ_{max} и выхода на установившуюся стадию в область более высоких степеней деформации. В случае же $\dot{\epsilon} = 0,1$ с⁻¹ выход на установившуюся стадию не достигается. Максимальные значения напряжений течения увеличиваются до 880, 780 и 720 МПа при 400 °C ($\dot{\epsilon} = 5, 1$ и 0,1 с⁻¹).

При понижении температуры деформации до 300 °C при всех скоростях рост напряжения течения сменяется выходом на установившуюся стадию при степени деформации ϵ более 0,5 при $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹, а в случае $\dot{\epsilon} = 1$ и 0,1 с⁻¹ установившаяся стадия не достигается. Максимальное значение сопротивления деформации при $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹ составляет 1160 МПа.

Таким образом, температура 300 °С является для сплава 1 границей, обозначающей переход от «высокотемпературного» типа кривых течения (с установившейся стадией) к «низкотемпературному» (без установившейся стадии).

Начиная с 200 °С, процессы упрочнения превалируют над процессами разупрочнения при любых скоростях деформации, поэтому установившаяся стадия не достигается. В этом случае для обозначения максимального значения сопротивления деформации используем σ_{max}^* – сопротивление деформации при $e = 0,9$. С понижением температуры деформации до 100 °С наклон кривых течения становится более крутым. В этом интервале температур происходит значительный рост значений сопротивления деформации при $e = 0,9$: до 1980, 1880 и 1810 МПа при $\dot{e} = 5, 1$ и $0,1 \text{ с}^{-1}$.

Кривые течения сплава 2, обладающего повышенным содержанием никеля, приведены на рисунке 31. После всех режимов обработки уровень сопротивления деформации выше, чем у сплава 1. Также увеличение содержания никеля влечет за собой некоторые изменения характера течения сплава 2 по сравнению со сплавом 1.

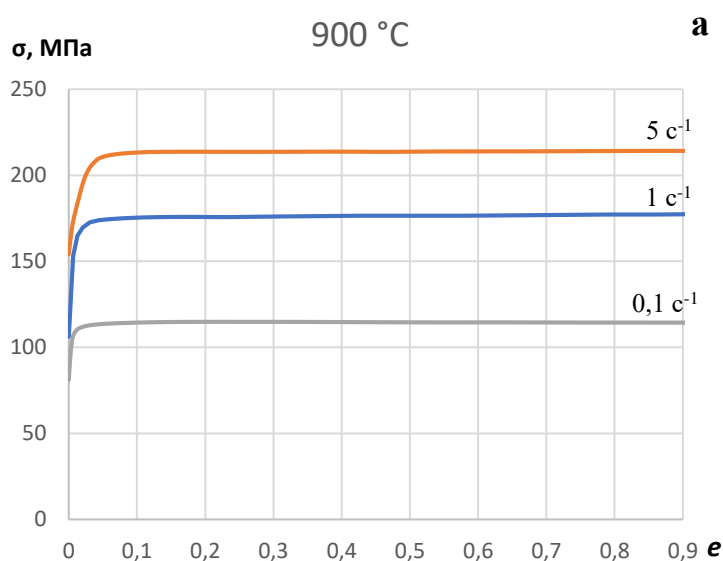
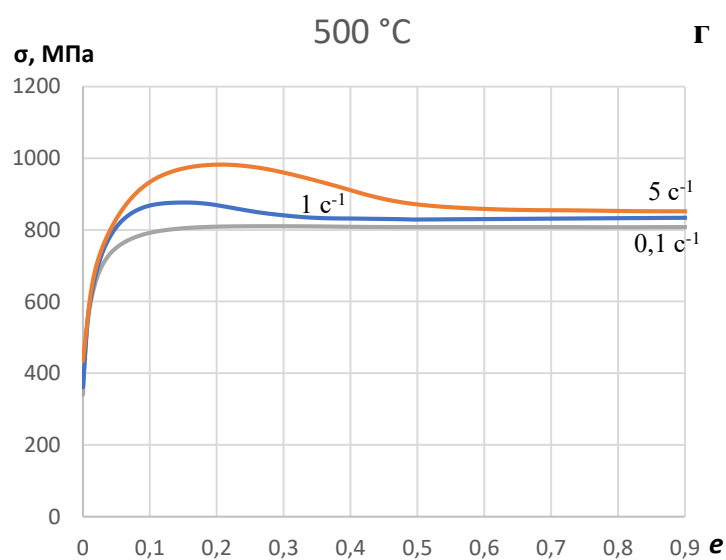
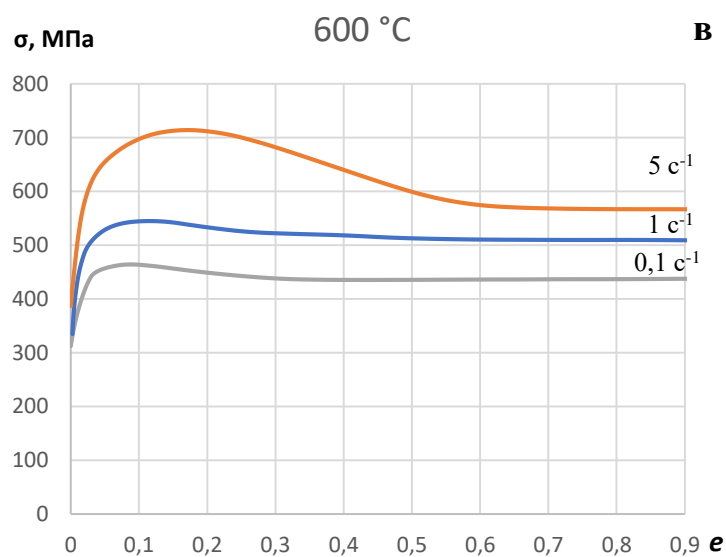
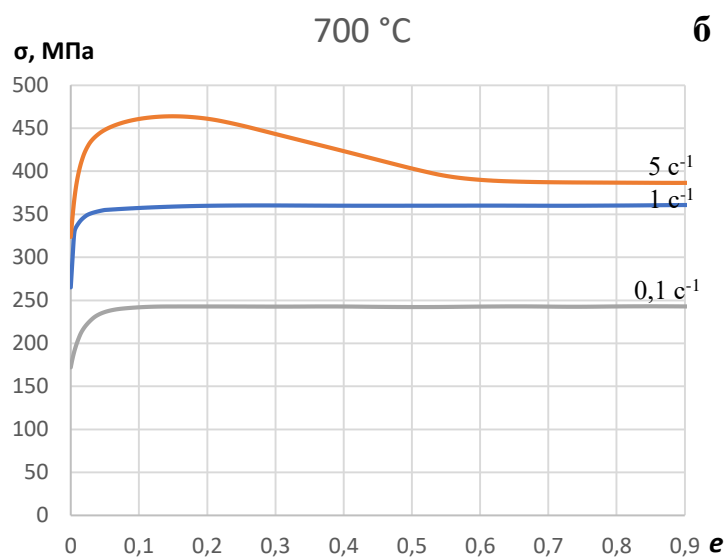
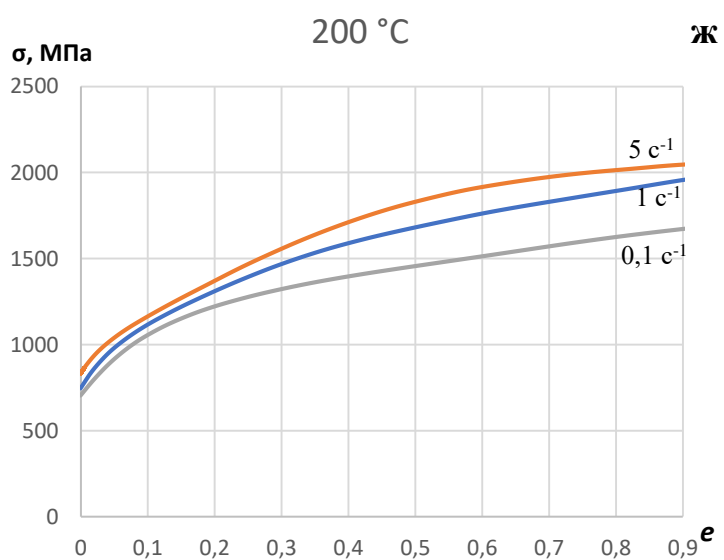
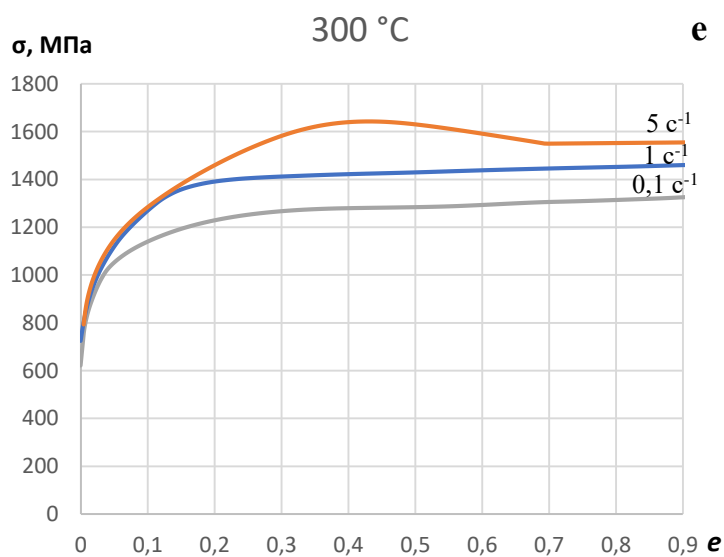
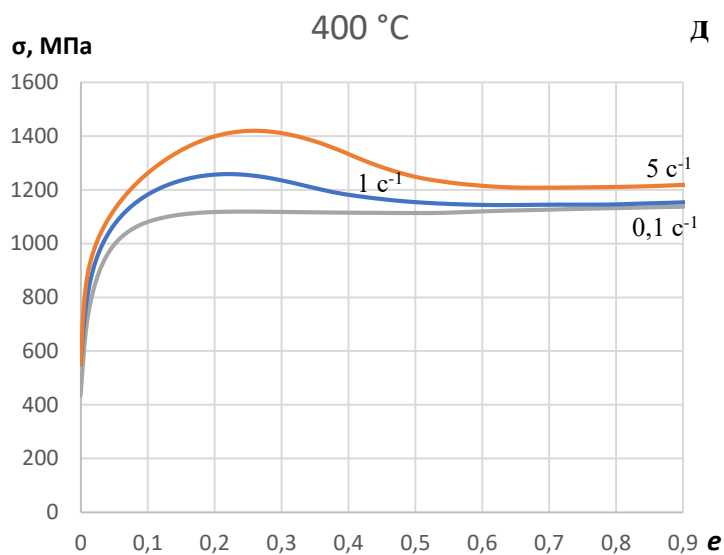


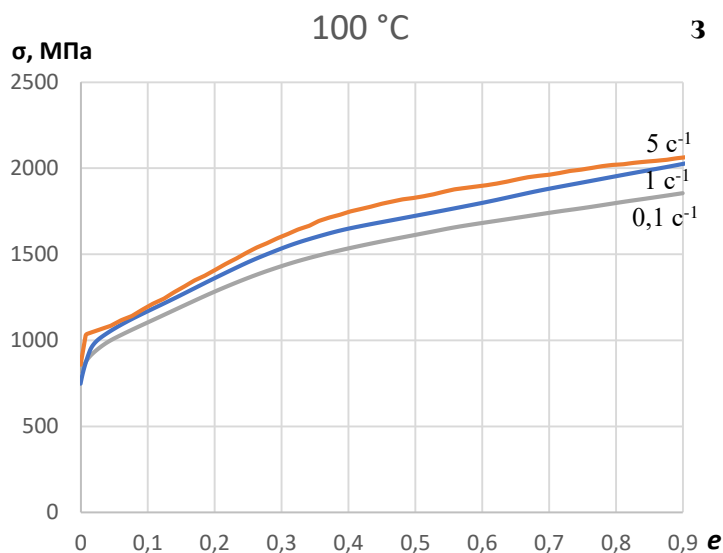
Рисунок 31 – Кривые течения сплава 2 при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 с^{-1} при температурах: 900 °С (а), 700 °С (б), 600 °С (в), 500 °С (г), 400 °С (д), 300 °С (е), 200 °С (ж), 100 °С (з)



Продолжение рисунка 31



Продолжение рисунка 31



Продолжение рисунка 31

При температуре деформации 900 °C в сплаве 2 аналогично сплаву 1 напряжение течения быстро выходит на установившуюся стадию. При этом сопротивление деформации на установившейся стадии с увеличением $\dot{\epsilon}$ с 0,1 до 5 с⁻¹ возрастает с 110 до 210 МПа. Все кривые течения расположены каскадом одна под другой с уменьшением скорости деформации.

Понижение температуры деформации до 700 °C при $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹ приводит к изменению характера течения металла. На кривой течения появляется отчетливый максимум ($\sigma_{max} = 460$ МПа) при $\epsilon = 0,15$ с последующим постепенным уменьшением напряжения и выходом на установившуюся стадию при $\epsilon = 0,7$ и $\sigma_{уст} = 390$ МПа. Деформация с меньшими скоростями ($\dot{\epsilon} = 0,1$ и 1 с⁻¹) выходит на установившуюся стадию уже при малых степенях деформации ($\epsilon < 0,1$).

Понижение температуры деформации до 600 °C сопровождается появлением «пика» на диаграммах деформации со всеми скоростями. При этом следует отметить, что высота пика $\Delta\sigma$ при $\dot{\epsilon} = 0,1$ с⁻¹ и 1 с⁻¹ составляет десятки МПа, а при $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹ – более 100 МПа. Выход на установившуюся стадию при $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹ происходит при $\epsilon = 0,6$ – позже по сравнению с $\dot{\epsilon} = 1$ ($\epsilon = 0,3$) и $\dot{\epsilon} = 0,1$ ($\epsilon = 0,25$). Значения сопротивления деформации на установившейся стадии составляют 580, 530 и 440 МПа (при скоростях деформации 5, 1 и 0,1 с⁻¹ соответственно).

При температурах деформации 500 и 400 °C и $\dot{\epsilon} = 1$ с⁻¹ и 5 с⁻¹ также наблюдается переход сопротивления деформации через максимум: $\sigma_{max} = 880$ МПа ($T = 500$ °C, $\dot{\epsilon} = 1$ с⁻¹), 1260 МПа ($T = 500$ °C, $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹), 980 МПа ($T = 400$ °C, $\dot{\epsilon} = 1$ с⁻¹), 1420 МПа ($T = 400$ °C, $\dot{\epsilon} = 5$ с⁻¹), и последующий выход на установившуюся стадию при $\sigma_{уст} = 830$ МПа

($T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 1\text{ c}^{-1}$), 870 МПа ($T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 5\text{ c}^{-1}$), 1160 МПа ($T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 1\text{ c}^{-1}$), 1220 МПа ($T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 5\text{ c}^{-1}$). При данных температурах и деформировании с низкой скоростью $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ c}^{-1}$ происходит выход на установившуюся стадию до $e = 0,2$.

При температуре деформации $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ и скорости $\dot{\epsilon} = 5\text{ c}^{-1}$ наблюдается очень пологий максимум с последующим выходом на установившуюся стадию при $e = 0,7$ и $\sigma_{уст} = 1550$ МПа. При скоростях $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ c}^{-1}$ и 1 c^{-1} установившаяся стадия, как и в сплаве 1, не достигается и напряжение растет до 1430 и 1260 МПа соответственно. Следовательно, и для сплава 2 температура $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ является граничной между высокотемпературным и низкотемпературным типами деформационного поведения.

Так же, как и в случае деформации сплава 1, при $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ в сплаве 2 процессы упрочнения уже существенно превалируют над процессами разупрочнения. При степени деформации $e = 0,9$ и скорости $\dot{\epsilon} = 5\text{ c}^{-1}$ напряжение течения превышает 2000 МПа.

При уменьшении температуры деформации до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ угол наклона кривых течения увеличивается. При данной температуре значения сопротивления деформации σ_{max}^* при $e = 0,9$ равны 2080 МПа ($\dot{\epsilon} = 5\text{ c}^{-1}$), 2050 МПа ($\dot{\epsilon} = 1\text{ c}^{-1}$) и 1850 МПа ($\dot{\epsilon} = 0,1\text{ c}^{-1}$).

Кривые течения сплава 1 и сплава 2 при комнатной температуре ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) представлены на рисунке 32. Деформация обоих сплавов при комнатной температуре характеризуется очень высоким деформационным упрочнением.

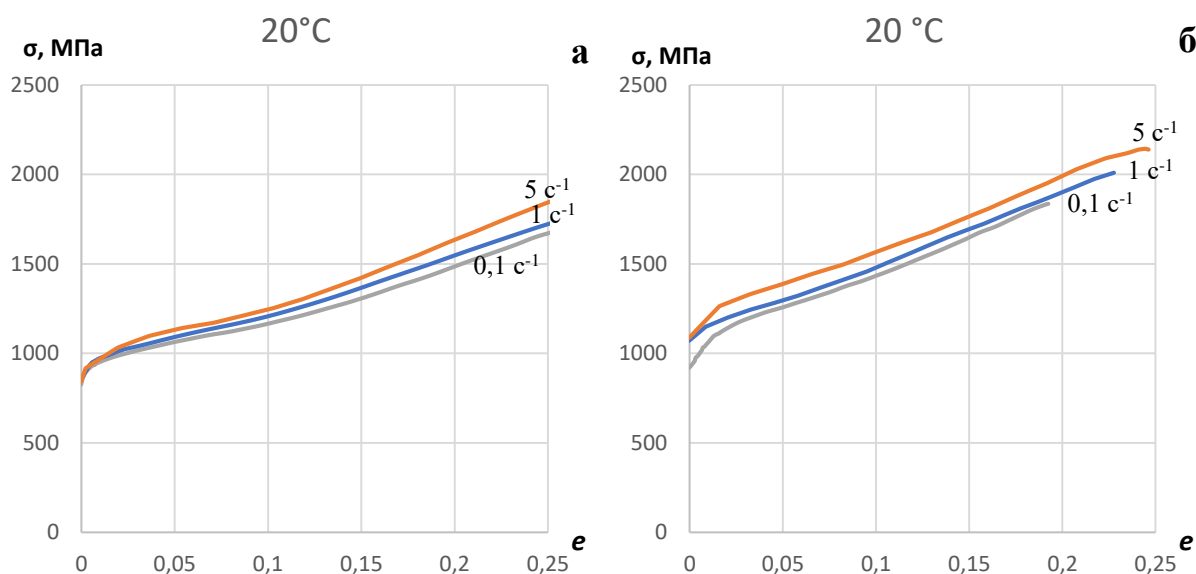


Рисунок 32 – Кривые течения сплава 1 (а) и сплава 2 (б) при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 c^{-1} при температуре $20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Во время холодной деформации обоих сплавов процессы упрочнения сразу начинают значительно преобладать над процессами разупрочнения: кривые течения имеют наиболее крутой наклон по сравнению с другими температурами деформации. С повышением скорости деформации сопротивление деформации увеличивается, характер течения металла при этом не изменяется, кривые течения расположены одна под другой. При комнатной температуре уже при степени деформации $\epsilon = 0,2$ сопротивление деформации сплава 2 и сплава 1 составляет 1880 и 1450 МПа ($\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$), 1910 и 1560 МПа ($\dot{\epsilon} = 1 \text{ с}^{-1}$), 2000 и 1650 МПа ($\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$). Для сравнения, при $T = 100 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$ и степени деформации $\epsilon = 0,2$ максимальное значение напряжения течения сплава 2 не превышало 1370 МПа.

Следует отметить особенность диаграммы деформации обоих сплавов при комнатной температуре, заключающуюся в наличии наклонного «плато текучести» при деформации $\epsilon \approx 0,1$ и последующего перехода к более сильному упрочнению (рисунок 30). Такой специфический вид диаграммы деформации объясняется развитием деформационной переориентации мартенсита в сплаве 1 и образованием мартенсита под напряжением в сплаве 2 на начальной стадии деформации.

Деформация при $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ не позволила продеформировать образцы до высоких степеней деформации. При всех скоростях деформации сплава 1 и сплава 2 происходило разрушение при $\epsilon = 0,30-0,35$. На рисунке 33 показан образец после разрушения. Разрушение происходило всегда путём среза под углом 45° .



Рисунок 33 – Внешний вид образца сплава 2, разрушенного после деформации сжатием при комнатной температуре при $\epsilon = 0,35$

В связи с разрушением образцов и высокими значениями сопротивления деформации можно сделать вывод, что холодная деформация массивных образцов до больших степеней деформаций без промежуточных отжигов, в отличие от образцов малого сечения ($< 1 \text{ мм}$), практически невозможна. С технологической точки зрения получение массивных заготовок из

никелида титана и использование холодной пластической деформации в цикле термомеханической обработки нецелесообразно.

Для дальнейшего анализа процессов деформации были определены параметры кривых течения, приведенные в таблице 5.

Зависимости максимального значения сопротивления деформации σ_{max}^* сплава 1 (а) и сплава 2 (б) от температуры деформации в интервале 100-900 °С при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 с⁻¹ и степени деформации $e = 0,9$ представлены на рисунке 34. При наличии на кривой установившейся стадии за σ_{max}^* принимали $\sigma_{уст}$ или σ_{max} .

Анализ зависимостей максимального напряжения от температуры и скорости деформации, приведенных на рисунке 34, выявляет различие в характере изменения σ_{max} в сплавах 1 и 2. Значения σ_{max}^* сплава 1 быстро уменьшаются с повышением температуры деформации (рисунок 34 а). Причем максимальная скорость уменьшения σ_{max} наблюдается на начальном температурном отрезке, а затем этот процесс «затухает» по мере роста температуры деформации. Такая температурная зависимость характерна для развития в субструктуре деформированного металла процессов возврата, не усложненного наложением деформационного старения. В стареющем же сплаве 2 дисперсионное упрочнение от выделяющейся фазы Ti₃Ni₄ (см. подробнее в главе 4) тормозит падение σ_{max}^* (рисунок 34 б). Поэтому область максимально быстрого разупрочнения сплава 2 сдвигается в область температур деформации выше 400 °С.

Таблица 5 – Параметры кривых течения сплавов 1 и 2

$T, ^\circ\text{C}$	$\dot{\epsilon}, \text{c}^{-1}$	$\sigma_{\max}, \text{МПа}$	e_{\max}	$\sigma_{\text{уст}}, \text{МПа}$	$e_{\text{уст}}$	$\sigma_{\max}^*, \text{МПа}$	e_{\max}^*
Сплав 1							
900	5	173	0,1	-	-	-	-
	1	117	0,1	-	-	-	-
	0,1	72	0,04	-	-	-	-
700	5	280	0,04	-	-	-	-
	1	221	0,037	-	-	-	-
	0,1	154	0,034	-	-	-	-
600	5	447	0,01	-	-	-	-
	1	375	0,07	-	-	-	-
	0,1	265	0,05	-	-	-	-
500	5	654	0,26	615	0,53	-	-
	1	570	0,21	535	0,5	-	-
	0,1	450	0,2	-	-	-	-
400	5	886	0,4	815	0,75	-	-
	1	785	0,35	765	0,55	-	-
	0,1	720	0,51	-	-	-	-
300	5	1161	0,65	-	-	-	-
	1	998	0,6	-	-	-	-
	0,1	880	0,57	-	-	-	-
200	5	-	-	-	-	1421	0,9
	1	-	-	-	-	1349	0,9
	0,1	-	-	-	-	1300	0,9
100	5	-	-	-	-	1984	0,9
	1	-	-	-	-	1884	0,9
	0,1	-	-	-	-	1815	0,9
Сплав 2							
900	5	210	0,05	-	-	-	-
	1	173	0,04	-	-	-	-
	0,1	112	0,02	-	-	-	-
700	5	465	0,15	395	0,55	-	-
	1	356	0,08	-	-	-	-
	0,1	237	0,05	-	-	-	-
600	5	713	0,18	576	0,58	-	-
	1	544	0,11	527	0,3	-	-
	0,1	463	0,08	441	0,25	-	-
500	5	981	0,19	870	0,5	-	-
	1	876	0,14	835	0,31	-	-
	0,1	800	0,13	-	-	-	-
400	5	1420	0,25	1217	0,58	-	-
	1	1258	0,21	1162	0,46	-	-
	0,1	1112	0,17	-	-	-	-
300	5	1642	0,42	1552	0,69	-	-
	1	1430	0,28	-	-	-	-
	0,1	1263	0,24	-	-	1324	0,9
200	5	-	-	-	-	2047	0,9
	1	-	-	-	-	1950	0,9
	0,1	-	-	-	-	1675	0,9
100	5	-	-	-	-	2080	0,9
	1	-	-	-	-	2050	0,9
	0,1	-	-	-	-	1850	0,9

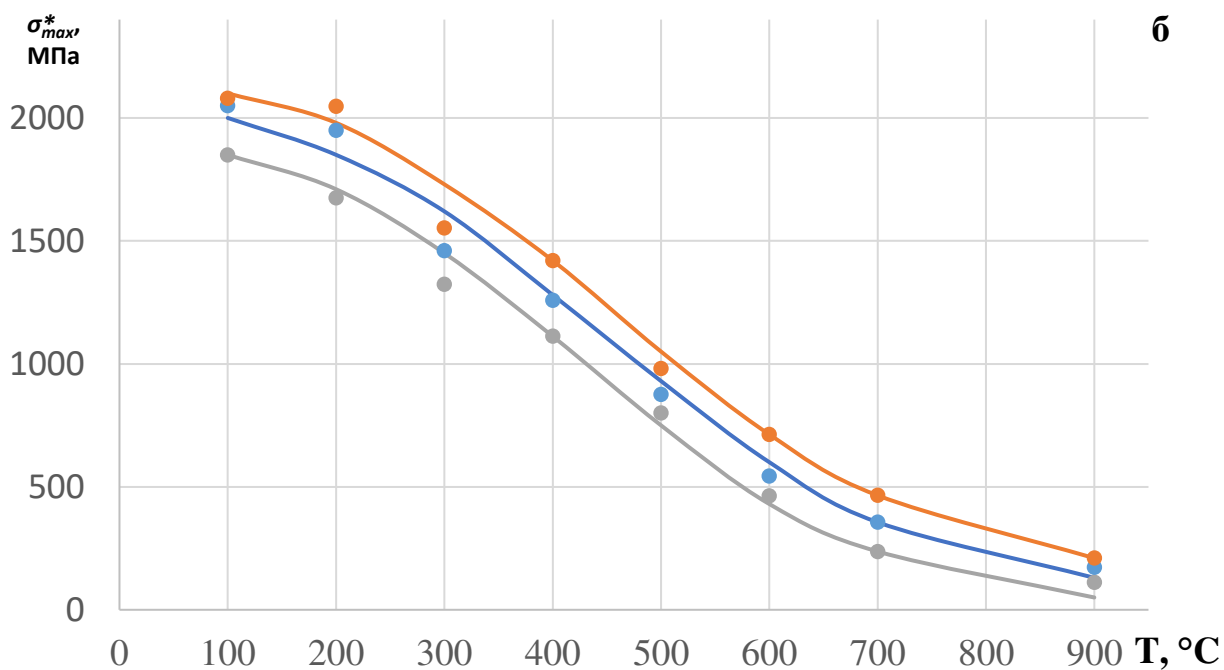
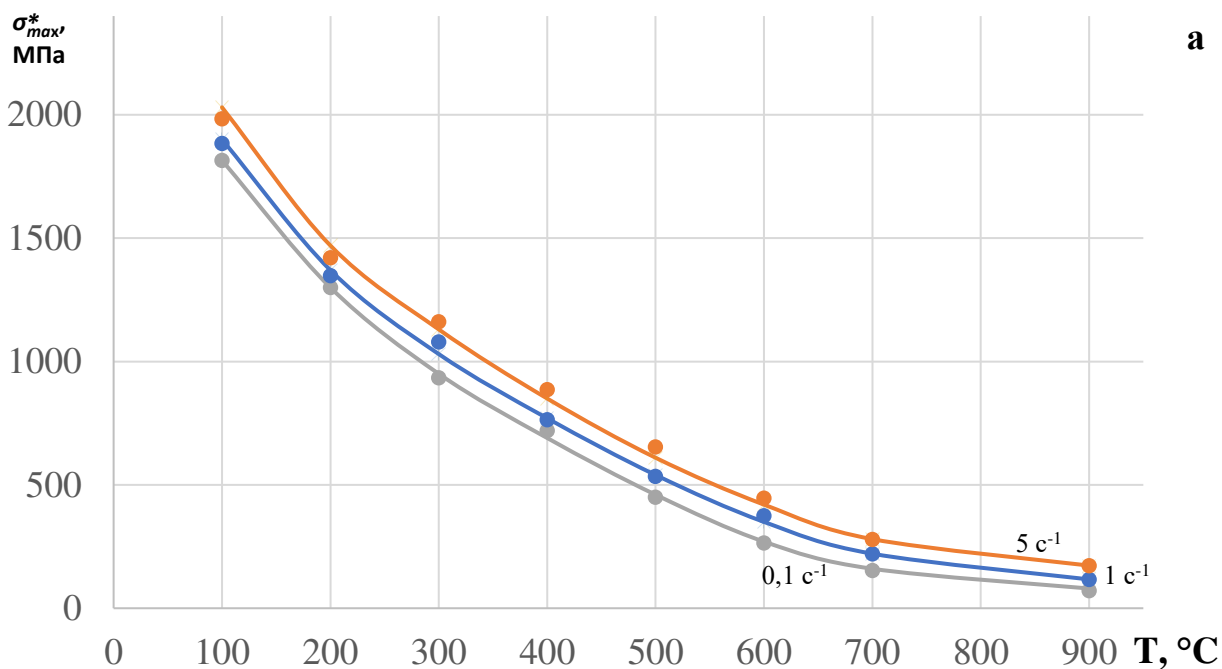


Рисунок 34 – Максимальное значение сопротивления деформации σ_{max} сплава 1 (а) и сплава 2 (б) в интервале температур 100 – 900 °С при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 с⁻¹ и степени деформации $e = 0,9$

Характер изменения параметра e_{max} в сплавах 1 и 2 также различен. Величина e_{max} обозначает не «максимальную деформацию», а деформацию при которой достигается максимальное значение напряжения на кривой течения с установившейся стадией. Значения e_{max} сплава 1 резко уменьшаются с повышением температуры деформации от 300 до 600 °С (рисунок 35 а) и стабилизируются на уровне не выше 0,1 при дальнейшем росте температуры

деформации. В сплаве 2 (рисунок 35 б) e_{max} уменьшается с повышением температуры деформации гораздо медленнее, чем в сплаве 1. Для объяснения этого факта можно привлечь в качестве причины также тормозящее влияние выделяющейся фазы Ti_3Ni_4 в сплаве 2.

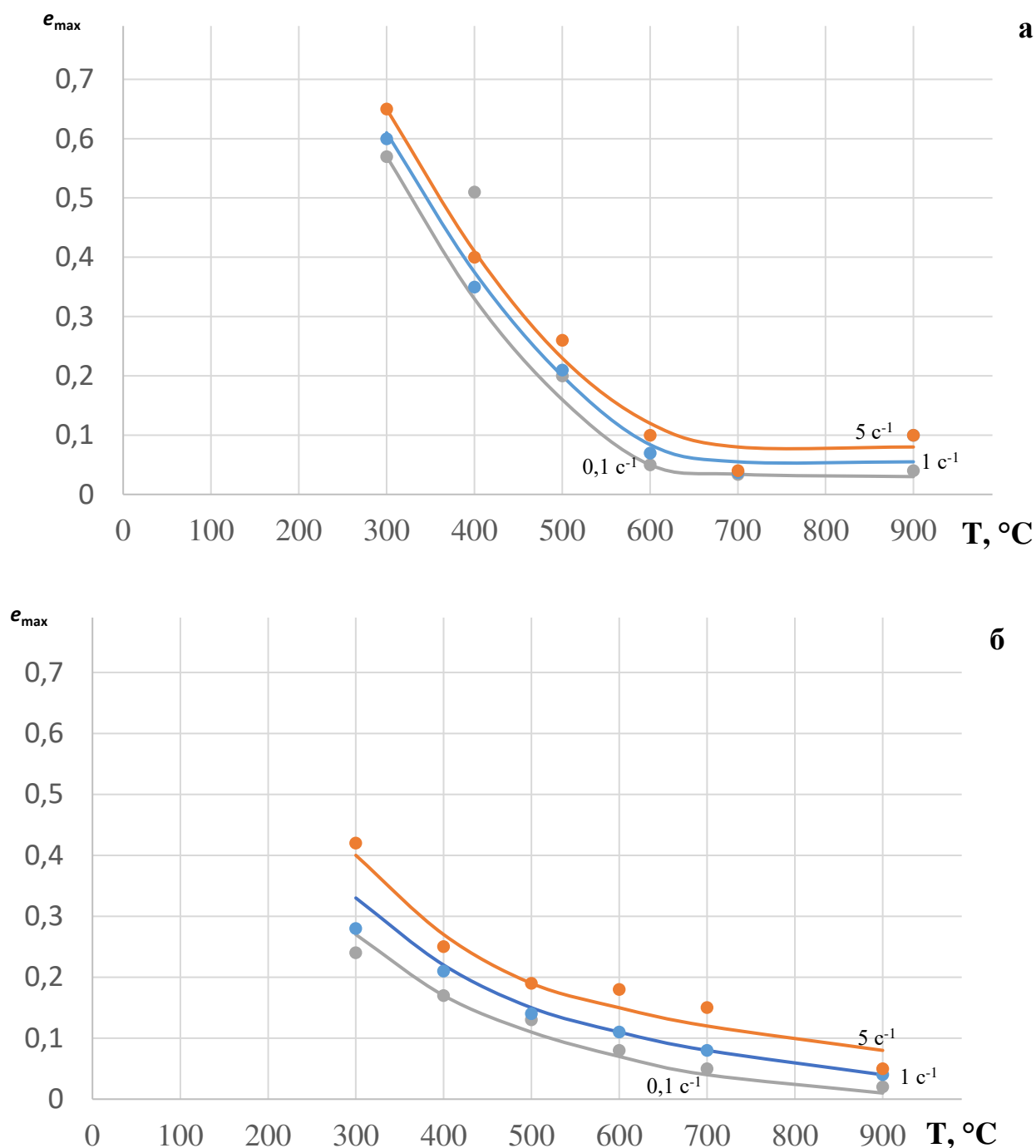


Рисунок 35 – Характер изменения параметра e_{max} сплава 1 (а) и сплава 2 (б) в интервале температур 100 – 900 $^\circ C$ при скоростях деформации 0,1; 1 и 5 s^{-1}

Подводя итоги анализа диаграмм деформации нестареющих и стареющих СПФ Ti-Ni, можно заключить, что полученные экспериментальные зависимости параметров кривых течения данных сплавов от температуры и скорости деформации в дальнейшем будут служить основой для математического моделирования и разработки рациональных технологий процессов ОМД в широком интервале температур и степеней деформаций. Данные о сопротивлении деформации на разных ее стадиях могут быть использованы для выработки рекомендаций и корректировки режимов ОМД с точки зрения оптимизации технологического процесса.

Важный общий вывод, следующий из рассмотрения кривых течения, заключается в достижении установившейся стадии деформации, а следовательно, и возможности формирования благоприятной динамически полигонизованной субструктуры в широком диапазоне температур (от 500 до 300 °C) и скоростей деформации при степенях деформации более 0,5.

Изложенные в данной главе конкретные результаты исследований можно обобщить следующим образом:

1 Впервые построены, описаны и проанализированы диаграммы деформации (кривые течения) сплавов Ti-Ni с памятью формы двух основных подклассов: высокотемпературного (Ti-50,0 ат.% Ni, эквиатомный сплав 1) и низкотемпературного (Ti-50,8 ат.% Ni, заэквиатомный по никелю сплав 2). В результате выполнено первичное экспериментально-физическое моделирование процессов деформации указанных сплавов.

2 Изучены особенности и установлены закономерности развития процессов деформационного упрочнения и разупрочнения СПФ Ti-Ni в максимально широком интервале температур деформации (20-900 °C) при трех различных скоростях деформации (0,1, 1 и 5 с⁻¹) и степенях деформации до $e = 0,9$.

3 Важная общая закономерность, следующая из рассмотрения кривых течения, заключается в достижении установившейся стадии деформации в широких интервалах температур, скоростей и степеней деформации. Это обеспечивает возможность формирования благоприятной динамически полигонизованной субструктуры в широком диапазоне температур (от 500 до 300 °C) при степенях деформации более 0,5.

4 Установлены следующие закономерности и особенности механического поведения СПФ Ti-Ni в зависимости от режимов деформации:

– Холодная (при комнатной температуре) деформация массивных образцов, в отличие от образцов малого сечения, до больших степеней деформаций без промежуточных отжигов практически невозможна в связи с преждевременным разрушением образцов и очень высокими значениями сопротивления деформации. Поэтому, с технологической точки зрения,

использование холодной пластической деформации в цикле термомеханической обработки для получения массивных заготовок из никелида титана нецелесообразно.

– Температура деформации 300 °С является для сплавов 1 и 2 граничной между высокотемпературным и низкотемпературным типами деформационного поведения. Она обозначает переход от «высокотемпературного» типа кривых течения (с установившейся стадией) к «низкотемпературному» (без установившейся стадии).

– Начиная с температуры деформации 200 °С и ниже, процессы упрочнения преобладают над процессами динамического разупрочнения при любых скоростях деформации, поэтому установившаяся стадия не достигается. С понижением температуры деформации до 100 °С интенсивность деформационного упрочнения увеличивается и наклон кривых течения становится более крутым.

– Кинетика деформационно-температурного разупрочнения сплавов 1 и 2 различна. Параметры диаграммы деформации σ_{max} (максимальное напряжение течения) и e_{max} (деформация, отвечающая достижению максимального напряжения течения σ на установившейся стадии) нестареющего сплава 1 уменьшаются с повышением температуры деформации. В стареющем сплаве 2 дисперсионное упрочнение от выделяющейся фазы Ti_3Ni_4 тормозит уменьшение σ_{max} и e_{max} . Поэтому область максимально быстрого разупрочнения сплава 2 сдвигается в область температур деформации выше 400 °С.

Для дальнейшего исследования и выявления наиболее оптимальных режимов с точки зрения структуры и функциональных свойств была выбрана и проведена деформация в диапазоне температур от 100 до 900 °С со степенью $e = 0,5$. Для большинства режимов деформации при $e = 0,5$ процессы упрочнения компенсируются процессами динамического разупрочнения – наступает установившаяся стадия. Это дает возможность сравнения получаемых после различных режимов обработки структур и свойств. Так как профили кривых течения при одной температуре и разных скоростях деформации в большинстве деформационных режимов однотипны, а скорость $\dot{\epsilon} = 1 \text{ с}^{-1}$ является промежуточной, то именно она была выбрана для структурных исследований. При этом учитывали технологический фактор, заключающийся в том, что скорости реальных процессов ОМД, применяемых для деформации данных сплавов, измеряются единицами обратных секунд.

Глава 4 Структура и свойства СПФ Ti-Ni, подвергнутых деформации сжатием и последеформационному отжигу

Исходя из данных, представленных в предыдущей главе, для исследования структуры и свойств с целью выявления оптимальных режимов деформации для формирования наиболее благоприятной структуры и функциональных свойств СПФ Ti-Ni, выбрали наиболее представительный деформационный режим: степень деформации $\epsilon = 0,5$ при скорости $\dot{\epsilon} = 1 \text{ с}^{-1}$. Деформацию осуществили при температурах от 100 до 900 °С. Последеформационный отжиг (ПДО) сплава 1 проводили при 400 °С (1 ч), а сплава 2 – при 430 °С (1 ч), что ниже температур рекристаллизации для этих сплавов (450 и 550 °С соответственно) и определяется необходимостью устранения избыточного деформационного наклепа для повышения пластичности, достижения требуемых функциональных свойств, а также предполагает операцию задания рабочей («вспоминаемой») формы конечному изделию. Результаты исследований структуры и свойств различными методами представлены ниже.

4.1 Влияние температуры деформации на твердость

Прочностные характеристики СПФ, такие как предел прочности, предел текучести и твердость, в значительной степени определяют ресурс основного функционального свойства – полностью обратимой деформации. Чем выше сопротивление пластической деформации, тем большую по величине деформацию можно «навести» и соответственно вернуть при нагреве без развития дислокационного скольжения – с помощью только обратимых механизмов деформации, таких как термоупругое мартенситное превращение, двойникование, переориентация мартенситных кристаллов и др. [149].

Как уже было отмечено, при сжатии цилиндрических образцов деформация в образце распределяется неравномерно. Для оценки однородности деформированного образца измерение твердости проводили в 7 точках (рисунок 26).

В таблице 6 и на рисунке 36 приведены значения твердости HV_1 сплавов 1 и 2 после деформации и после ПДО. В таблице 6 показаны значения HV_1 как в отдельных точках шлифа, так и усредненные по шлифу. Анализ распределения значений твердости по семи точкам шлифа показал некоторое их различие (в пределах 20-30 МПа) между центральными и периферийными точками. Центральная часть шлифа оказывается более «проработанной» при сжатии образца, чем края. При исследовании зеренной структуры это предположение было подтверждено наличием краевых участков с недеформированными зернами.

Таблица 6 – Твердость сплавов 1 и 2 в разных точках шлифа после различных режимов деформации и ПДО

Сплав	Т _{деф} , °С	Т _{ПДО} , °С	Твердость HV ₁ в <i>i</i> -ом участке							$\overline{HV}_1 \pm \delta$, МПа
			1	2	3	4	5	6	7	
1 Ti-50,0 ат.% Ni	Контрольная обработка		197	194	192	199	202	192	212	198 ± 5
	100	—	291	298	290	299	295	300	302	296 ± 4
	200	—	247	260	254	254	251	233	248	250 ± 6
	250	—	261	260	260	257	243	229	249	251 ± 9
	300	—	238	246	237	239	243	246	237	241 ± 3
	350	—	238	236	244	236	245	241	247	241 ± 3
	400	—	222	234	220	235	220	221	213	224 ± 6
	500	—	210	211	216	215	213	213	213	213 ± 1
	600	—	209	225	209	210	196	204	218	210 ± 7
	700	—	196	206	195	196	194	186	208	197 ± 6
	900	—	198	182	175	183	188	194	194	188 ± 6
	200	400	268	238	271	—	—	—	—	259 ± 21
	300	400	233	241	248	—	—	—	—	241 ± 9
	350	400	244	226	238	—	—	—	—	236 ± 11
	400	400	214	232	238	—	—	—	—	228 ± 14
	600	400	208	211	206	—	—	—	—	208 ± 3
2 Ti-50,8 ат.% Ni	Контрольная обработка		286	290	277	273	283	283	—	282 ± 5
	100	—	363	374	355	351	354	344	361	357 ± 7
	200	—	350	335	351	320	324	340	357	339 ± 11
	250	—	343	325	358	337	319	337	338	337 ± 10
	300	—	334	341	310	341	357	329	332	335 ± 11
	350	—	327	325	301	315	318	303	321	316 ± 8
	400	—	326	326	311	306	314	315	313	316 ± 6
	500	—	319	310	296	305	315	297	310	308 ± 7
	600	—	275	276	275	286	286	287	278	280 ± 4
	700	—	279	275	277	268	276	277	263	274 ± 5
	900	—	267	254	263	270	258	254	266	262 ± 5
	100	430	377	374	396	—	—	—	—	382 ± 14
	200	430	398	413	406	—	—	—	—	406 ± 9
	300	430	371	396	375	—	—	—	—	381 ± 16
	350	430	383	387	350	—	—	—	—	373 ± 23
	400	430	355	341	342	—	—	—	—	346 ± 9
	600	430	354	339	350	—	—	—	—	348 ± 9

Следует также отметить, что уровень твердости сплава 1 меньше, чем у сплава 2 примерно на 100 МПа. Это связано с различными механизмами деформации в процессе индентирования. В сплаве 2 при комнатной температуре отпечаток формируется за счет пластической деформации В2-аустенита. А в сплаве 1 наблюдается переориентация термического В19'-мартенсита. При одной температуре испытания фазовый предел текучести аустенита сплава 2 оказывается выше критического напряжения переориентации мартенсита сплава 1 [19, 150].

Значения твердости после контрольной обработки (700 °С, 30 мин) для двух сплавов показаны возле вертикальной оси (рисунок 36). Они соответствуют твердости после деформации при температуре 600-700 °С. Ниже 700 °С в обоих сплавах сохраняется деформационный наклеп. С увеличением температуры деформации от 100 до 900 °С в сплавах 1 и 2 твердость постепенно уменьшается, причем до температуры 500 °С более медленно в сплаве 1 (рисунок 36). Это уменьшение твердости объясняется все более интенсивным протеканием динамических процессов разупрочнения (возврата, полигонизации и рекристаллизации) с ростом температуры деформации, а его замедление в сплаве 2 по сравнению со сплавом 1 – тормозящим влиянием деформационного старения, как и на величины σ_{max}^* и e_{max} .

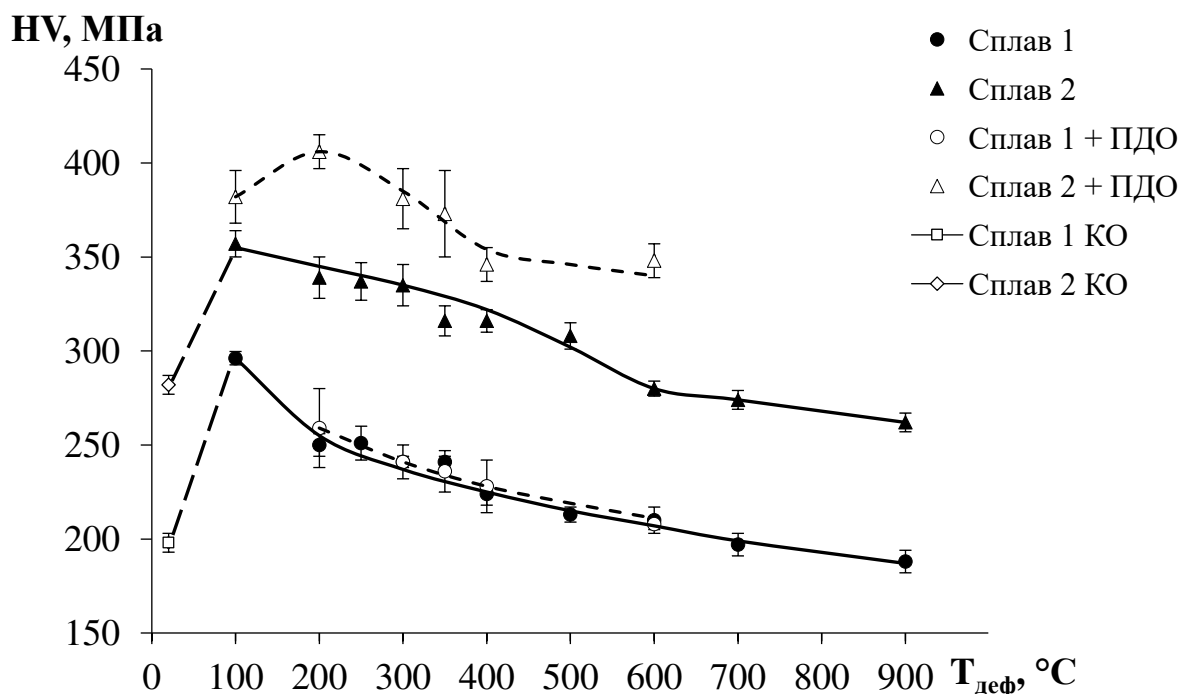


Рисунок 36 – Изменение твердости сплавов 1 и 2 после деформации по различным режимам и последеформационного отжига

Наибольшее деформационное упрочнение в обоих сплавах наблюдается после деформации при 100 °С. Минимальные значения твердости соответствуют деформации при 900 °С.

Отжиг сплава 1 после деформации при разных температурах не приводит к изменению твердости по сравнению с деформированным состоянием. Как было показано в главе 3, при температуре 400 °С в сплаве 1 еще сохраняется развитая дислокационная субструктура В2-аустенита с высокой плотностью дислокаций, что, видимо, и не дает развиваться сильному разупрочнению при ПДО после низкотемпературной деформации. При деформации же сплава 1 выше 400 °С дополнительный отжиг ниже температуры деформации не вносит значимых структурных изменений.

В стареющем сплаве 2 ситуация отличается. ПДО при 430 °С сопровождается выделением фазы Ti_3Ni_4 и дисперсионным упрочнением. Твердость возрастает на 40-60 МПа при ПДО после деформации в интервале 100-600 °С (рисунок 34). Поскольку в сплаве 1 ПДО в отсутствие процессов старения не привел к изменению твердости, то наблюдаемое в сплаве 2 повышение твердости можно отнести целиком за счет дополнительного упрочняющего влияния выделяющихся при ПДО частиц фазы Ti_3Ni_4 .

4.2 Структурные исследования

4.2.1 Рентгеноструктурный анализ

Изменение фазового состава сплавов 1 и 2 в результате сжатия образцов при различных температурах и ПДО прослежено с помощью рентгенографического анализа.

В сплаве 1, как видно из рентгенограмм, приведенных на рисунке 37, при комнатной температуре после КО основная фаза – В19'-мартенсит, наряду с небольшим количеством В2/R-фаз. Деформация в интервале температур 100-900 °С не приводит к качественному изменению фазового состава, но изменение температуры деформации вызывает изменение соотношения фаз и деформационного наклепа. Ширина рентгеновских линий мартенсита увеличивается по сравнению с КО, причем в тем большей мере, чем ниже температура деформации, что свидетельствует об увеличении концентрации дефектов решетки (дислокаций, субграниц).

После деформации при 200-700 °С наблюдается заметное повышение интенсивности в области существования R- и/или В2-фазы (42-43 градуса 2θ). При использованных температурах в интервале 200-900 °С пластическая деформация осуществляется в состоянии В2-аустенита. Субструктура аустенита наследуется при охлаждении мартенситом и при

комнатной температуре присутствуют наклепанные фазы: B19'-мартенсит, R и, возможно, B2-аустенит. На рентгенограмме, полученной после деформации при 100 °С, кроме линий B19'-мартенсита присутствуют довольно сильные линии R- и B2-фаз. Деформация при 100 °С соответствует области температур не выше температуры M_d . В этом случае наблюдается пластическая деформация мартенсита, сопровождающаяся понижением температуры M_s , и при комнатной температуре фиксируется повышенное количество B2 и R-фаз [3, 78, 150].

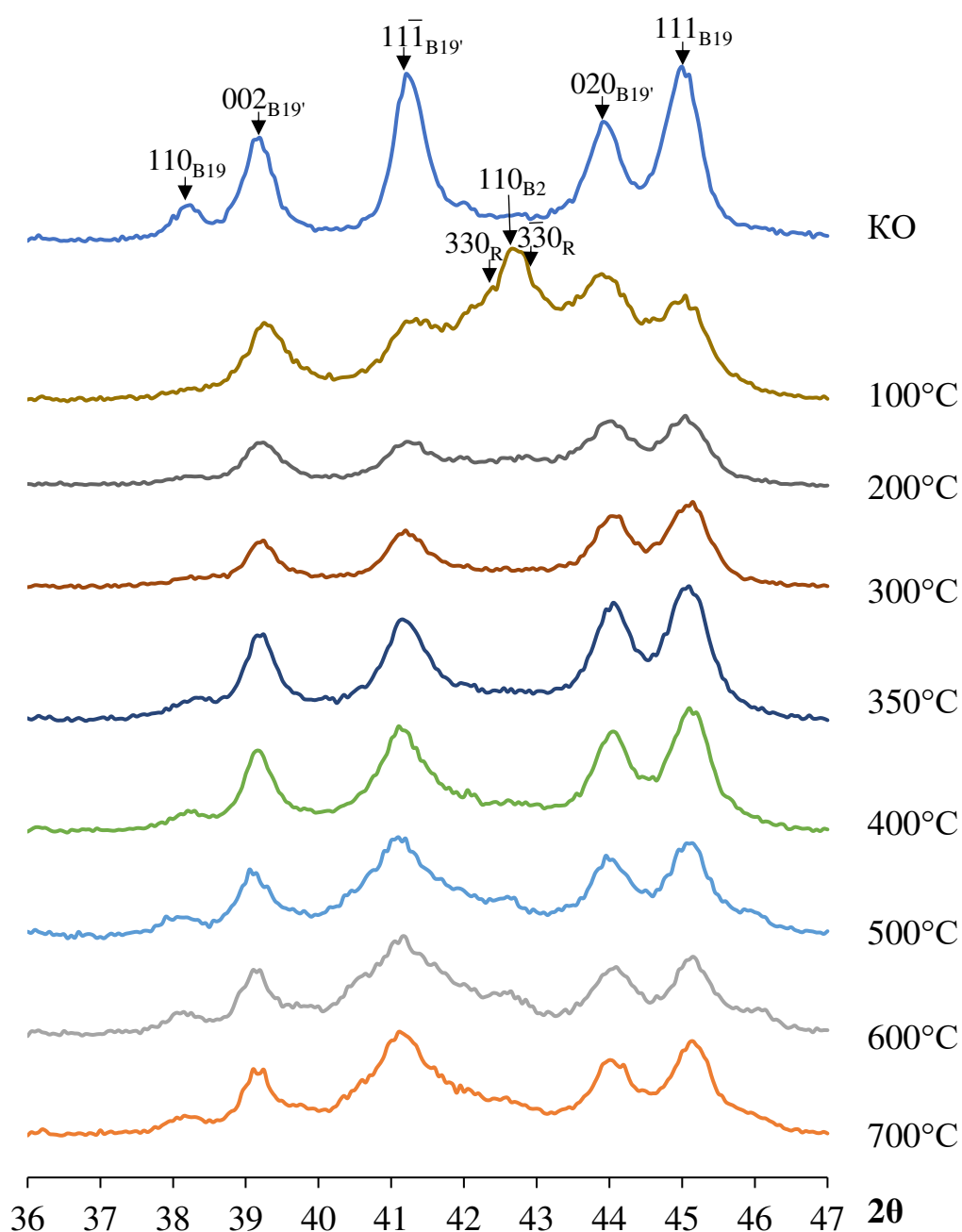


Рисунок 37 – Рентгенограммы сплава 1 при комнатной температуре после различных режимов обработки

На рисунке 38 рентгенограммы сплава 1, полученные после ПДО при 400 °С, приведены пунктирной линией над рентгенограммами соответствующих деформационных обработок из рисунка 37.

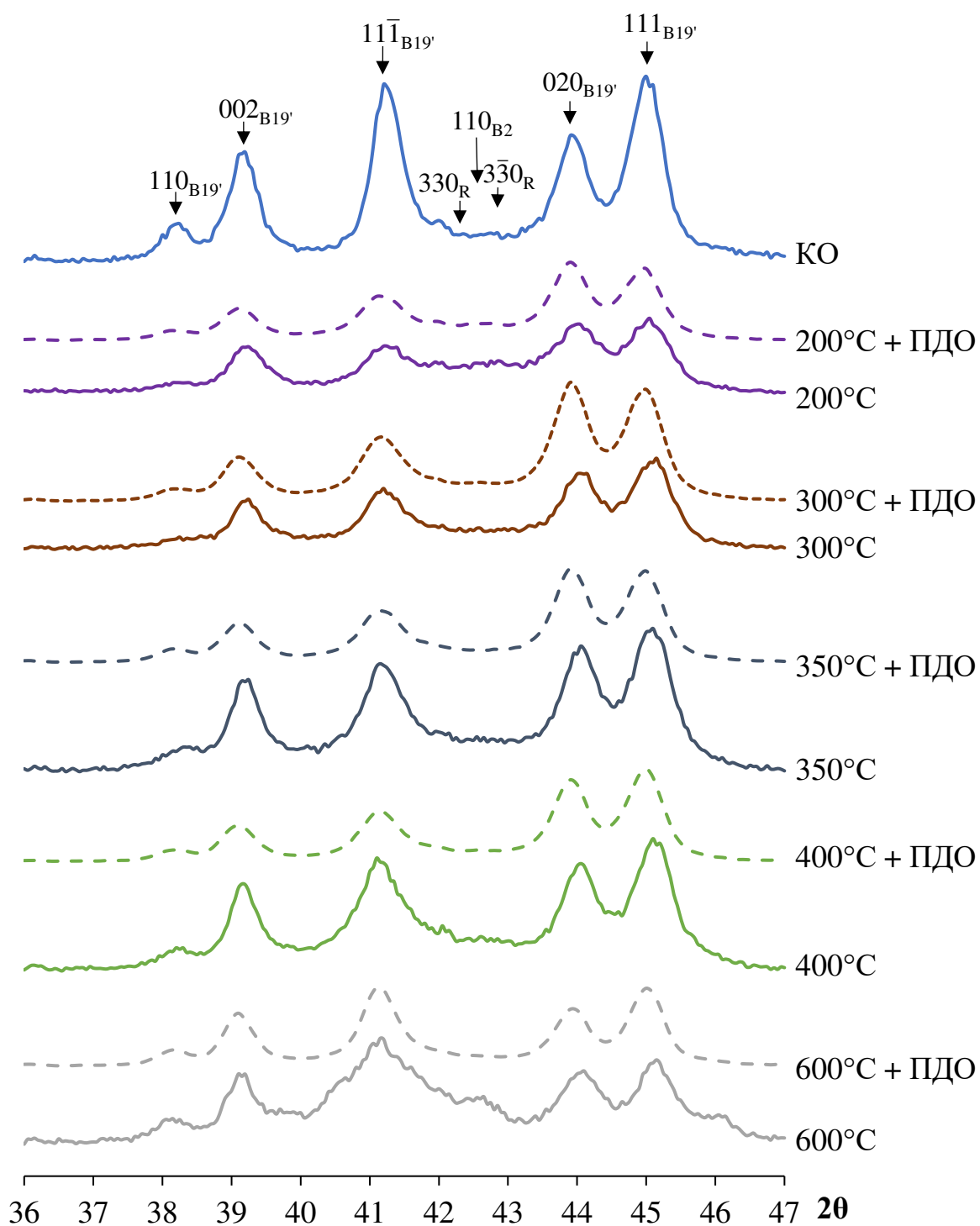


Рисунок 38 – Рентгенограммы сплава 1 при комнатной температуре после различных режимов обработки и последеформационного отжига

Фазовый состав сплава после ПДО качественно не изменился. При комнатной температуре после всех режимов обработки присутствуют сильные линии В19'-мартенсита. Количество остаточных фаз (R и/или В2) после ПДО заметно уменьшается, что может быть следствием повышения мартенситной точки из-за уменьшения дефектности решетки.

Действительно, как показало определение ширины рентгеновской линии (002) В19'-мартенсита (таблица 7, рисунок 39), ПДО частично устраняет наклеп и уменьшает дефектность решетки.

Таблица 7 – Ширина линии {002} В19' мартенсита сплава 1

Обработка	Температура съемки, °С	B_{002} , 2 θ
Контрольная обработка (КО)	22	0,49
Деформация при 700 °С		0,49
Деформация при 600 °С		0,50
Деформация при 600 °С + ПДО		0,50
Деформация при 500 °С		0,51
Деформация при 400 °С		0,52
Деформация при 400 °С + ПДО		0,52
Деформация при 350 °С		0,54
Деформация при 350 °С + ПДО		0,54
Деформация при 300 °С		0,56
Деформация при 300 °С + ПДО		0,55
Деформация при 200 °С		0,60
Деформация при 200 °С + ПДО		0,56
Деформация при 100 °С		0,65

Измерение ширины рентгеновских линий B_{hkl} позволяет оценить изменение дефектности кристаллической решетки в интервале использованных температур деформации. B_{hkl} была измерена для линий (002)_{В19'} сплава 1 и (110)_{В2} и (211)_{В2} сплава 2.

В сплаве 1 наблюдается небольшое плавное уменьшение ширины линии при увеличении температуры деформации от 100 до 700 °С за счет протекания процессов возврата и полигонизации в интервале температур (100-350 °С) и рекристаллизации (450-550 °С).

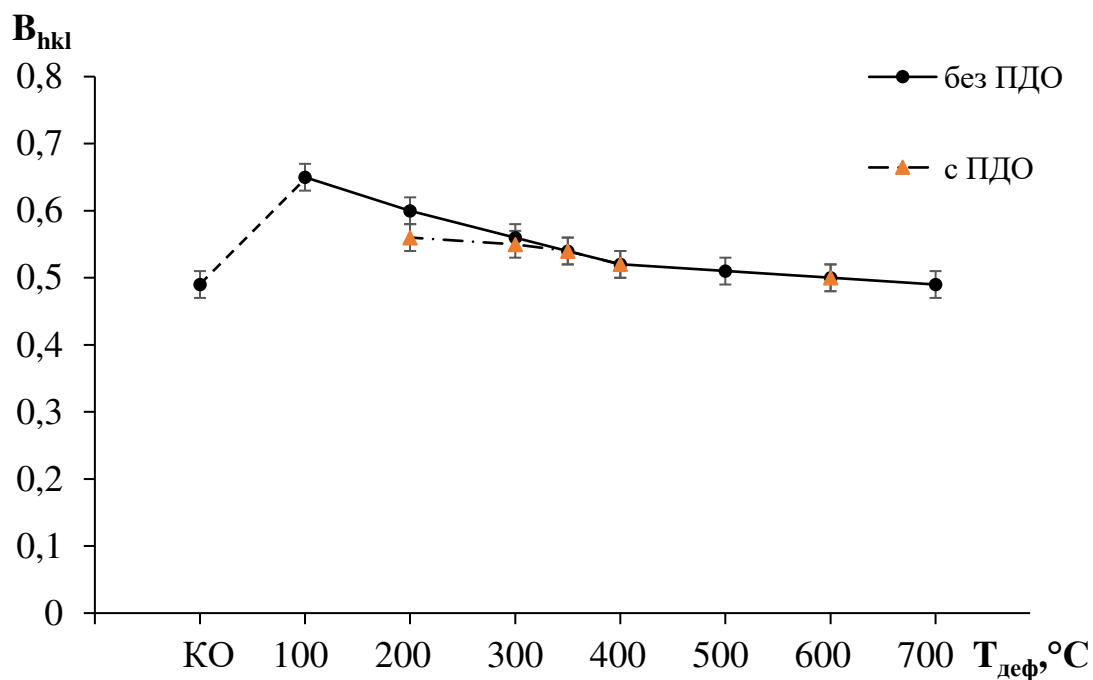


Рисунок 39 – Изменение ширины линии B_{002} $B19'$ -мартенсита в сплаве 1 после деформации и последеформационного отжига

При 600 и 700 °C возможен рост рекристаллизованных зерен [151], дефектность решетки которых соответствует контрольной обработке. Следует отметить, что величина $B_{(002)}$ даже после КО весьма велика ($\sim 0,5^\circ$ в ед. 2θ), что объясняется высокой дефектностью решетки, присущей самому мартенситу.

ПДО после деформации при температурах ниже 300 °C приводит к небольшому уменьшению ширины линии за счет развития процессов статического возврата и полигонизации при температуре, превышающей температуру предварительной деформации. При увеличении температуры деформации выше 350 °C влияние ПДО на ширину линии незначительно, поскольку сформированная при температурах, равных или превышающих температуру деформации, структура и субструктура устойчива при той же температуре ПДО 400 °C вследствие резкого уменьшения накопленной энергии деформации.

В сплаве 2, имеющем при комнатной температуре после КО однофазную структуру $B2$ -аустенита, видимых изменений в фазовом составе в результате деформации в интервале температур 100-900 °C также не происходит (рисунок 40, таблица 8). Положение пика линии $(110)_{B2}$ практически не изменяется в пределах $\pm 0,03\ 2\theta$, что говорит об отсутствии значительных макронапряжений в металле.

ПДО не влечет значимого изменения профилей рентгеновских линий сплава 2 снятых при комнатной температуре (рисунок 40).

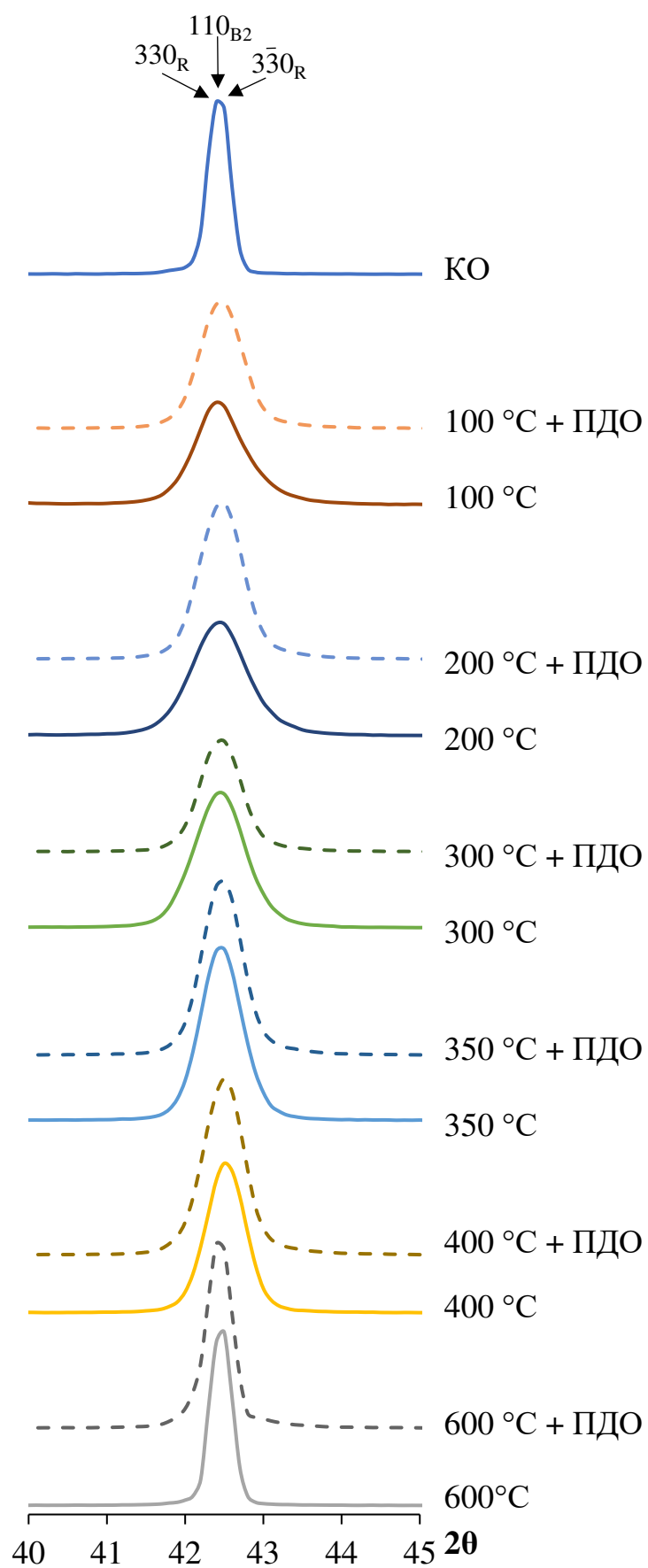


Рисунок 40 – Рентгенограммы сплава 2 при комнатной температуре после различных режимов обработки и последеформационного отжига

Следует отметить, что ширина линии $\{110\}_{B2}$ в этом сплаве определяется не только дефектностью решетки, но и вкладом R-фазы, дублет линий $(330-3\bar{3}0)$ которой накладывается на синглет $\{110\}_{B2}$. На присутствие R-фазы прямо указывает асимметрия профиля линии $\{211\}$ B2-аустенита после деформации при 250 °С, которая свидетельствует о наложении на нее триплета $(633-6\bar{3}3-6\bar{3}3)$ R-фазы. Сравнение профилей линии $\{211\}$ после деформации при 500 и 250 °С и смещение положения ее пика подтверждает также увеличение деформационного наклепа при понижении температуры деформации (рисунок 41).

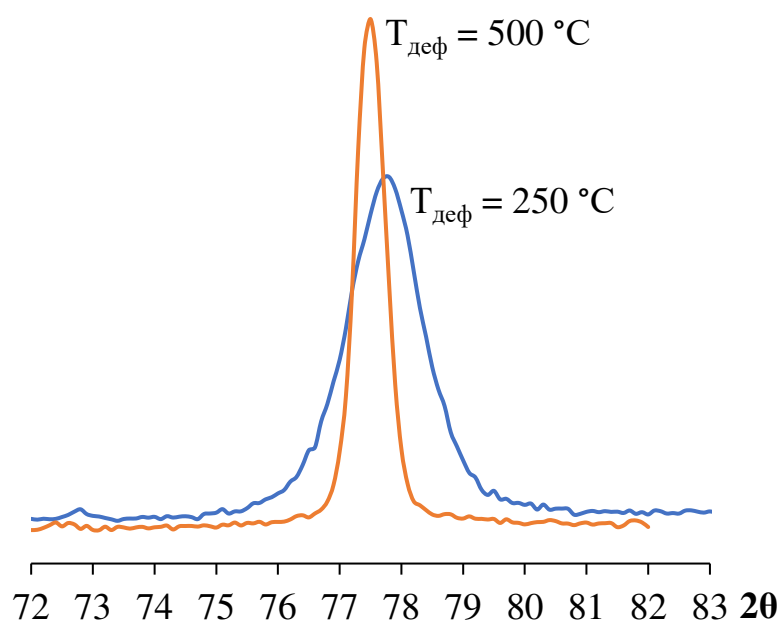


Рисунок 41 – Профили линии $\{211\}$ B2-аустенита сплава 2 при комнатной температуре после различных режимов обработки

Значения ширины линии и координаты пика $\{110\}$ B2 аустенита после деформации и в результате ПДО представлены в таблице 8 и на рисунке 42.

Таблица 8 – Ширина линии и координаты пика $\{110\}$ В2 аустенита

Обработка	Температура съемки, °С	$B_{(110)B2},$ 2θ	Координаты $\{110\}, 2\theta$
Контрольная обработка	22	0,39	42,45
Деформация при 100 °С		0,80	42,43
Деформация при 100 °С + ПДО		0,76	42,46
Деформация при 200 °С		0,80	42,45
Деформация при 200 °С + ПДО		0,76	42,49
Деформация при 300 °С		0,76	42,43
Деформация при 300 °С + ПДО		0,71	42,51
Деформация при 350 °С		0,65	42,45
Деформация при 350 °С + ПДО		0,65	42,51
Деформация при 400 °С		0,65	42,51
Деформация при 400 °С + ПДО		0,64	42,50
Деформация при 600 °С		0,39	42,48
Деформация при 600 °С + ПДО		0,39	42,46

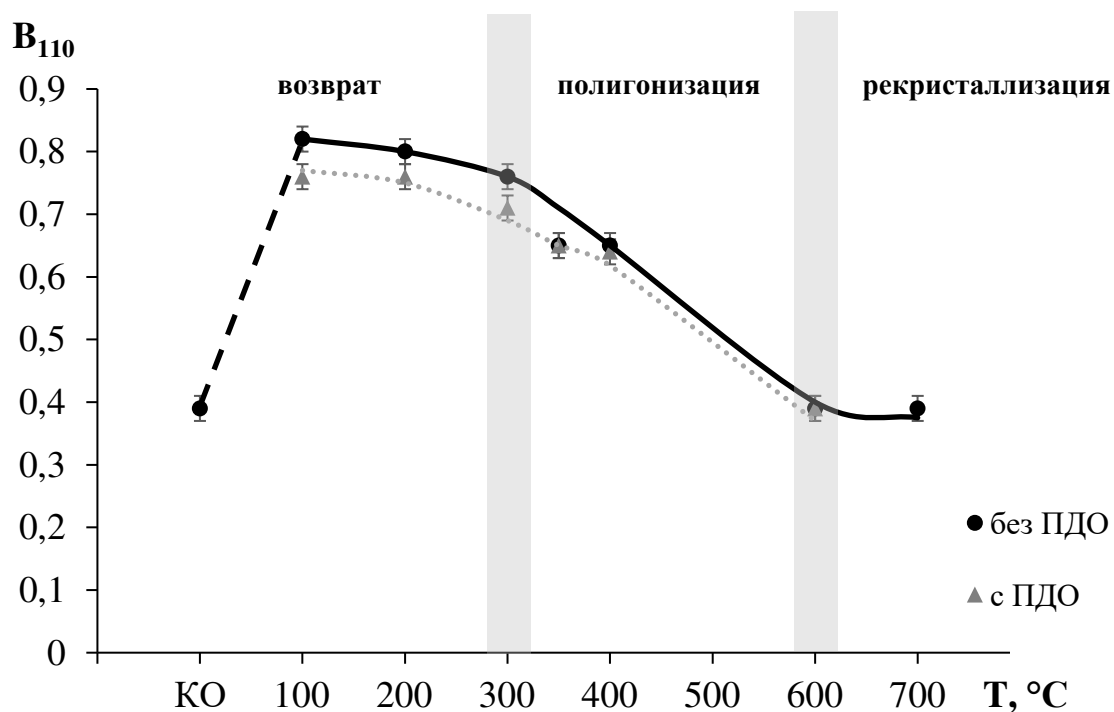


Рисунок 42 – Изменение ширины линии $\{110\}$ В2-аустенита сплава 2 после деформации при различных температурах и ПДО

Сравнение закономерностей влияния ПДО на ширину рентгеновской линии двух сплавов (таблицы 7, 8, рисунки 39, 42) показывает, что они идентичны. Различие заключается в торможении процесса уменьшения ширины линии в сплаве 2 по сравнению со сплавом 1 вследствие «барьерного» действия частиц фазы Ti_3Ni_4 в интервале температур 350-500 °С. После деформации при температуре 600 °С ширина линии снижается до 0,39 °, что соответствует уровню контрольной обработки, а выделение частиц фазы Ti_3Ni_4 при ПДО не приводит к ее повышению (таблица 8, рисунок 42). Сама же общая закономерность влияния ПДО на ширину рентгеновской линии, наблюдаемая в обоих сплавах, может быть сформулирована следующим образом: как в нестареющих, так и в стареющих СПФ Ti-Ni, отжиг при температуре, превышающей температуру деформации, приводит к уменьшению дефектности решетки и соответствующему уменьшению ширины рентгеновской линии; отжиг при температуре деформации или ниже ее не приводит к уменьшению дефектности решетки.

4.2.2 Световая и сканирующая электронная микроскопия

При травлении шлифов сплава 1 границы зерен выявить не удалось. По мере травления происходил неравномерный, но не связанный с реальными структурными составляющими растрав поверхности (рисунок 43). Подобные неудачные попытки вытравливания структурных составляющих эквивалентного сплава Ti-Ni были предприняты и ранее [10, 152].

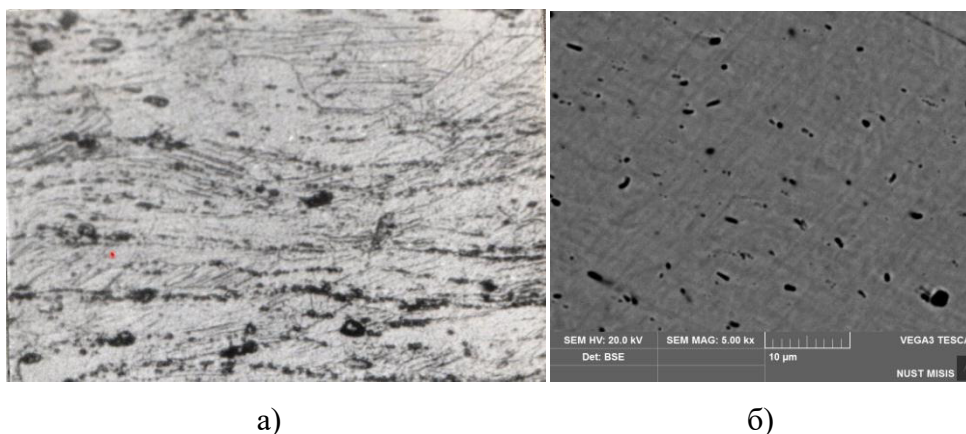


Рисунок 43 – Структура сплава 1 после деформации при 600 °С (а – световая микроскопия) и при 250 °С (б – СЭМ)

Результаты исследования зеренной структуры сплава 2 в исходном состоянии до деформации и после деформации при различных температурах приведены на рисунках 44-46.

Структура, полученная в результате деформации при температурах от 100 до 600 °С, отличается неоднородностью. Как было показано выше (см. пункт 4.1), распределение значений твердости по семи точкам шлифа показало некоторое их различие (в пределах 20-30 МПа) между центральными точками (точки 2, 3, 4, 7 на рисунке 26) и периферийными (точка 1, 5, 6 на рисунке 26). То есть, внутренняя часть образца при сжатии оказывается более «проработанной», чем края. Это предположение было подтверждено исследованием структуры образцов сплава 2 при комнатной температуре. Исследование структуры по всему полю шлифа показало наличие областей с вытянутыми, имеющими преимущественное направление зернами в центральной части шлифа и краевых участков с приблизительно равноосными зернами, как правило, более мелкими, чем в центре (рисунок 44).

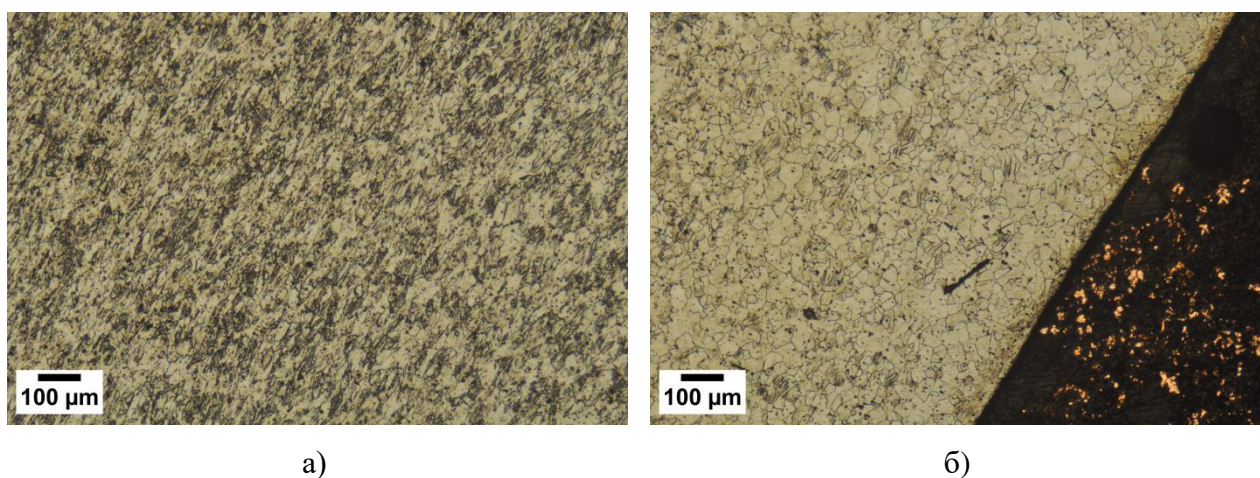


Рисунок 44 – Структура сплава 2 в центре (а) и на периферии (б) шлифа.

Сплав 2, $T_{\text{деф}} = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Световая микроскопия

В результате контрольной обработки – 30-минутного отжига при 700 °С – образовалась рекристаллизованная структура со средним размером зерна $d = 23\text{ мкм}$ (рисунок 45 а, таблица 9). Деформация при 700 °С приводит к изменению формы зерен (зерна вытягиваются вдоль оси деформации) и образованию (за счет динамической рекристаллизации) новых мелких зерен, количество которых на краю шлифа значительно больше, чем в центре, (рисунок 45 б). Средний же размер зерна практически не изменяется (таблица 9).

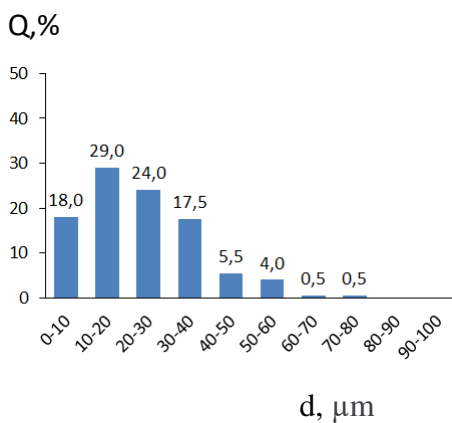
Таблица 9 – Средний размер зерен В2-аустенита сплава 2 после различных режимов обработки

Сплав	Режим обработки	Средний размер зерна $\bar{d} \pm \delta$, мкм
<p style="text-align: center;">2</p> <p style="text-align: center;">Ti-50,8 ат.% Ni</p>	КО	$22,9 \pm 1,9$
	100 °С	$15,3 \pm 1,2$
	200 °С	$18,5 \pm 1,5$
	250 °С	$15,9 \pm 1,4$
	300 °С	$14,9 \pm 1,3$
	350 °С	$21,2 \pm 1,6$
	400 °С	$21,1 \pm 1,7$
	500 °С	$23,8 \pm 2,1$
	600 °С	$21,5 \pm 1,6$
	700 °С	$23,7 \pm 2,7$
	900 °С	$32,8 \pm 2,5$

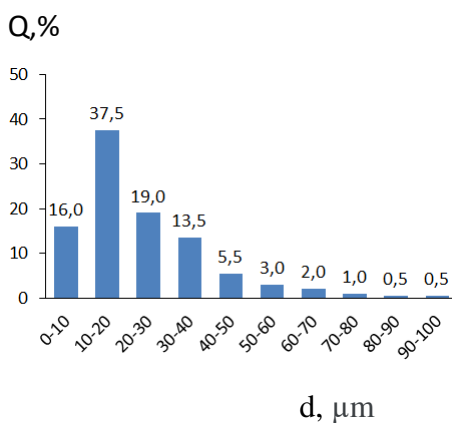
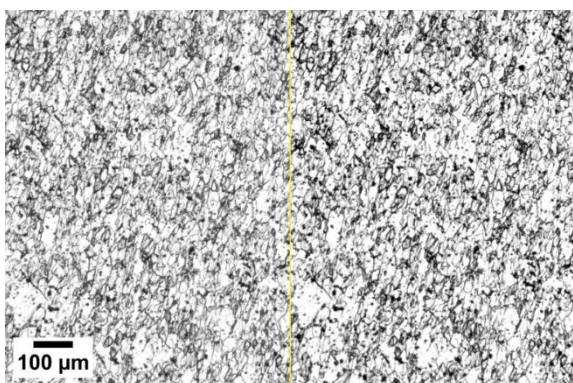
Повышение температуры деформации до 900 °С приводит к полной рекристаллизации (скорее всего статической в ходе охлаждения после деформации) и увеличению среднего размера (33 мкм) равноосных зерен (рисунок 45 в, таблица 9).

Деформация в интервале температур 100-300 °С приводит к измельчению зерен: $d_{\text{ср}} = 15$ мкм (рисунок 46 а-г, таблица 9). Поскольку развитие рекристаллизации в этих температурно-деформационных условиях исключено, определенное при статистическом анализе уменьшение размера зерна, скорее всего, кажущееся. Действительно, при статистическом определении размера зерна, а точнее среднего расстояния между границами зерен, могли попасть в учет и деформационные полосы, интенсивно развивающиеся в Ti-Ni при низких температурах деформации [152].

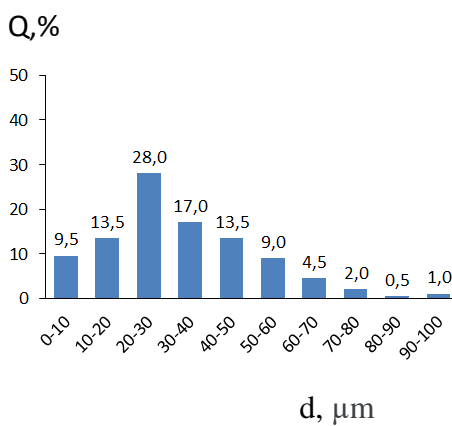
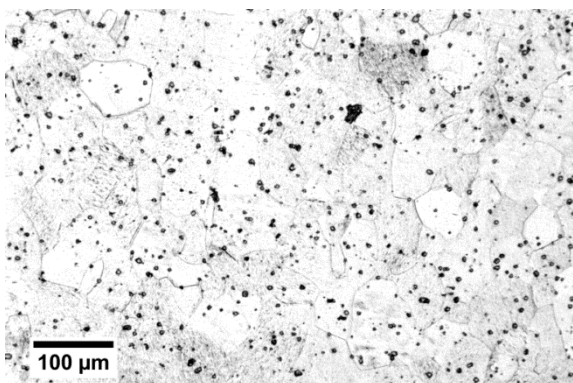
Начиная с 350 °С размер зерна увеличивается до 21-23 мкм и сохраняется в этом диапазоне до 700 °С (таблица 9, рисунки 45 б, 46 д-з).



а) Контрольная обработка

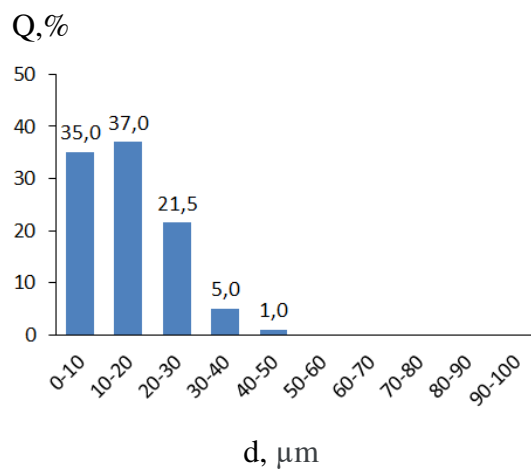
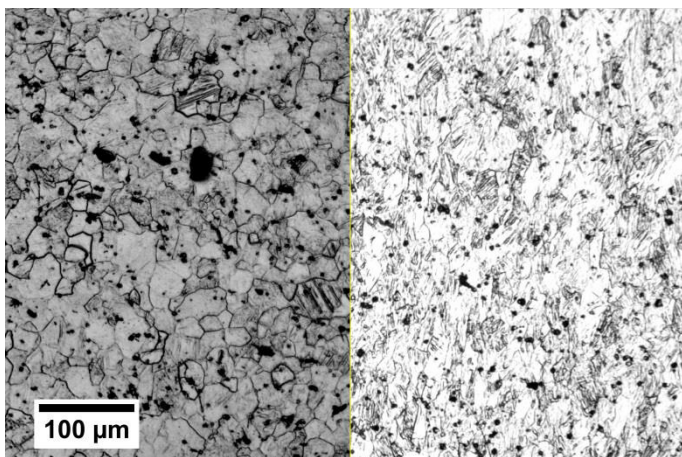


б) $T_{\text{деф}}=700\text{ }^{\circ}\text{C}$

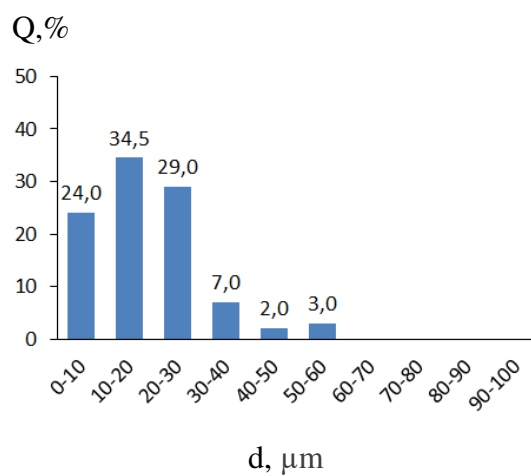
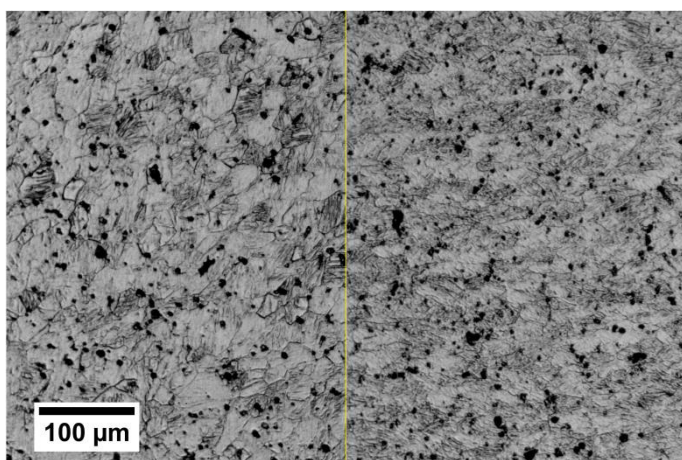


в) $T_{\text{деф}}=900\text{ }^{\circ}\text{C}$

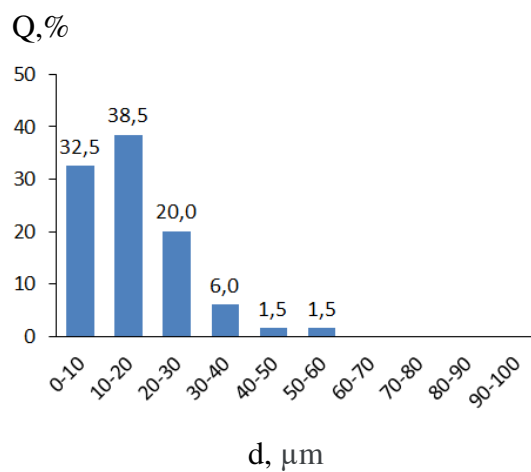
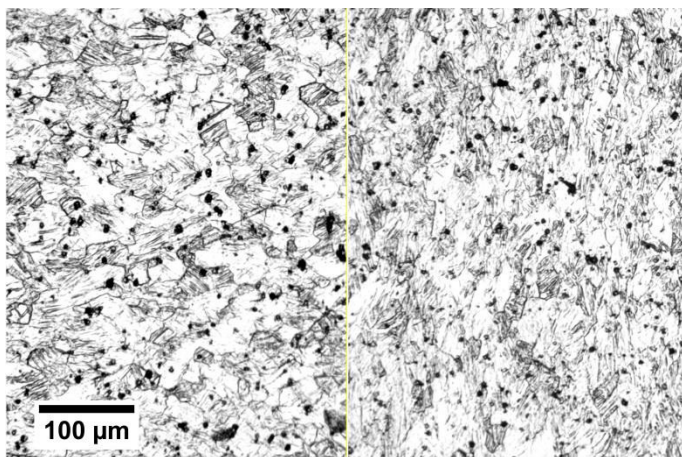
Рисунок 45 – Структура сплава 2 и гистограммы распределения зерен по размерам в исходном состоянии (а) и после деформации при 700 (б) и 900 °C (в). Световая микроскопия



а) $T_{\text{деф}}=100\text{ }^{\circ}\text{C}$

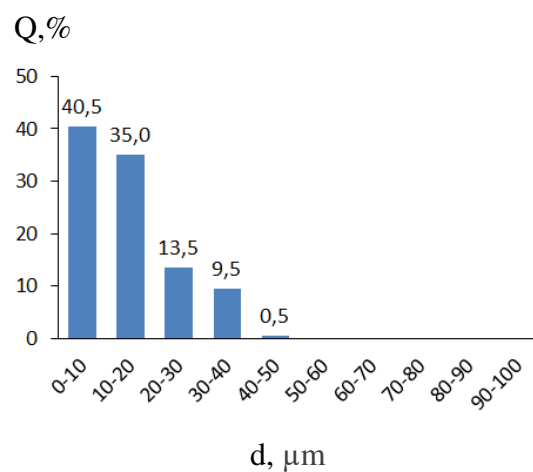
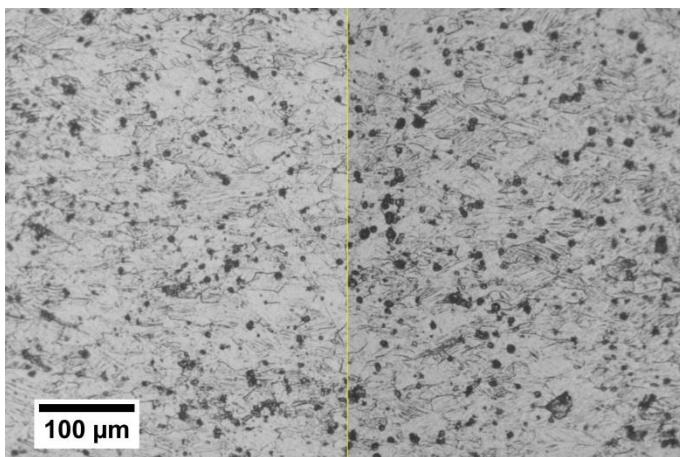


б) $T_{\text{деф}}=200\text{ }^{\circ}\text{C}$

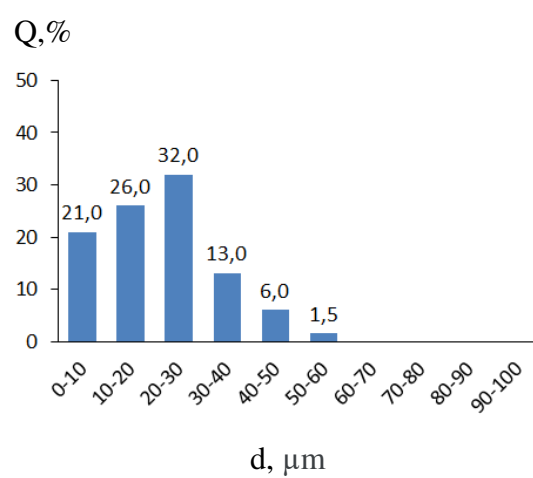
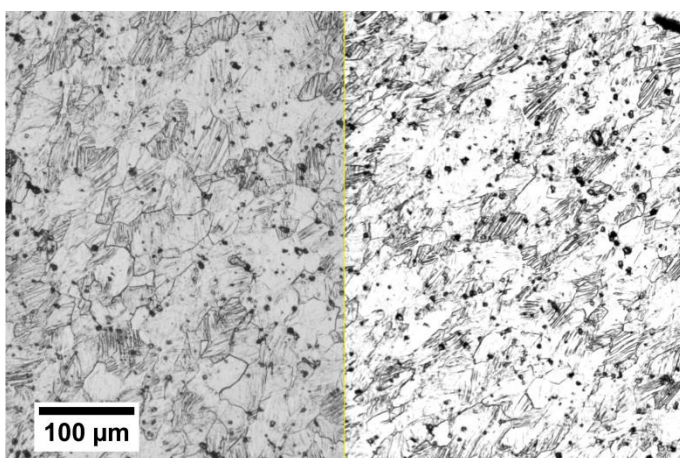


в) $T_{\text{деф}}=250\text{ }^{\circ}\text{C}$

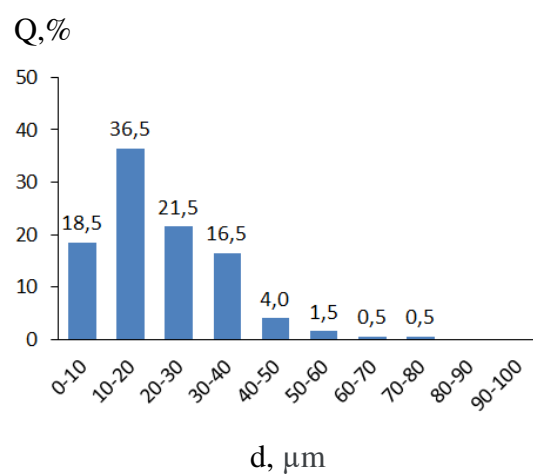
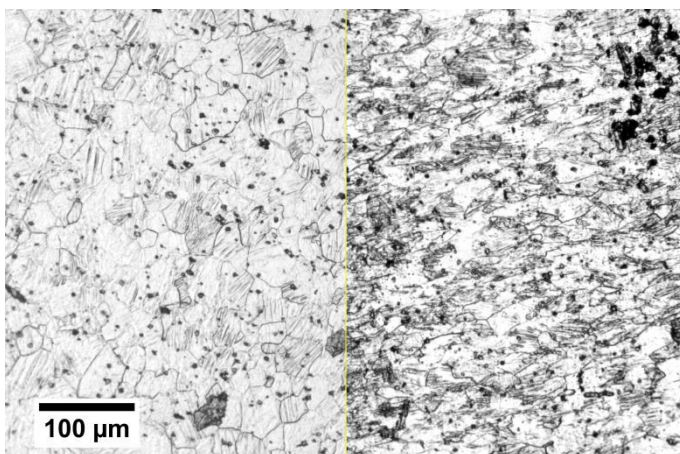
Рисунок 46 – Структура сплава 2 и гистограммы распределения зерен по размерам после деформации в интервале температур 100-600 °С. Световая микроскопия



г) $T_{\text{деф}}=300\text{ }^{\circ}\text{C}$

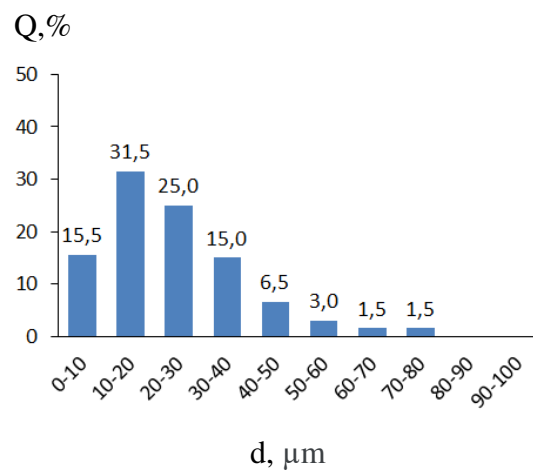
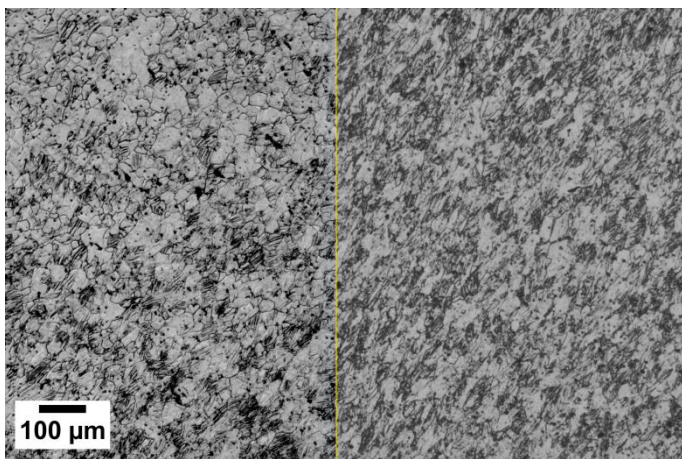


д) $T_{\text{деф}}=350\text{ }^{\circ}\text{C}$

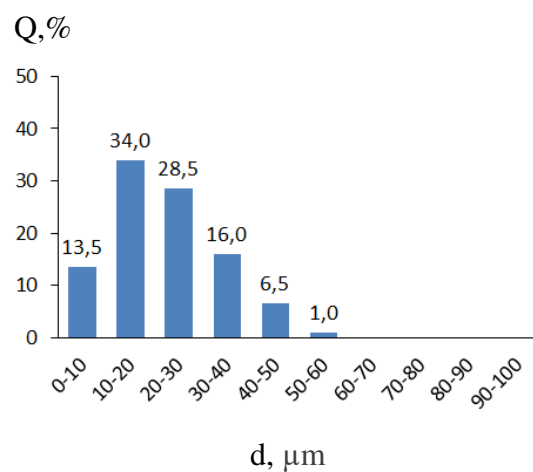
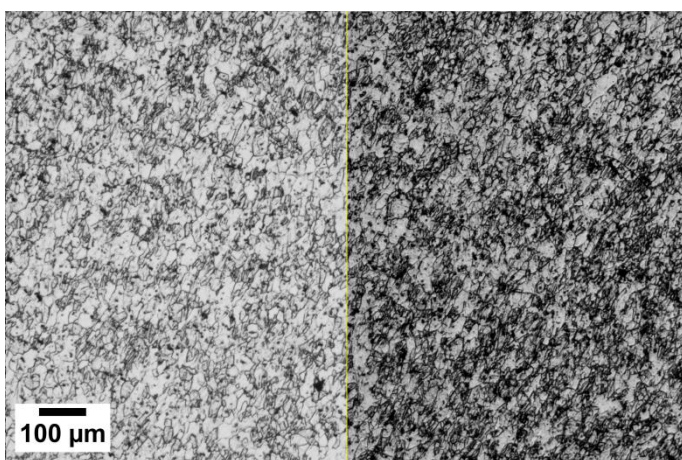


е) $T_{\text{деф}}=400\text{ }^{\circ}\text{C}$

Продолжение рисунка 46



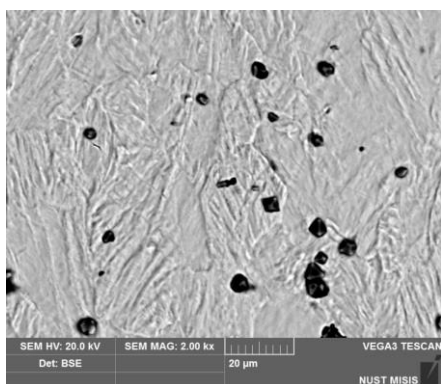
ж) $T_{\text{деф}}=500\text{ }^{\circ}\text{C}$



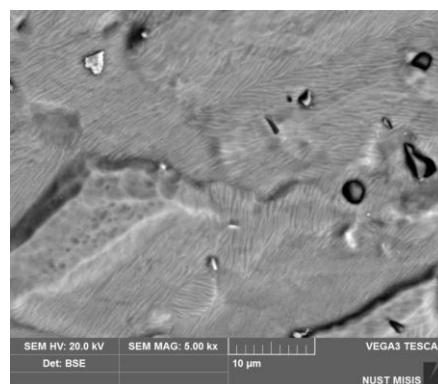
з) $T_{\text{деф}}=600\text{ }^{\circ}\text{C}$

Продолжение рисунка 46

Исследование структуры сплава 2 в сканирующем электронном микроскопе дает более наглядное представление о внутренней структуре зерна В2-аустенита (рисунок 47).



а)



б)

Рисунок 47 – Структура сплава 2 после деформации при 250 °C (а) и 700 °C (б).

Сканирующая электронная микроскопия

При низкой температуре она состоит из полосчатых образований (деформационных полос, кристаллов R-мартенсита (рисунок 47 а). При повышенной температуре деформации (700 °С) зерна свободны от деформационных полос, но проявляют рельеф, характерный для R-фазы (рисунок 47 б).

По результатам структурного анализа были построены зависимости ширины рентгеновской линии {110} (рисунок 40), размера зерна и твердости В2-аустенита от температуры деформации (рисунок 48) и проанализировано их соответствие. Полученные закономерности согласуются с общими представлениями о структурообразовании сплавов Ti-Ni в условиях деформации.

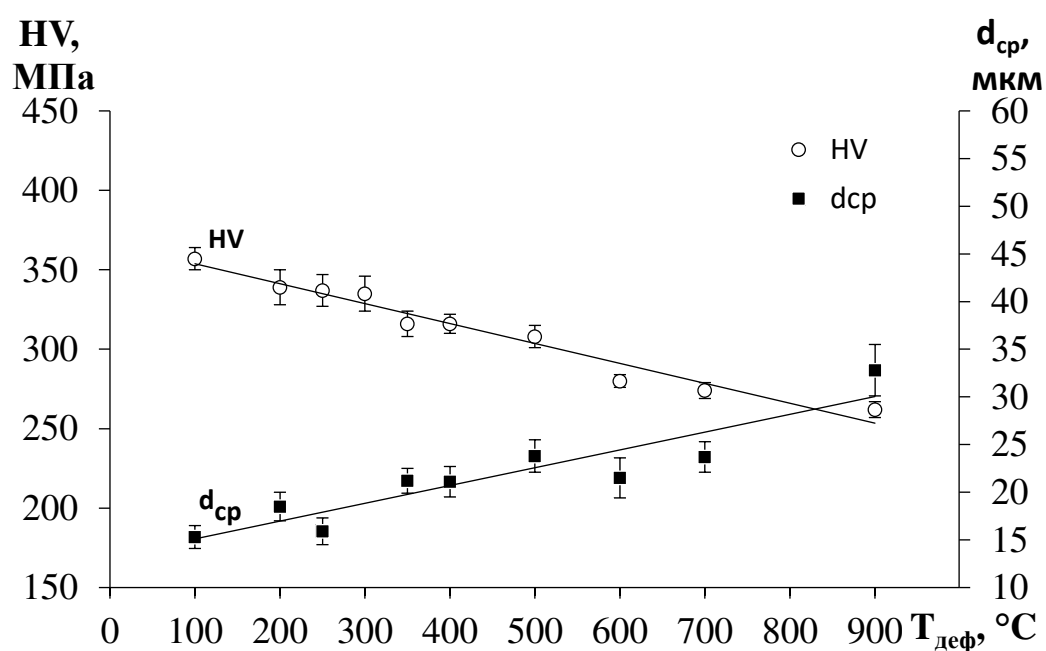


Рисунок 48 – Зависимость твердости и размера зерна от режимов деформации

При повышении температуры деформации от 100 до 700 °С размеры зерна меняются незначительно (от 15 до 25 мкм), в то время как твердость в этом интервале постепенно снижается. Рост зерна наблюдается только при 900 °С.

С ростом температуры деформации ширина рентгеновской линии уменьшается сначала медленно до (300 °С), затем быстро (от 300 до 600 °С) и далее стабилизируется. Такое изменение ширины линии свидетельствует об уменьшении степени дефектности кристаллической решетки за счет протекания последовательно процессов возврата, полигонизации и рекристаллизации, области которых показаны на рисунке 42 (штриховкой показаны границы этих областей). Развитие указанных структурных процессов сопровождается уменьшением твердости и увеличением размера зерна. Твердость

уменьшается линейно с ростом температуры деформации во всем интервале 100-900 °С. То есть резкое уменьшение ширины рентгеновской линии, а следовательно и дефектности решетки, не вызывает соответствующего резкого падения твердости. Это несоответствие устраняется, если принять во внимание развитие процесса деформационного старения с выделением дисперсных упрочняющих частиц фазы Ti_3Ni_4 . В результате дисперсионное упрочнение частично компенсирует разупрочнение, вызываемое уменьшением дефектности решетки, в интервале температур 250-500 °С.

4.2.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Более подробное электронномикроскопическое исследование формирующегося структурно-фазового состояния сплава 2 было проведено после деформации при характерных температурах 200, 400 и 600 °С, отвечающих развитию соответственно динамического возврата, полигонизации и рекристаллизации. Кроме того, аналогичное исследование было проведено на образцах, подвергнутых ПДО при 430 °С (1ч) после деформации при указанных температурах.

Анализ светлопольных и темнопольных электронномикроскопических изображений, приведенных на рисунке 49 а, показывает, что деформация сплава 2 при температуре 200 °С приводит к образованию развитой дислокационной субструктуры с очень высокой плотностью дислокаций (не менее 10^{11} см^{-2}) на фоне полос деформации и/или мартенситоподобных приблизительно параллельных пластин. Местами такая дислокационная субструктура может быть охарактеризована как ячеистая. На микродифракционной картине уверенно идентифицируются рефлексы В2-аустенита и многочисленные рефлексы R-фазы. Часть рефлексов R-фазы совпадает (в пределах небольшого разрешения на дифракционной картине) с рефлексами В2-аустенита типа $\{100\}_{В2}$, $\{110\}_{В2}$, $\{111\}_{В2}$. Характерные рефлексы фаз указаны на дифракционной картине стрелками. Таким образом, мартенситоподобные параллельные пластины представляют собой кристаллы R-фазы, образовавшейся при охлаждении до комнатной температуры после деформации. Как известно, механизм образования R-фазы – мартенситный.

Поиск на дифракционной картине рефлексов фазы Ti_3Ni_4 , которая могла бы образоваться в результате динамического деформационного старения, не обнаружил явных ее следов, а на светлопольных и темнопольных изображениях трудно увидеть соответствующие ей особенности контраста.

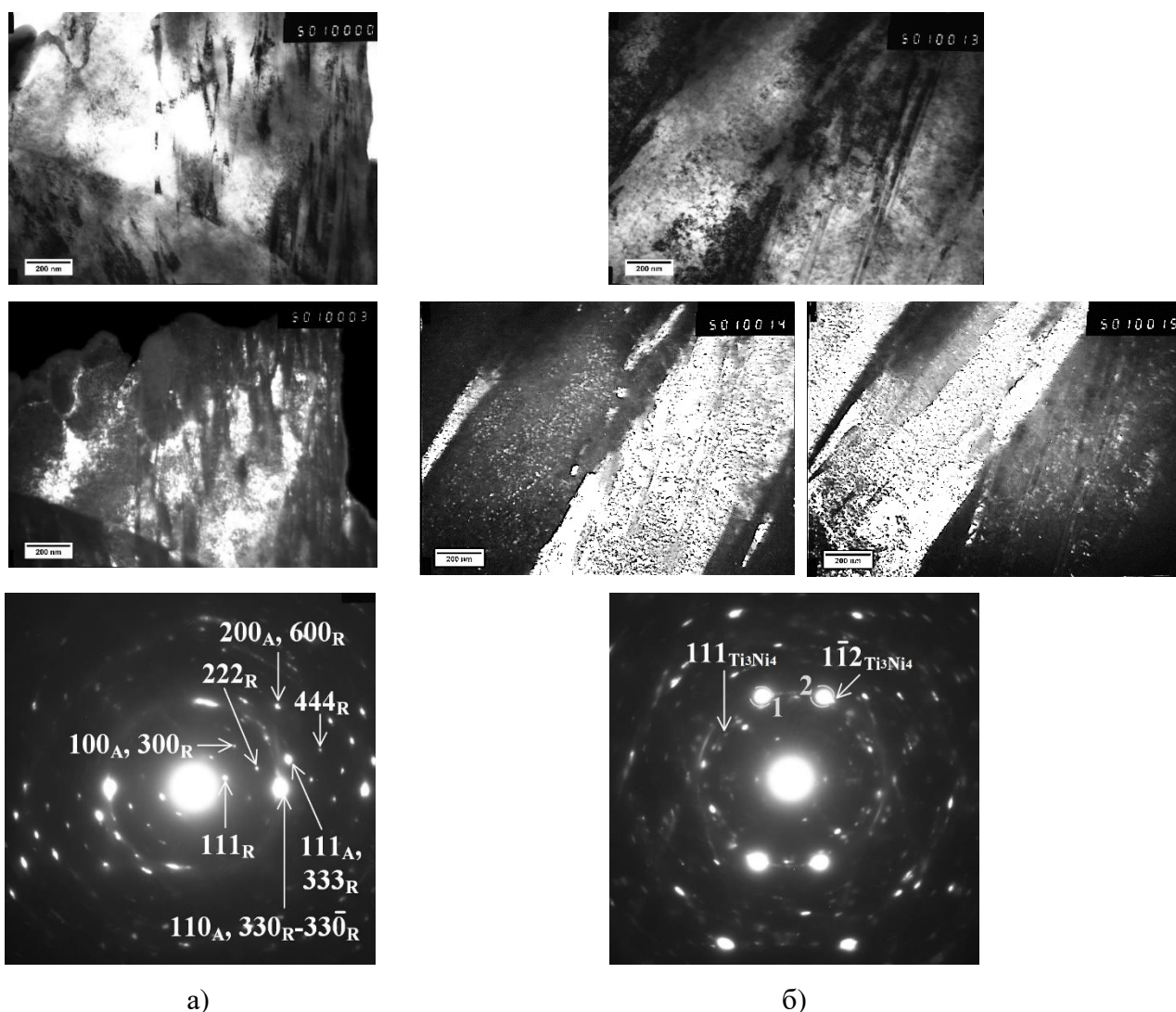


Рисунок 49 – Структура сплава 2 после деформации при 200 °С (а) и после ПДО при 430 °С (б); сверху вниз: светлопольные, темнопольные изображения и дифракционные картины (на рисунке (б) цифрами 1 и 2 показаны рефлексы, в которых получены соответственно левое и правое немонопольные изображения)

Последеформационный отжиг при 430 °С в течение 1 часа привел к заметным изменениям в структуре по сравнению с деформированным состоянием (рисунок 49 б). На светлопольном изображении появился контраст в виде чрезвычайно дисперсной (наноразмерной) точечной ряби, вуалирующей дислокационную субструктуру и оттеняющей границы деформационных полос в В2-аустените и кристаллов R-фазы. На электронно-дифракционной картине появляются дополнительные, в большинстве очень слабые и размытые, рефлексы. Радиусы-векторы многих из них по величине не отличаются от радиусов-векторов В2- и R-фаз. Попытки атрибутировать их (более отчетливых) как рефлексы фазы Ti_3Ni_4 были в некоторых случаях успешны, они показаны на соответствующей электронограмме (рисунок 49 б). Наиболее надежное подтверждение идентификации

выделившейся при ПДО фазы как Ti_3Ni_4 было получено с помощью специального приема при сравнительном анализе и темнопольных изображений, формирующихся от разных рефлексов, как это описано ниже.

На рисунке 49 б приведены два темнопольных изображения, полученных в двух разных сильных рефлексах дифракционной картины от одной площадки, показанной в кадре светлопольного изображения. Каждый из рефлексов явно образован наложением рефлексов типа $\{110\}_{\text{B2}}$ и $(330-3\bar{3}0)$ R-фазы и предположительно – $(1\bar{1}2)$ фазы Ti_3Ni_4 . На одном темнопольном изображении высвечивается одна область кадра (правая), на втором – другая (левая). Ярко светящиеся области явно соответствуют B2- и R-фазам, а Ti_3Ni_4 – предположительно. На этих же темнопольных изображениях находятся темные области, расположение которых на выделенной площадке соответствует расположению светящейся области другого темнопольного изображения. Это естественно, поскольку изображения получены в разных рефлексах B2/R-фаз. Но каждая темная область на обоих темнопольных изображениях содержит россыпь мельчайших (наноразмерных) светящихся точек, которые, таким образом, идентифицируются как частицы фазы Ti_3Ni_4 , имеющие соответствующую ориентировку в пределах обоих рефлексов.

Из рисунка 50 а видно, что деформация при температуре 400 °С также приводит к образованию развитой дислокационной субструктуры B2-аустенита типа динамически полигонизованной с высокой плотностью дислокаций на фоне полос деформации и кристаллов R-фазы. На микродифракционной картине идентифицируются рефлексы B2-аустенита и R-фазы. При этом уже в результате деформации на электронограмме обнаруживаются дополнительные рефлексы, которые настолько слабы и размыты, что при копировании не воспроизводятся. В то же время анализ темнопольных изображений с использованием описанного выше приема выявляет россыпь наноразмерных светящихся точек, которые являются изображениями частиц фазы Ti_3Ni_4 . Следовательно, уже в процессе деформации при повышенной температуре (400 °С) в явном виде, в отличие от деформации при 200 °С, развивается динамическое деформационное старение.

Как следует из анализа светлопольных и темнопольных изображений и микродифракционной картины, приведенных на рисунке 50 б, после ПДО присутствуют все три фазы, причем частицы фазы Ti_3Ni_4 заметно подрастают. Судить о дислокационной субструктуре после этой обработки сложно вследствие наложения изображений R-фазы и выделившихся при старении частиц Ti_3Ni_4 . Для этого надо ориентироваться на результаты рентгеноструктурного анализа.

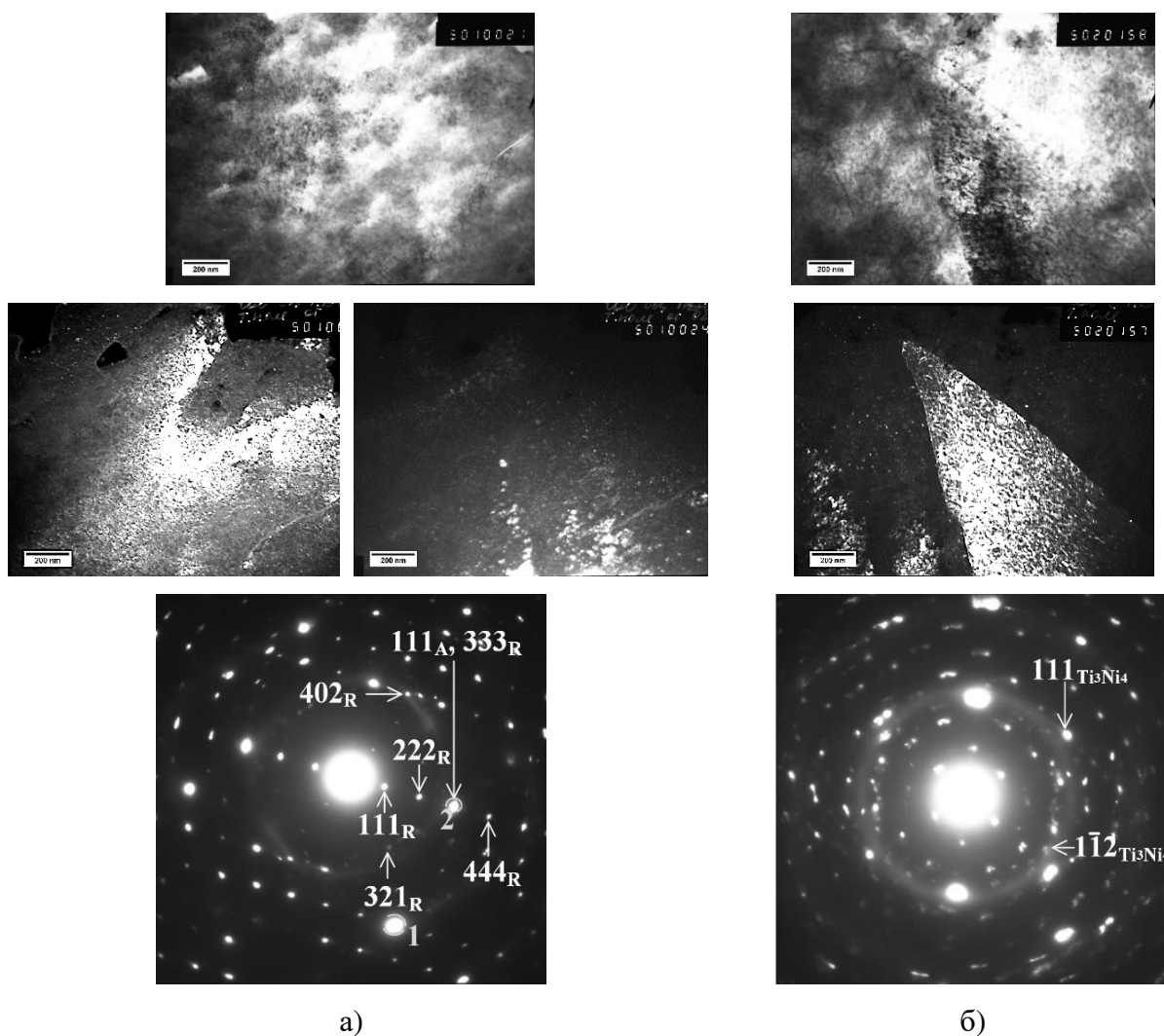


Рисунок 50 – Структура сплава 2 после деформации при 400 °С (а) и после ПДО при 430 °С (б); сверху вниз: светлопольные, темнопольные изображения и дифракционные картины (на рисунке (а) цифрами 1 и 2 показаны рефлекссы, в которых получены соответственно левое и правое немонопольные изображения)

После деформации при температуре 600 °С наблюдаются довольно крупные зерна с небольшой плотностью дислокаций – около 10^9 см^{-2} (рисунок 51 а). В структуре присутствуют В2-аустенит и R-фаза. Как и ожидалось, признаков присутствия фазы Ti_3Ni_4 не обнаружено. ПДО приводит к выделению частиц фазы Ti_3Ni_4 , более крупных, чем после деформации при более низких температурах (рисунок 51 б).

Как следует из анализа светлопольных и темнопольных изображений и микродифракционной картины, приведенных на рисунке 50 б, в результате ПДО после деформации при 400 °С присутствуют все три фазы В2, R и Ti_3Ni_4 , причем частицы фазы Ti_3Ni_4 заметно подрастают. После деформации при температуре 600 °С наблюдаются довольно крупные зерна с небольшой плотностью дислокаций около 10^9 см^{-2} (рисунок 51 а). В структуре

присутствуют В2-аустенит и R-фаза. Как и ожидалось, признаков присутствия фазы Ti_3Ni_4 не обнаружено. ПДО приводит к выделению частиц фазы Ti_3Ni_4 , более крупных, чем после деформации при более низких температурах (рисунок 51 б).

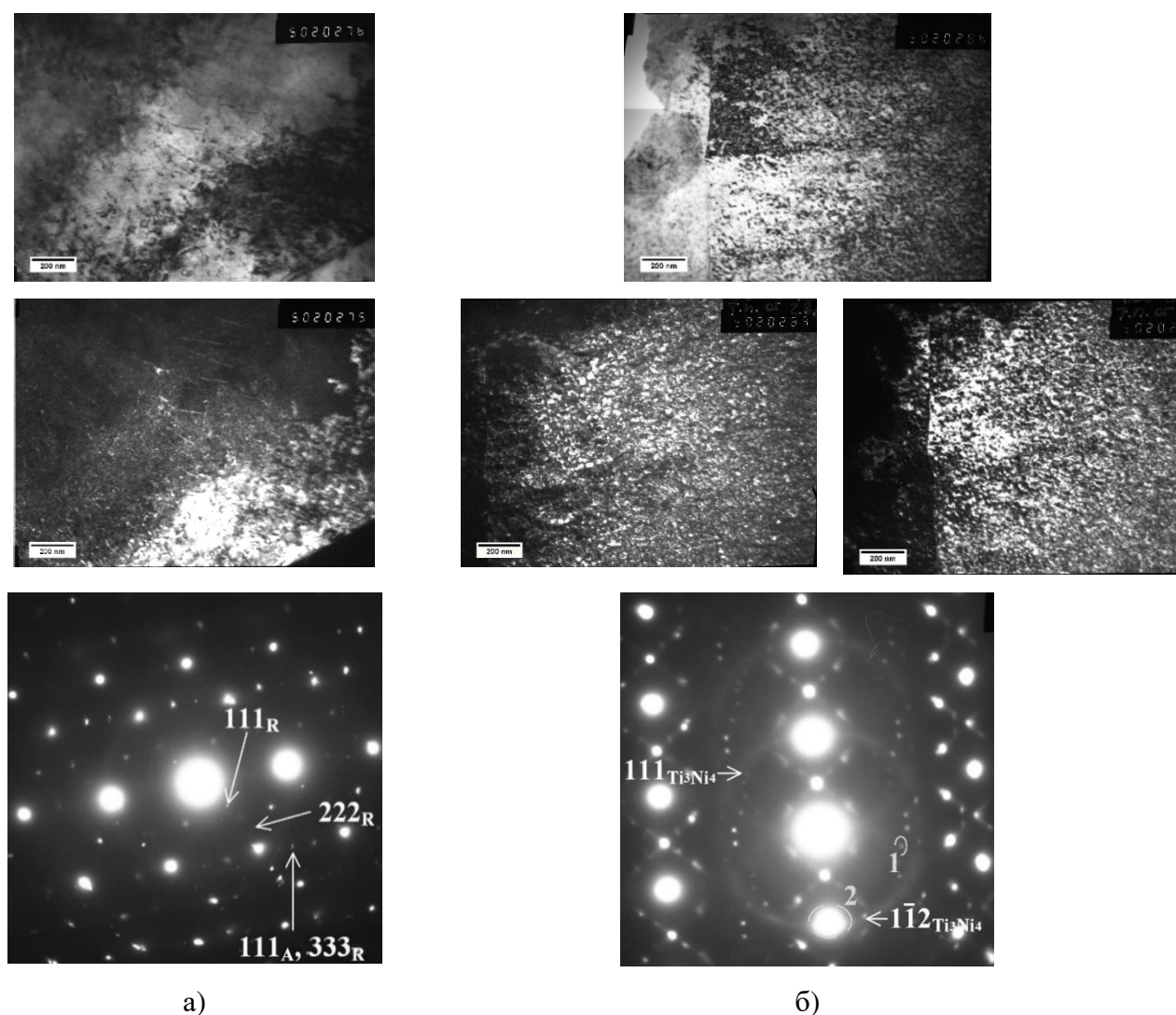


Рисунок 51 – Структура сплава 2 после деформации при 600 °C (а) и после ПДО при 430 °C (б); сверху вниз: светлопольные, темнопольные изображения и дифракционные картины (на рисунке (б) цифрами 1 и 2 показаны рефлексы, в которых получены соответственно левое и правое немонотонные изображения)

Судить о дислокационной субструктуре после ПДО в температурной области деформационного старения сложно вследствие наложения на нее изображений R-фазы и выделившихся при старении частиц Ti_3Ni_4 . Для этого надо ориентироваться на результаты рентгеноструктурного анализа, изложенные в следующем разделе.

Что касается сплава 1, то, как показало электронномикроскопическое исследование, особенности деформационной субструктуры вуалируются субструктурой образовавшегося

при охлаждении В19'-мартенсита после деформации образцов ниже температуры 500 °С. В этом случае для оценки дефектности решетки также следует использовать рентгеноструктурный анализ.

О структурообразовании в сплаве 1 при температуре деформации 500 °С и выше можно судить используя электронномикроскопические изображения эквиатомного сплава, представленные в работе [10] (рисунок 52). Цилиндрические образцы также были продеформированы сжатием при 500, 600, 700 и 900 °С до $\epsilon = 0,5$, со скоростью 1 с⁻¹.

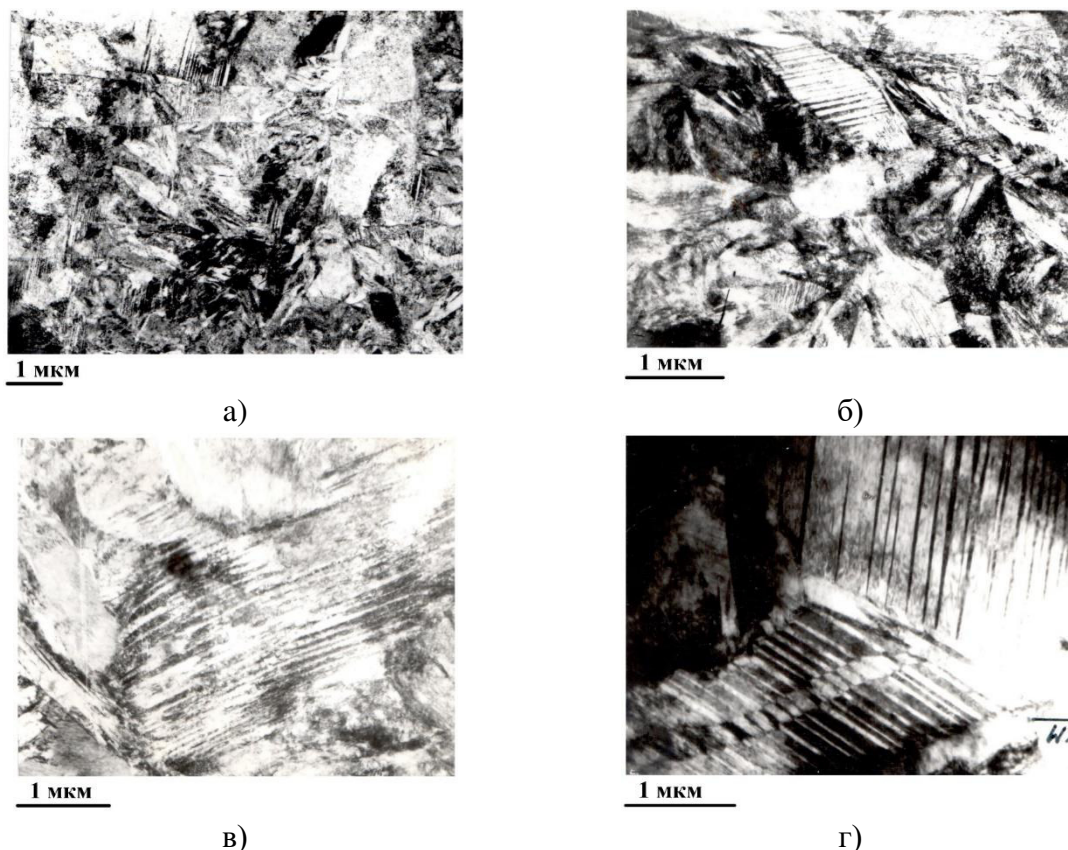


Рисунок 52 – Структура сплава Ti- 50,0 ат.% Ni после деформации при 500 (а), 600 (б), 700(в) и 900 °С (г). Просвечивающая электронная микроскопия

Структурное состояние сплава 1 после деформации при 500 °С (рисунок 52 а) можно охарактеризовать как переходное от динамически полигонизованного к рекристаллизованному. На светлопольных изображениях видны кристаллы В19'-мартенсита, которые либо располагаются внутри мелких (2–5 мкм) рекристаллизованных зерен, либо наследуют более мелкие зерна. Это наблюдение свидетельствует о более раннем начале рекристаллизации в сплаве 1 по сравнению со сплавом 2, что объясняется отсутствием тормозящего влияния дисперсных выделений фазы Ti_3Ni_4 на миграцию границ и субграниц в аустените.

Структура аустенита сплава 1 после деформации при 600 °С в основном рекристаллизованная (рисунок 52 б), а после деформации при 700 (рисунок 52 в) и 900 °С (рисунок 52 г) состоит из двойникованных кристаллов В19'-мартенсита внутри рекристаллизованных зерен аустенита.

Таким образом, сравнительное исследование механического поведения, процессов структуро- и фазообразования в широком интервале температур деформации (100-900 °С) СПФ Ti-Ni и изменения твердости и совместный анализ результатов позволили обосновать принципиально важный вывод о границах температурных областей развития динамических процессов разупрочнения в условиях деформации СПФ Ti-Ni (рисунок 53). Он заключается в следующем. Область динамического возврата сплавов 1 и 2 составляет 100-300 °С, что следует из наблюдения очень высокой плотности дислокаций и субструктуры типа ячеистой, а также превалирования динамического деформационного упрочнения над разупрочнением. Область динамической полигонизации сплава 1 составляет 300-500 °С, сплава 2 – 300-600 °С, о чем свидетельствует формирование полигонизованной субструктуры, ускоренное уменьшение ширины рентгеновской линии и достижение установившейся стадии на диаграмме деформации. Область динамической рекристаллизации сплава лежит выше 500 °С, сплава 2 – выше 600 °С, что подтверждается наблюдением новых рекристаллизованных зерен и «возвращением» ширины рентгеновской линии к уровню контрольной обработки. Замедление перехода к рекристаллизации в сплаве 2 по сравнению со сплавом 1 объясняется тормозящим влиянием выделяющихся дисперсных частиц фазы Ti_3Ni_4 на миграцию границ и субграниц в аустените.

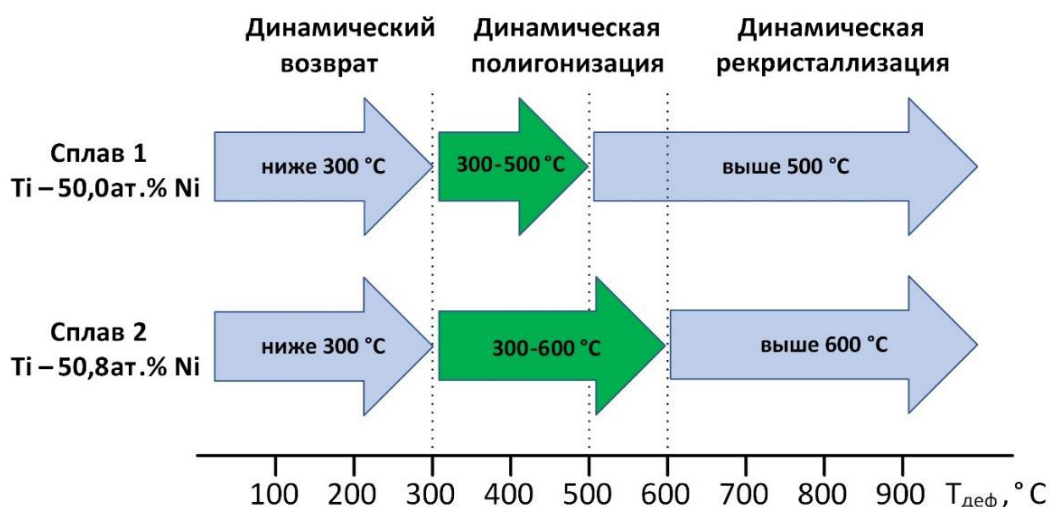


Рисунок 53 – Температурные области развития динамических процессов разупрочнения в условиях деформации СПФ Ti-Ni

Другие важные выводы о деталях процесса структурообразования:

1 Выявлены и сопоставлены закономерности изменения ширины рентгеновской линии (дефектности решетки) аустенита, среднего размера зерна и твердости при изменении температуры деформации СПФ Ti-Ni. Несоответствие постепенного уменьшения твердости при повышении температуры деформации резкому снижению дефектности решетки (ширины рентгеновской линии) в интервале полигонизации объяснено компенсирующим влиянием дисперсионного упрочнения за счет выделения частиц упрочняющей фазы Ti_3Ni_4 в этом интервале температур.

2 В сплаве 1 после деформации при всех температурах основной фазой является B19'-мартенсит при небольшом количестве R-фазы и остаточного B2-аустенита. В сплаве 2 при деформации в температурной области динамического возврата сосуществуют две фазы: B2-аустенит и R-фаза; при деформации в области динамической полигонизации – B2-аустенит и R-фаза и выделяющаяся при деформационном старении мелкодисперсная фаза Ti_3Ni_4 ; при деформации в области динамической рекристаллизации – B2-аустенит и R-фаза. Последеформационный отжиг при 430 °C (1ч) во всех случаях приводит к выделению (или довыделению) фазы Ti_3Ni_4 .

4.3 Функциональные свойства после деформации и отжига

В работе определяли следующие основные функциональные свойства сплавов 1 и 2: величину полной полностью обратимой деформации, степень восстановления формы и температурный интервал восстановления формы (ТИВФ), являющиеся основным критерием для оптимизации режимов ТМО. Однако, следует отметить, что поскольку на данном этапе работы исследовали возможность деформирования сплавов при пониженных температурах, то образцы, полученные в результате деформации, не являются конечным полуфабрикатом, из которого планируется изготовление изделий. В связи с этим значения ТИВФ, полученные в процессе эксперимента, являются промежуточными. Окончательные значения ТИВФ определяются после изготовления готового элемента.

Температурный интервал восстановления формы

Температурный интервал восстановления формы (ТИВФ) отличается от температурного интервала обратного мартенситного превращения A_n-A_k , который был определен без нагрузки с помощью ДСК, тем, что предполагает предварительную деформацию и восстановление формы. В работах [153] на сплаве эквиатомного состава было

установлено, что чем больше величина наведенной деформации, тем больше смещение ТИВФ в сторону более высоких температур.

Значения ТИВФ для сплава 1 после использованных режимов деформации и ПДО при двух различных степенях наводимой деформации $\varepsilon_t = 3,3$ и $7,5$ % приведены в таблице 5 и на рисунке 54. Значения наводимой деформации были выбраны из соображений определения ТИВФ в двух крайних случаях: наименьших искажений при $\varepsilon_t = 3,3$ %, обеспечивающей полное восстановление формы и при $\varepsilon_t = 7,5$ %, сопровождающейся остаточной невозвратимой деформацией ε_f .

Как видно из таблицы 10, для всех режимов деформации с увеличением степени наводимой деформации с $3,3$ до $7,5$ % ТИВФ смещается в сторону более высоких температур, но не более чем на $10-20$ °С.

Изменение ТИВФ в зависимости от температуры деформации определяется дефектностью кристаллической решетки после деформации (рисунок 54, таблица 10).

Таблица 10 – Критические температуры ТИВФ сплава 1 после различных режимов обработки

Режим обработки	$A_n, ^\circ\text{C}$	$A_k, ^\circ\text{C}$	$A_n, ^\circ\text{C}$	$A_k, ^\circ\text{C}$
	$\varepsilon_t \approx 3,3 \%$		$\varepsilon_t \approx 7,5 \%$	
100 °С	58	67	58	71
200 °С	57	67	72	80
250 °С	62	76	70	81
300 °С	60	75	70	92
350 °С	75	90	84	≥ 100
400 °С	75	94	81	≥ 100
500 °С	78	95	86	≥ 100
600 °С	84	95	91	≥ 100
700 °С	85	95	89	≥ 100
900 °С	77	> 95	88	≥ 100
100 °С + ПДО	58	69	—	—
250 °С + ПДО	76	83	—	—
400 °С + ПДО	71	81	—	—
500 °С + ПДО	73	81	—	—

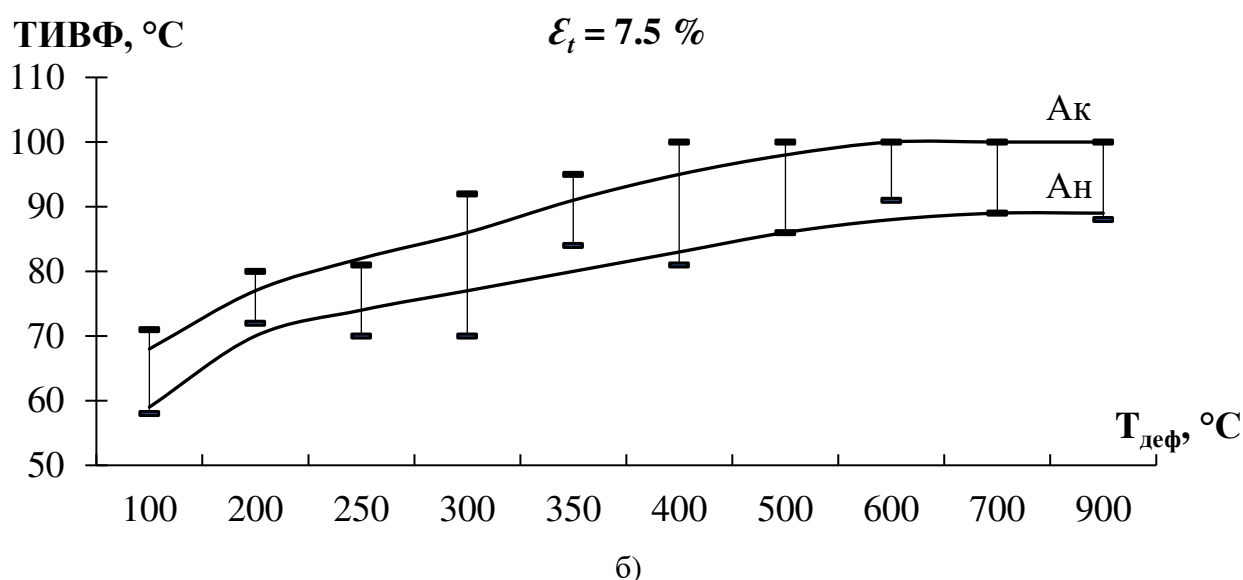
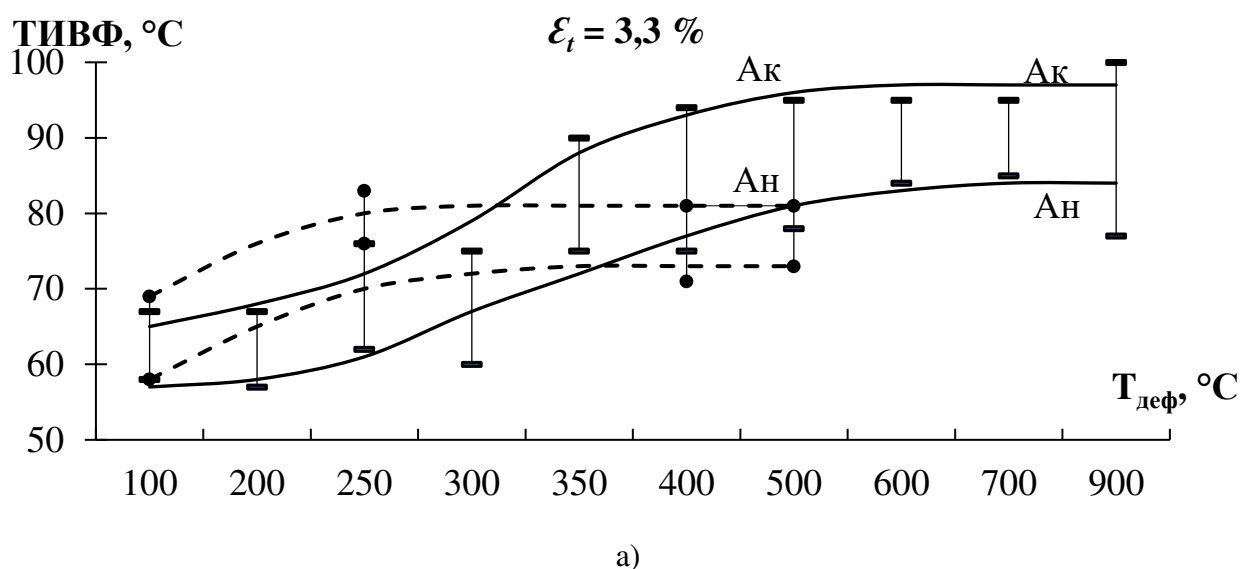


Рисунок 54 – Влияние режимов обработки сплава 1 на положение ТИВФ при $\varepsilon_t = 3,3\%$ (а) и $\varepsilon_t = 7,5\%$ (б).

Как было показано в разделе 4.2.1, с увеличением температуры деформации уровень деформационного наклепа, оцениваемый по ширине линии (110) В2-аустенита, становится меньше за счет протекания процессов возврата, полигонизации и рекристаллизации, и ТИВФ смещается в область более высоких температур. Начиная с температуры деформации 350 $^\circ\text{C}$, ТИВФ стабилизируется на положении 80-100 $^\circ\text{C}$.

При $\varepsilon_t = 7,5\%$ с ростом температуры деформации от 100 до 350 $^\circ\text{C}$ наблюдается увеличение температуры A_n с 60 до 80 $^\circ\text{C}$, а температура A_k становится выше 100 $^\circ\text{C}$. ТИВФ 85-100 $^\circ\text{C}$ стабилизируется, начиная с температуры деформации 350 и до 900 $^\circ\text{C}$ (рисунок 54).

Как видно из представленных результатов, ПДО выравнивает положения ТИВФ в случае исходной деформации при температурах в интервале 250-500 °С (рисунок 54 а). Это происходит за счет «подтягивания» вверх по температурной шкале после деформации при 250 °С. В этом случае ПДО при температуре 400 °С уменьшает дефектность решетки, полученную в результате деформации при более низкой температуре (250 °С). В случае ПДО после деформации при 100 °С разупрочнение при ПДО развивается в меньшей степени и поэтому изменение ТИВФ не достигается.

В сплаве 2, имеющем в исходном состоянии температуры мартенситных превращений: $M_n = -82$ °С, $M_s = -96$ °С, $A_n = -64$ °С, $A_s = -44$ °С, наведение деформации проводили в мартенситном состоянии в жидком азоте при минус 196 °С. Восстановление формы, как правило, происходило при нагреве до комнатной температуры. Задача определения ТИВФ сплава 2 после разных обработок не ставилась, поскольку нижняя критическая температура ТИВФ (A_n) всегда находилась ниже комнатной температуры (или немного выше – довосстановление формы происходило в теплой воде).

Полная обратимая деформация

Составляющие полной деформации сплава 1 при наведении деформации и восстановлении формы при нагреве для всех режимов обработки и ПДО представлены в приложении Б. Более наглядно полученные результаты представлены в виде серии графиков зависимости полностью обратимой деформации (ε_{rt}), остаточной деформации (ε_f) и степени восстановления формы (СВФ) от наводимой деформации (ε_t) для использованных режимов обработки (рисунок 55).

Как было показано в главе 2 (см. пункт 2.8), полное восстановление деформации образца складывается из двух составляющих: сверхупругой, которая реализуется при температуре деформации при снятии нагрузки, и эффекта памяти формы – при нагреве выше температуры A_s . Полноту восстановления формы характеризует степень восстановления формы (СВФ), которая зависит от величины остаточной невозвратимой деформации ε_f .

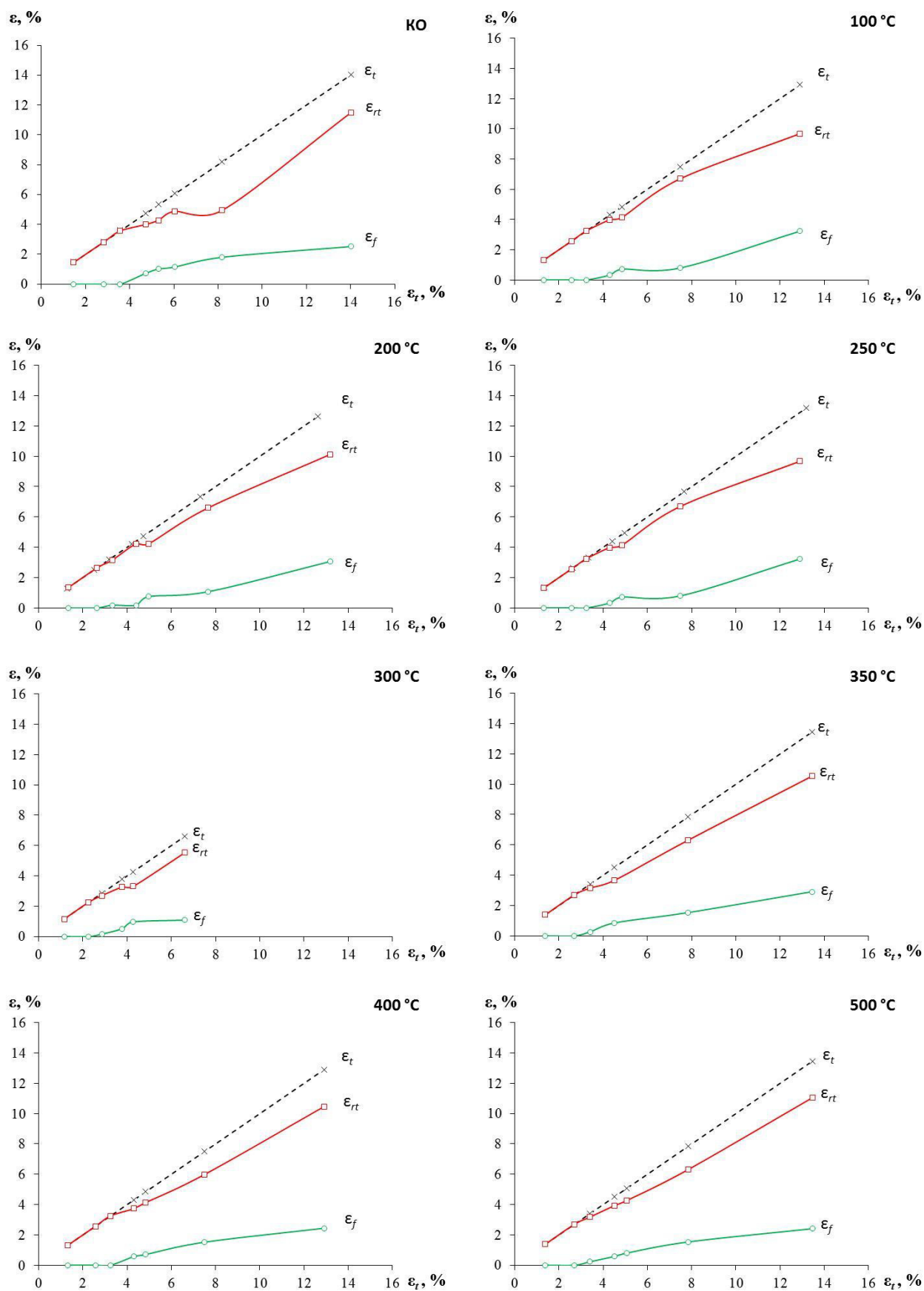
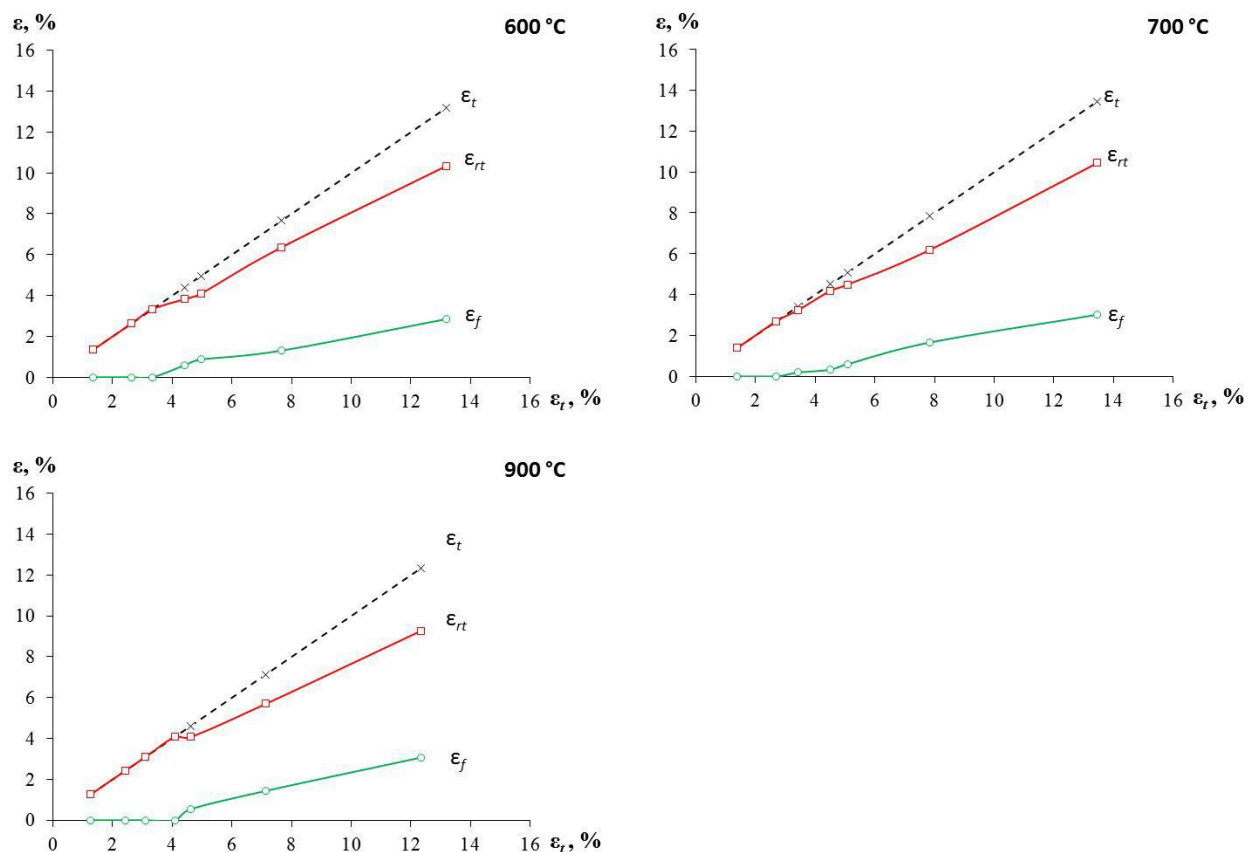


Рисунок 55 – Зависимости составляющих полной деформации сплава 1, деформированного при разных температурах от навводимой деформации



Продолжение рисунка 55

Для оценки общей способности металла к формовосстановлению по механизмам памяти формы следует использовать величины полной обратимой деформации ϵ_{rt} , включающей суммарное восстановление формы за счет упругой деформации, сверхупругой деформации и эффекта памяти формы) и остаточной деформации ϵ_f . Изменение этих величин с увеличением полной деформации ϵ_t до и после ПДО представлено на рисунке 56 (правая колонка графиков). Для сравнения здесь же приведены графики $\epsilon_{rt}(\epsilon_t)$ и $\epsilon_f(\epsilon_t)$, определенные в отсутствии ПДО (левая колонка графиков).

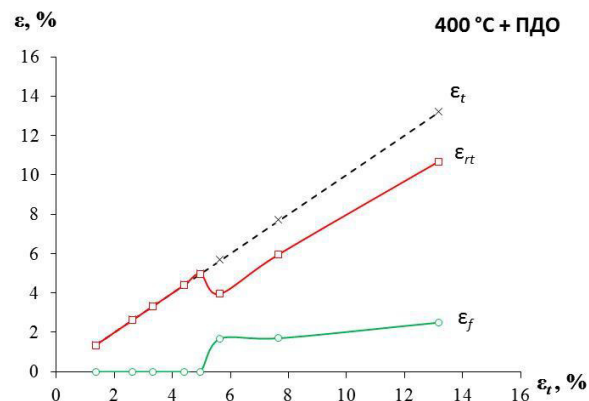
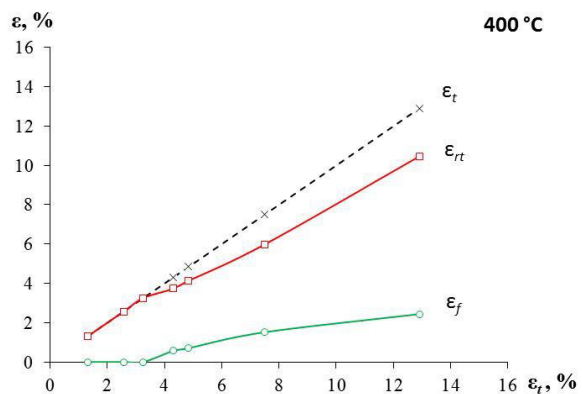
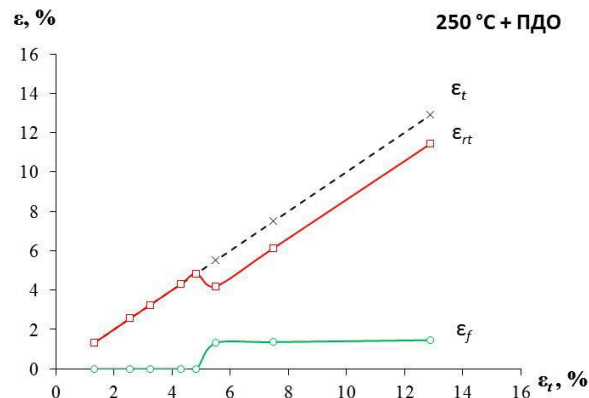
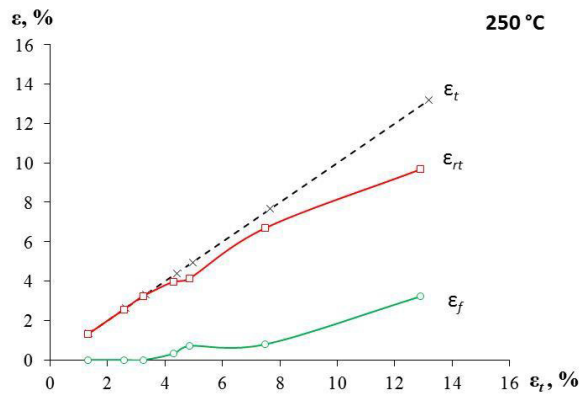
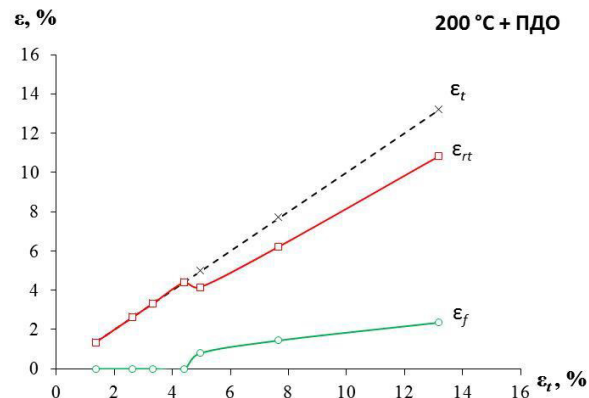
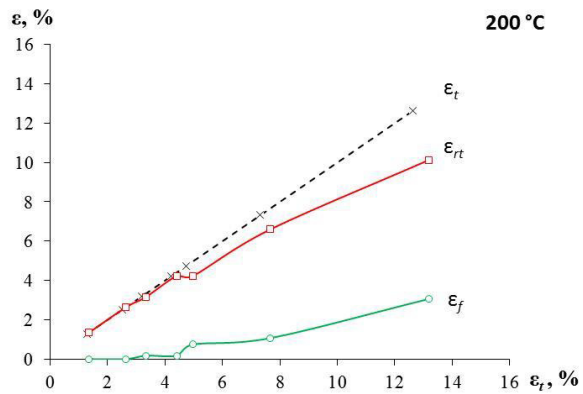
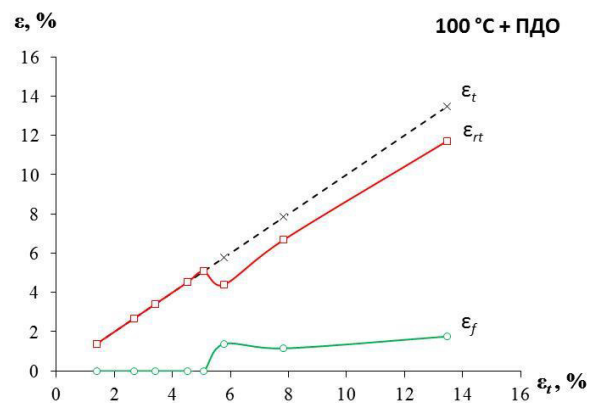
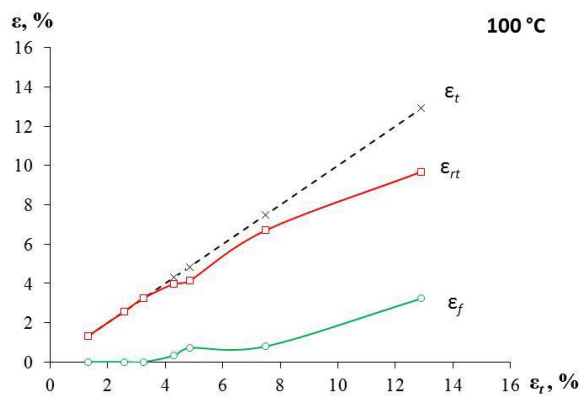


Рисунок 56 – Зависимости составляющих полной деформации сплава 1 от наводимой деформации: левая колонка – после деформации сжатием при разных температурах, правая колонка – после ПДО при 400 °C (1 ч)

Анализ влияния ПДО выявляет следующие закономерности:

- ПДО при 400 °С (1 ч) приводит к значительному увеличению полностью обратимой полной деформации;
- ПДО при 400 °С (1 ч) увеличивает максимальную величину полной обратимой деформации сплава 1 ε_{rt}^{max} с 9,5-10 % до 11-12 %;
- ПДО при 400 °С (1 ч) уменьшает максимальную величину необратимой остаточной деформации сплава 1 ε_f^{max} с 2,5-3 % до 1,5-2,5 %;
- ПДО при 400 °С (1 ч) приводит к более резкому обозначению максимальной полностью обратимой полной деформации $\varepsilon_{rt,1}^{max}$.

Представляет интерес и оценка влияния ПДО на соотношение вкладов обратимой деформации ЭПФ ($\varepsilon_r^{эф}$) и упруго-сверхупруго обратимой деформации ($\varepsilon_r^{су}$) в полную обратимую деформацию (ε_r) сплава 1. Для этого были построены отдельные зависимости этих величин от полной наводимой деформации, приведенные на рисунке 57. Анализ этих зависимостей выявляет закономерность, которая непротиворечиво объясняется с учетом влияния температуры деформации и ПДО на положение ТИВФ. Закономерность заключается в следующем: в результате деформации сжатием при температурах ниже температуры ПДО вклад $\varepsilon_r^{су}$ превышает вклад $\varepsilon_r^{эф}$ в ε_{rt}^{max} , а при температурах равных или выше температуры ПДО эти вклады оказываются одинаковыми. ПДО нивелирует их различие после деформации ниже температуры ПДО и не изменяет их равенство после при температурах равных или выше температуры ПДО. Т.е. ПДО влияет на соотношение вкладов в тех случаях, когда он повышает ТИВФ, и не влияет, когда этого не происходит.

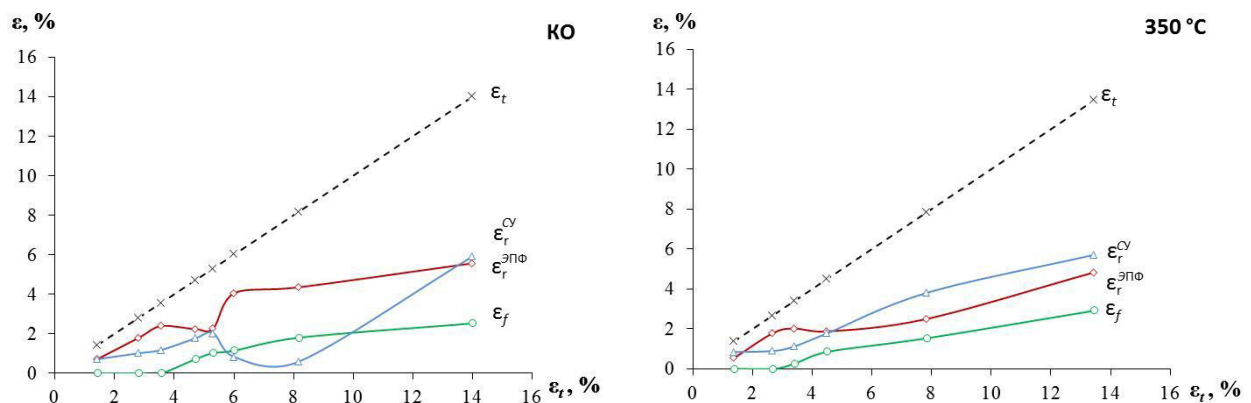
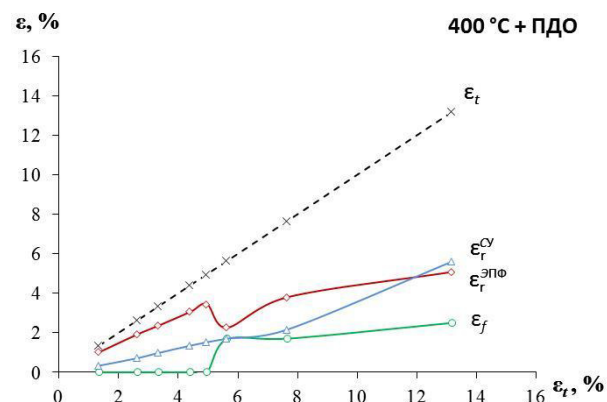
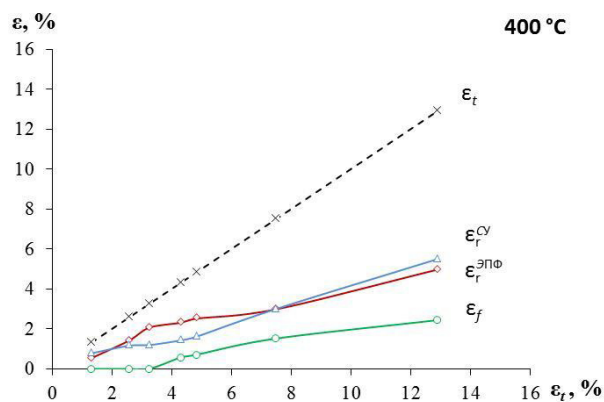
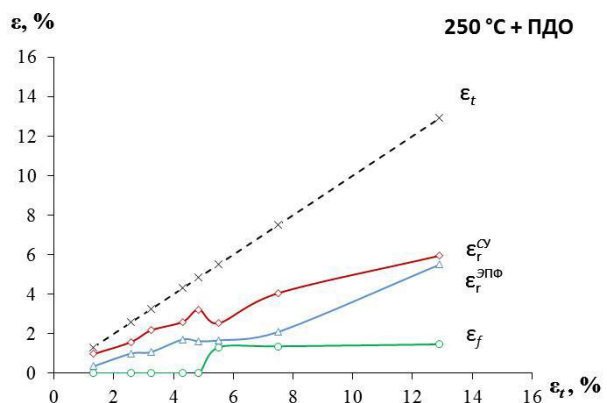
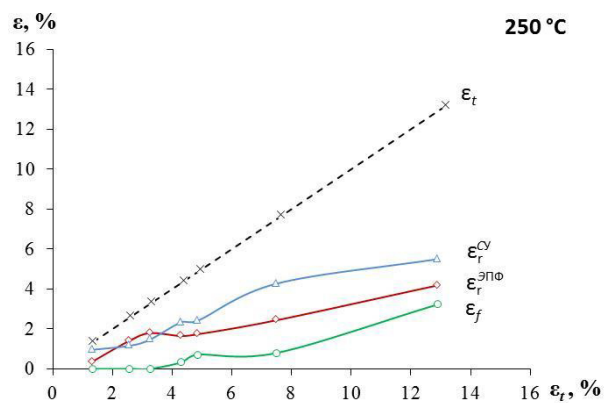
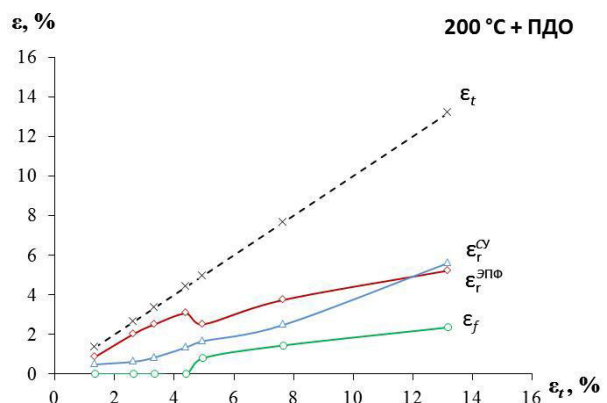
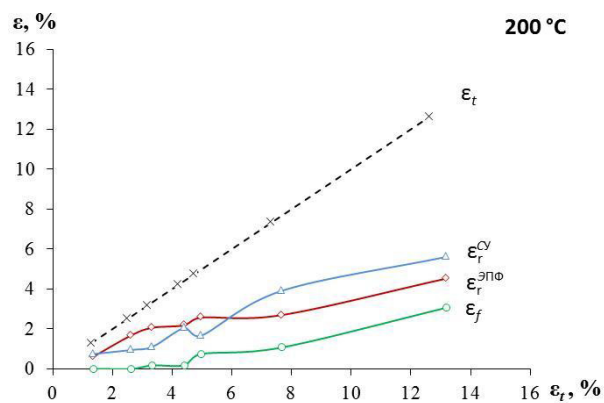
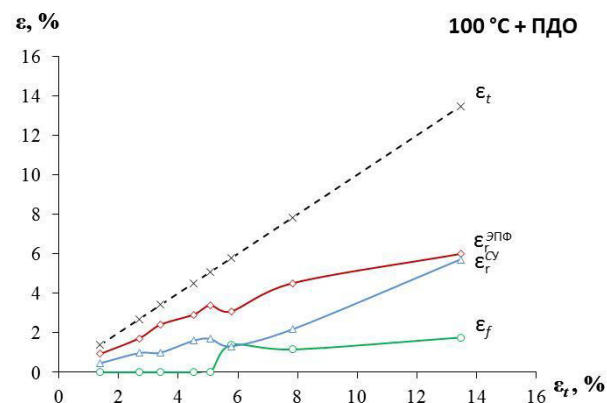
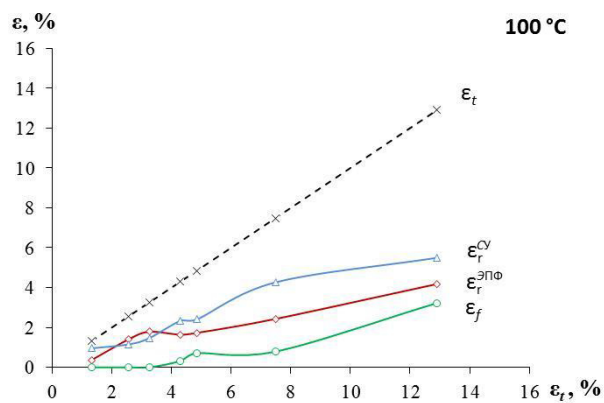
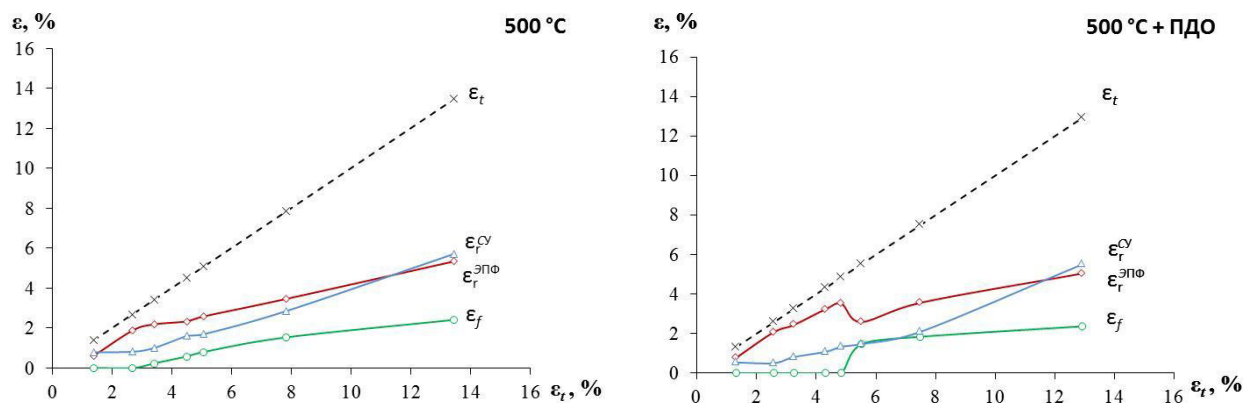


Рисунок 57 – Зависимости составляющих полной обратимой деформации сплава 1 от наводимой деформации (с разбиением ε_{rt} на составляющие $\varepsilon_r^{эф}$ и $\varepsilon_r^{су}$)



Продолжение рисунка 57



Продолжение рисунка 57

Способность сплава 1 к формовосстановлению была оценена также с помощью определения степени восстановления формы (СВФ) после наведенной (определяемой после разгрузки) деформации $\varepsilon_i = 8 \%$ (рисунок 58) и максимальной полностью обратимой полной деформации $\varepsilon_{rt,1}^{max}$ (рисунок 59).

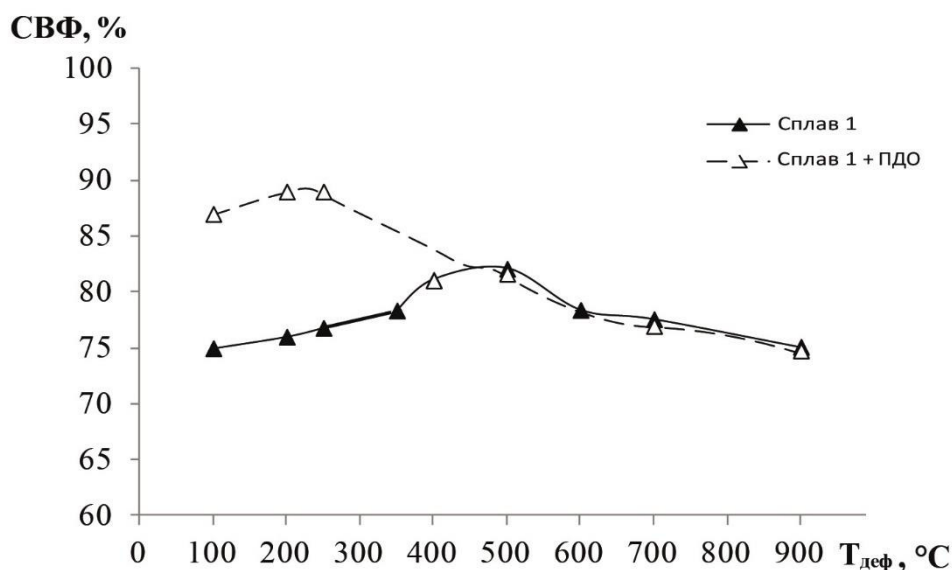


Рисунок 58 – Степень восстановления формы сплава 1 до (—▲—) и после PDO (--Δ--) при наведенной деформации $\varepsilon_i = 8 \%$

В сплаве 1 накопление остаточной деформации с увеличением наведенной происходит одинаково как после контрольной обработки, так и после использованных режимов. Величина ε_f не превышает 3,2 %, что обеспечивает достаточно высокую, более 80 %, степень восстановления формы. Следует отметить, что наиболее высокой СВФ (> 80 %) сплав обладает непосредственно после деформации при температурах 400 и 500 °C, формирующей

полигонизованную структуру. Наиболее высокие значения полной обратимой деформации, включающей восстановление формы за счет СУ и ЭПФ, получены после режимов 350-500 °С и составляют $\varepsilon_{rt} = 10,5-11$ %. Применение ПДО при 400 °С после деформации при низких температурах (до 300 °С) повышает СВФ с 75-77 % до 87-90 %. В то же время ПДО после деформации при температуре ПДО и выше не вносит изменений в СВФ.

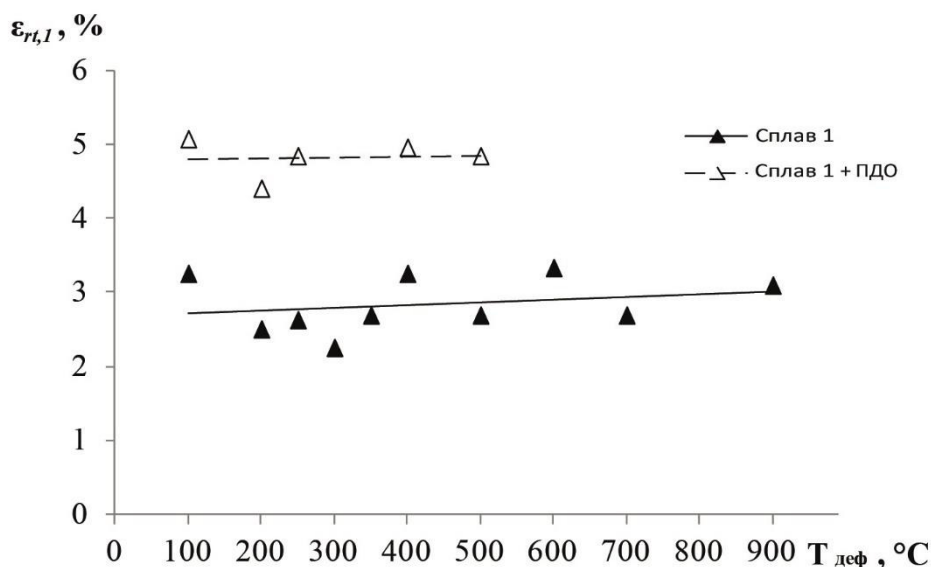


Рисунок 59 – Зависимость общей полностью обратимой деформации от режимов обработки для сплава 1 до (—▲—) и после ПДО (--Δ--)

Значения же, полностью (100 %) обратимой деформации $\varepsilon_{rt,1}$ в сплаве 1 практически после всех режимов обработки довольно низкие, не превышающие 3 % (рисунок 60). Такие низкие значения обратимой деформации характерны для сплавов эквиатного состава с рекристаллизованной структурой [3, 94, 151]. Предположение о влиянии текстуры деформации на характеристики формовосстановления при выборе неблагоприятного направления вырезки образцов по диагонали к оси деформации было проверено на образцах, вырезанных вдоль оси деформации (см. пункт 2.3). Сравнение образцов, вырезанных вдоль оси деформации и по диагонали к ней, не выявило преимуществ в величине ε_{rt} .

Влияние ПДО на величину полностью обратимой полной деформации в сплаве 1 показано на рисунке 59. Как видно, помощью ПДО удалось повысить $\varepsilon_{rt,1}^{max}$ с 2,5-3 до 4,5-5 % для случаев деформации в интервале температур 100-500 °С.

Таким образом, выявлена общая закономерность формирования функциональных свойств сплава 1 под влиянием ПДО:

- если температура ПДО выше температуры деформации, то ПДО вносит изменения в структуру деформированного сплава (вследствие развития процессов возврата и полигонизации) и функциональные свойства, причем способность сплава к формовосстановлению значительно повышается;
- если температура ПДО равна или ниже температуры деформации, то ПДО не оказывает существенного влияния на функциональные свойства.

Сплавы «заквиатомного» состава, такие как сплав 2, обладают более высокими характеристиками формовосстановления по сравнению с эквиатомными. Это во многом объясняется протеканием мартенситных превращений через промежуточную R-фазу, в то время как в эквиатомном сплаве 1 основной механизм обратимой деформации – переориентация мартенсита.

Составляющие полной деформации сплава 2 после наведения деформации в мартенситном состоянии при температуре минус 196 °С (в жидком азоте) и нагрева для восстановления формы представлены в приложении В. В связи с трудностями проведения эксперимента в жидком азоте количество вариантов наводимой деформации не превышало трех. В сплаве 2 после всех использованных режимов деформации и ПДО полностью обратимая деформация была не менее 7 % (приложение В, рисунок 60). Соотношение вклада ЭПФ и СУ в величину полной обратимой деформации после большинства режимов было в пользу ЭПФ (рисунок 60). После деформации при 100 и 300 °С эти доли были близки по величине ($\varepsilon_{rt}^{cy} = 6,4 \%$ и $\varepsilon_{rt}^{эф} = 5,4 \%$).

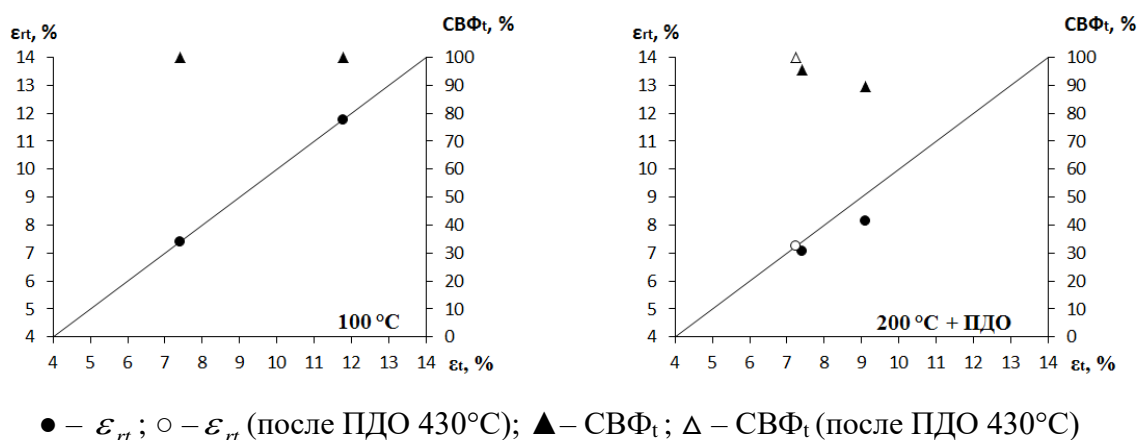
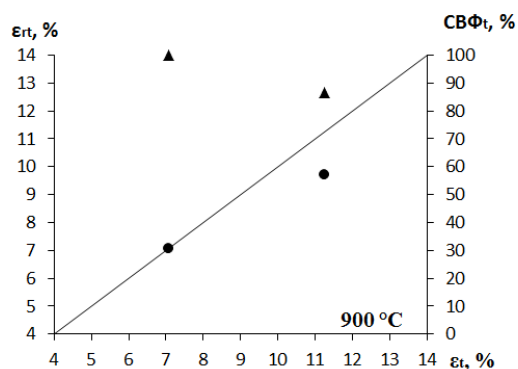
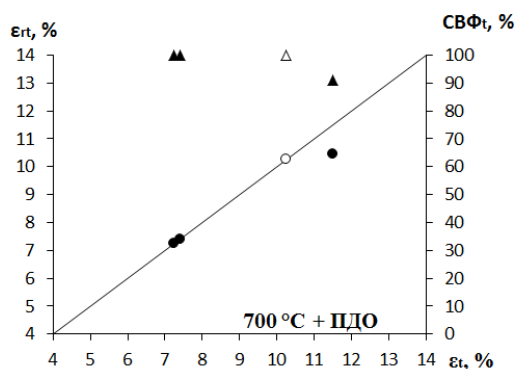
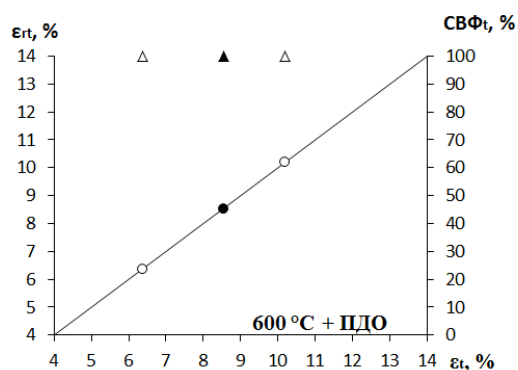
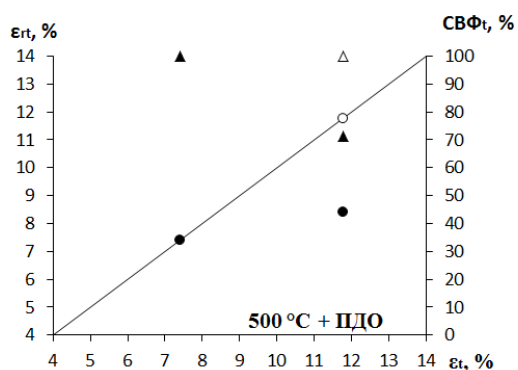
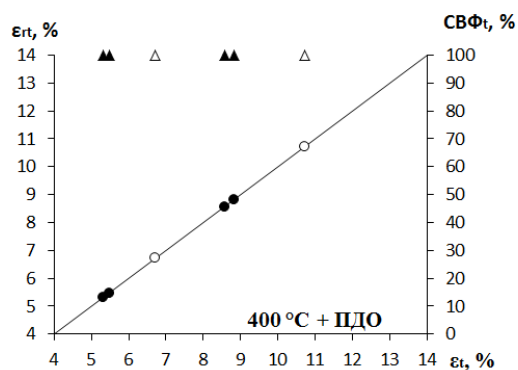
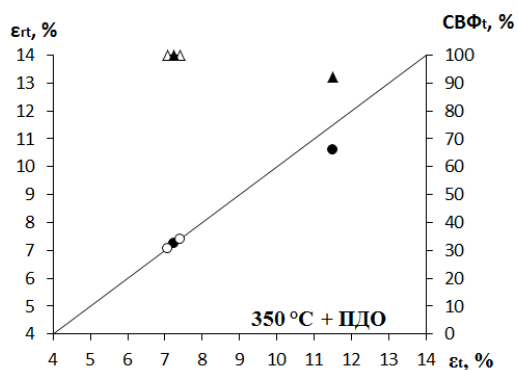
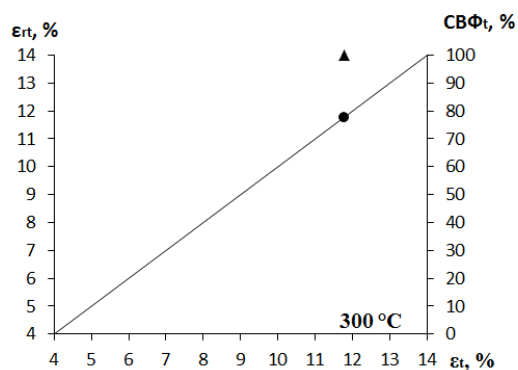
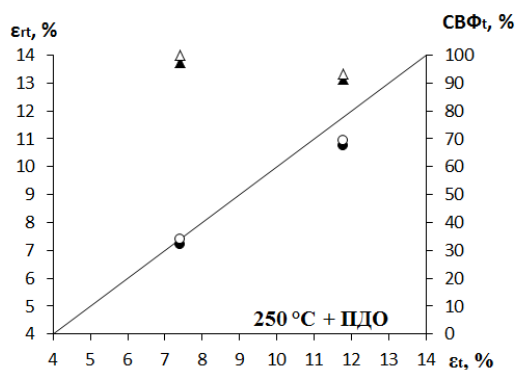


Рисунок 60 – Зависимости полной обратимой деформации и степени восстановления формы сплава 2 от наводимой деформации после деформации и ПДО



Продолжение рисунка 60

На рисунке 60 показано изменение полной обратимой деформации ε_{rt} и СВФ сплава 2 с увеличением полной наводимой деформации ε_t . Анализ данных, показывает, что применение ПДО в той или иной мере приводит к повышению функциональных характеристик

формовосстановления, но в отличие от сплава 1 это положительное влияние ПДО выражено в большей мере в случае, когда температура ПДО ниже температуры деформации. Эта особенность сплава 2 может быть объяснена, если учесть, что сплав 2 является стареющим. Действительно, дисперсионное упрочнение от выделяющихся при 430 °С частиц фазы Ti_3Ni_4 в гораздо большей мере влияет на состояние сплава 2 в относительно слабо упрочненном состоянии после деформации при повышенных температурах, чем на сильно упрочненном в результате низкотемпературной деформации.

Похожая ситуация, связанная с влиянием дисперсионного упрочнения при ПДО, наблюдается и при определении максимальной полностью обратимой полной деформации $\varepsilon_{rt,1}^{max}$ (рисунок 61). В данном случае ПДО при более низких температурах, чем температура деформации, позволяет увеличить $\varepsilon_{rt,1}^{max}$.

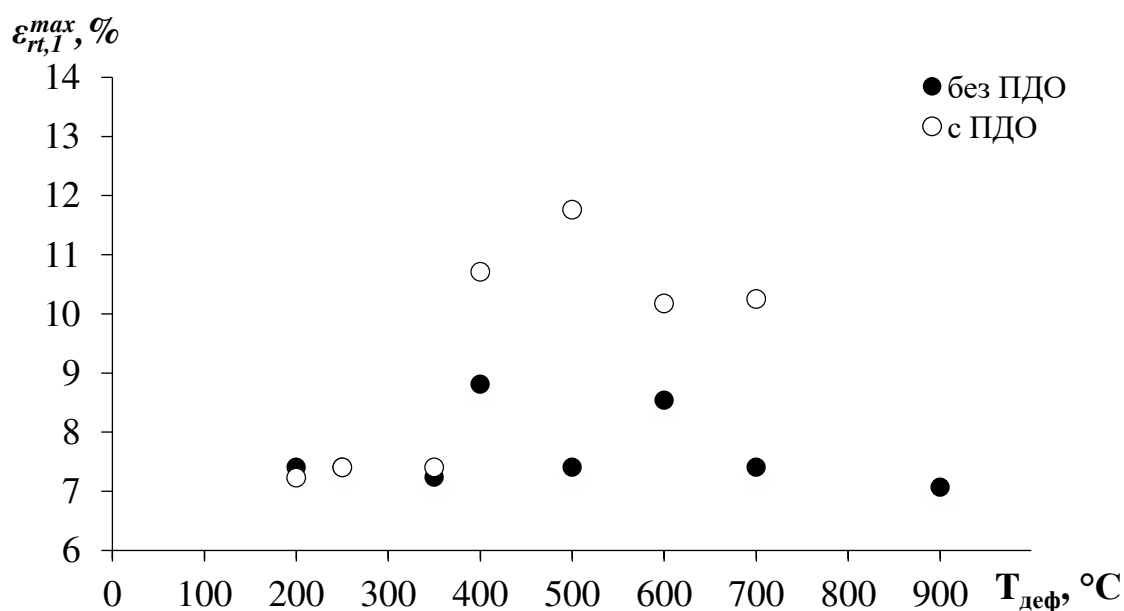


Рисунок 61 – Зависимость полностью обратимой полной деформации сплава 2 от температуры деформации и ПДО

На рисунке 62 отдельно представлено влияние ПДО после деформации при разных температурах на степень восстановления формы сплава 2. СВФ после всех обработок, включая ПДО в случае полной деформации $\varepsilon_t = 7,4 \%$ близка к 100 %. При ε_t близкой к ресурсу деформации решетки ($\varepsilon_t = 11,8 \%$) ПДО обеспечивает повышение СВФ до 100 % в случае, когда температура ПДО равна или ниже температуры деформации. Это укладывается в общую закономерность влияния ПДО на функциональные свойства сплава 2.

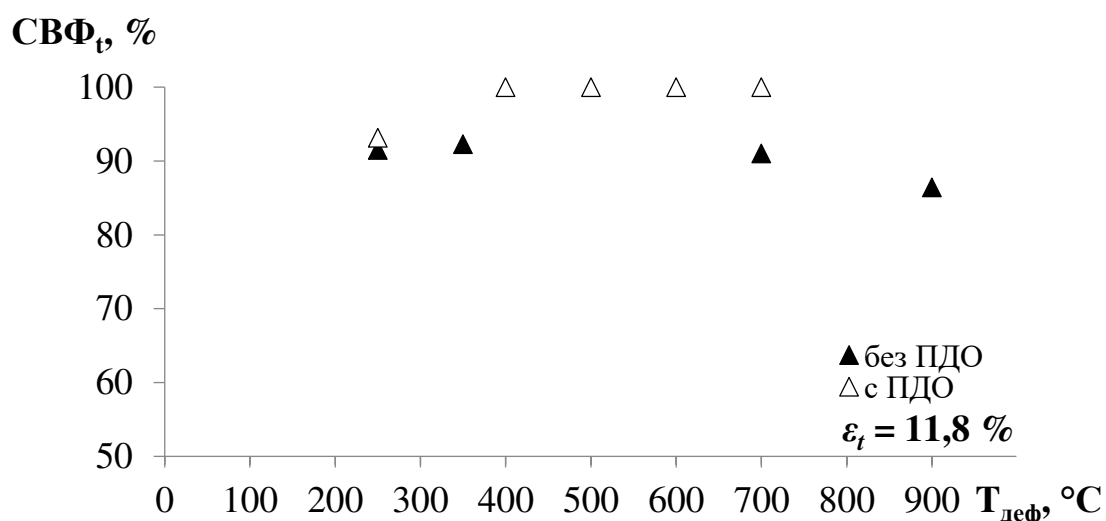
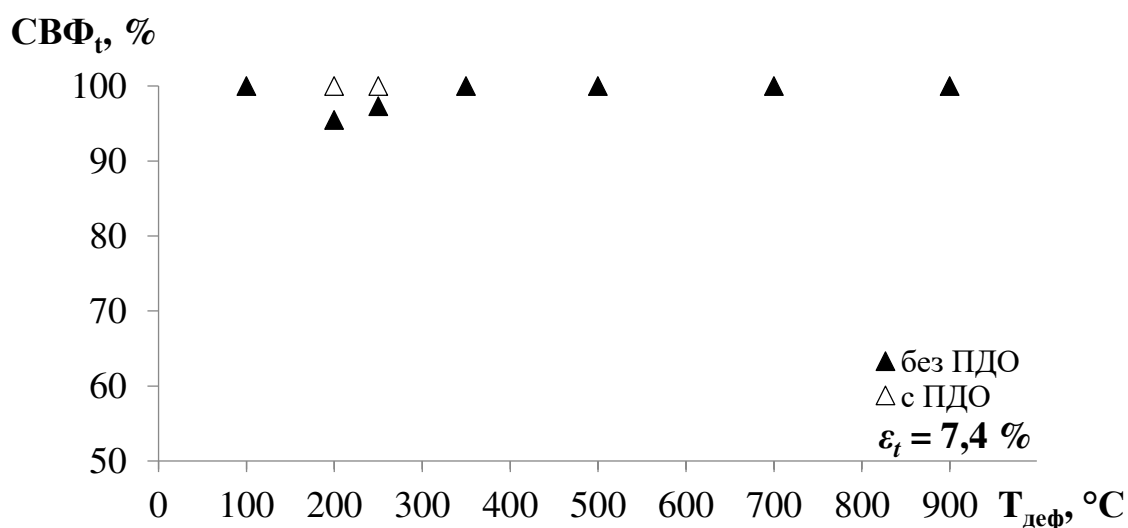


Рисунок 62 – Зависимость степени восстановления формы сплава 2 от режимов деформации и ПДО при различных значениях наводимой деформации ϵ_t

Таким образом, наиболее высокие характеристики формовосстановления при высоких значениях наводимой деформации (11-12 %) близких к теоретическому ресурсу обратимой деформации, в сплаве 1 получены после деформации в интервале 350-500 °C, а в сплаве 2 – при 400-600 °C.

Максимальные значения полной полностью обратимой деформации составили в сплаве 1-3 %, а в сплаве 2 – 11,8 % (после ПДО) и 8,8 % (без ПДО).

Регулирование вклада долей сверхупругой составляющей и составляющей ЭПФ в величину полной обратимой деформации с помощью режимов обработки может быть использовано при разработке устройств, работающих соответственно на эффектах СУ или ЭПФ.

Также выявлена общая закономерность влияния ПДО на формовосстановление сплава эквиатомного (сплав 1) и заэквиатомного (сплав 2) составов, заключающаяся в повышении их способности к формовосстановлению.

Особенности проявления этой общей закономерности влияния ПДО для сплавов 1 и 2: применение ПДО в той или иной мере приводит к повышению функциональных характеристик формовосстановления если температура ПДО выше температуры деформации, то ПДО вносит изменения в структуру деформированного сплава (вследствие развития процессов возврата и полигонизации) и функциональные свойства, причем способность сплава к формовосстановлению значительно повышается. Если температура ПДО равна или ниже температуры деформации, то ПДО не оказывает существенного влияния на функциональные свойства. В случае заэквиатомного сплава положительное влияние ПДО выражено в большей мере в случае, когда температура ПДО ниже температуры деформации (вследствие дисперсионного упрочнения).

4.4 Рекомендации по оптимальным режимам термомеханической обработки

На основании анализа полученных результатов, выявленных закономерностей и особенностей деформационного поведения, структурообразования, формирования механических и функциональных свойств, представленных в главах 3 и 4, разработаны рекомендации по применению оптимальных режимов термомеханической обработки СПФ Ti-Ni в больших сечениях. Оптимизация режимов ТМО, включающей пластическую деформацию сжатием и последеформационный отжиг, выполнена по набору существенных критериев, отвечающих технологическим, структурным и функциональным характеристикам исследуемых сплавов. К указанным критериям относятся:

- деформационно-силовые характеристики деформации в широком интервале температур, скоростей и степеней деформации;
- формирование определенных типов структуры и дислокационной субструктуры;
- температурный интервал восстановления формы;
- полная обратимая деформация и ее компоненты.

Ниже изложены рекомендации по применению оптимальных режимов термомеханической обработки СПФ Ti-Ni в больших сечениях.

1 По результатам экспериментального моделирования (испытаний на сжатие) был проведен анализ деформационно-силовых характеристик с целью определения оптимальных технологических режимов деформации.

При температурах деформации 100 и 200 °С происходит значительный рост усилия деформации, связанный с интенсивным деформационным упрочнением сплавов 1 и 2. Поэтому стремление достигнуть больших величин накопленной истинной деформации без промежуточных отжигов (одно из условий проведения ИПД с целью формирования наноструктур является накопление истинной деформации не менее 2) повлечет за собой разрушение заготовки и/или рабочих инструментов – например, стальных валков, бойков из карбида вольфрама. В этой связи следует использовать повышенные температуры деформации, которые облегчают течение сплавов и обеспечивают существенное уменьшение усилий, требуемых для пластической деформации. Таким образом, оптимальными технологическими режимами производства массивных полуфабрикатов сплавов Ti-Ni можно считать деформацию при температуре 300 °С и более при скоростях деформации $\dot{\epsilon} = 0,1-5 \text{ с}^{-1}$.

Полученный результат экспериментального моделирования – набор кривых течения и их параметров – представляет собой базу данных и может быть использован при разработке технологии ОМД в условиях различных производств с учетом схем деформации и масштабных факторов. Окончательный выбор температуры, скорости и степени деформации должен быть обоснован исходя из технических характеристик используемого оборудования, схемы деформации и требуемых конечных структуры и свойств.

2 Для достижения установившейся стадии деформации температура деформации обоих сплавов должна быть не ниже 400 °С. Степень деформации при этом должна составлять не менее $\epsilon = 0,7$ при температуре деформации 400 °С не менее 0,5 при температуре деформации 500 °С, не менее 0,2 при температурах деформации в интервале 600-900 °С.

3 Для формирования развитой субструктуры динамического возврата пластическую деформацию сплавов 1 и 2 следует проводить в интервале температур 100-300 °С. Для формирования субструктуры динамической полигонизации пластическую деформацию сплава 1 следует проводить в интервале температур 300-500 °С, сплава 2 – 300-600 °С. Для формирования структуры динамической рекристаллизации при сохранении мелкого рекристаллизованного зерна пластическую деформацию сплава 1 следует проводить в интервале температур 500-700 °С, сплава 2 – 600-700 °С.

4 Для стабилизации температурного интервала восстановления формы эквивалентного сплава Ti-50,0 ат.% Ni на уровне 80-90 °С деформацию следует проводить в интервале температур 350-900 °С. Для стабилизации ТИВФ на уровне 60-70 °С деформацию следует проводить в интервале температур 100-300 °С. Для расширения интервала температур деформации, обеспечивающих стабильность ТИВФ на уровне 80-90 °С, следует использовать последеформационный отжиг при 400 °С (1 ч) после деформации при 250-300 °С.

Корректировку ТИВФ с помощью ПДО можно проводить на стадии изготовления конечного продукта.

Нижняя граница ТИВФ (температура A_n) заэквиатомного сплава Ti-50,8 ат.% Ni лежит ниже комнатной температуры после деформации при всех температурах, поэтому данный сплав следует использовать в качестве сверхупругого, а верхнюю границу ТИВФ (температуру A_k) регулировать с помощью последеформационного отжига конечного продукта.

5 Для получения наиболее высоких характеристик формовосстановления (полная обратимая деформация, степень восстановления формы) вплоть до весьма высоких значений наводимой деформации (11-12 %) в массивной заготовке сплава 1 его деформацию следует проводить в интервале 350-500 °С. В сплаве 2 это достигается в результате деформации при температурах в интервале 400-600 °С.

6 Если достигнутая в результате пластической деформации сплавов 1 и 2 максимальная полностью обратимая деформация недостаточно высока, она может быть существенно увеличена с помощью последеформационного отжига при 400 °С (1 ч) и 430 °С (1 ч) соответственно. Применение ПДО удобно с технологической точки зрения, поскольку его можно провести на стадии изготовления конечного продукта.

7 Для повышения вклада обратимой сверхупругой деформации ε_{rt}^{cy} в полную обратимую деформацию сплава 1 пластическую деформацию следует проводить в температурном интервале 100-350 °С для всех значений наводимой деформации (от 1,3 до 13 %). Для повышения вклада обратимой деформации ЭПФ $\varepsilon_r^{эф}$ пластическую деформацию можно проводить в температурном интервале 400-900 °С, но только при значениях наводимой деформации ε_t от 1,3 до 8 %, поскольку при ε_t более 8 % для режимов с деформацией при 400-900 °С сверхупругая составляющая снова преобладает над составляющей ЭПФ. При использовании ПДО следует учитывать, что он влияет на соотношение вкладов в тех случаях, когда он повышает ТИВФ, и не влияет, когда этого не происходит.

Глава 5 Влияние квазинепрерывной изотермической деформации по схеме *MaxStrain* и последеформационного отжига на структуру и свойства СПФ Ti-Ni

5.1 Предварительные исследования

Анализ результатов, представленных в главах 3 и 4, позволил определить наиболее перспективный температурный интервал (300-500 °C) проведения деформации (в том числе и мегапластической) с точки зрения формирования динамически полигонизованной и/или ультрамелкозернистой структуры с повышенным уровнем функциональных свойств в СПФ Ti-Ni эквиатомного состава.

На этапе предварительных исследований и апробации схемы интенсивной пластической деформации на модуле многоосевой деформации *MaxStrain* (MS) применительно к СПФ Ti-Ni использовали сплав 3, который оказался слабостареющим. Принцип работы данного модуля представлен в главе 2. После деформации при 400 °C со степенью $\epsilon = 3,5$, накопленной за 6 обжатий (режим MS1), образцы были подвергнуты последеформационному отжигу (ПДО) при температурах 350, 400 и 700 °C. Исследование структуры и свойств после MS-деформации производили в сравнении с традиционной технологией – горячей ротационной ковкой (РК) при температуре 700-900 °C.

Калориметрический анализ

Судя по данным ДСК, исходная заготовка для MS-деформации, после контрольной обработки, сохранила следы деформационного наклепа. О нем свидетельствует небольшая асимметрия и увеличенная ширина пиков на кривых охлаждения и нагрева, соответствующих мартенситным превращениям. MS-деформация приводит к росту внутренних напряжений, стимулирующих появление B2→R превращения при охлаждении (рисунок 63, таблица 11).

Таблица 11 – Характеристические температуры мартенситных превращений сплава 3

№	Обработка	T_r , °C	M_s^{pik} , °C	M_f , °C	A_s , °C	A_f , °C
1	KO	-	35	16	42	68
2	MS1	22	4	-9	32	44
3	MS1 + 400 °C	40	7	-18	36	55

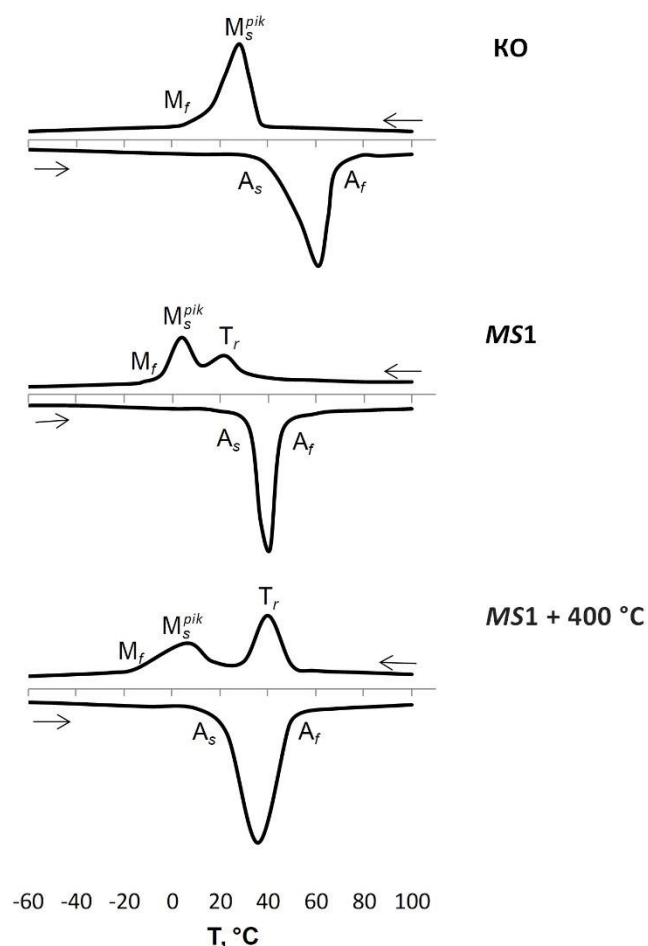


Рисунок 63 – Калориметрические кривые образцов сплава 3 после различных обработок: КО, после *MS*-деформации (*MS1*) и после ПДО (*MS1*+400 °С)

Интервалы прямого и обратного МП $B2 \leftrightarrow B19'$ понижаются в результате *MS*-деформации. ПДО при 400 °С приводит к расширению интервала прямого МП за счет повышения температуры T_r и понижения температуры M_f , что, возможно, связано со старением сплава, содержащего более 50 ат.% Ni.

Рентгеноструктурный анализ

На рисунке 64 приведены профили рентгеновских линий (200) и (211) B2-аустенита (съемка при 150 °С) для исследованных режимов обработки. Из соотношения интенсивностей этих линий видно, что текстура аустенита исходной заготовки сохраняется в результате деформации и отжигов и отличается от текстуры, сформированной после ротационнойковки. Ширина рентгеновских линий аустенита после РК и после обработки *MS1* + 700 °С наименьшая, что характерно для рекристаллизованной структуры.

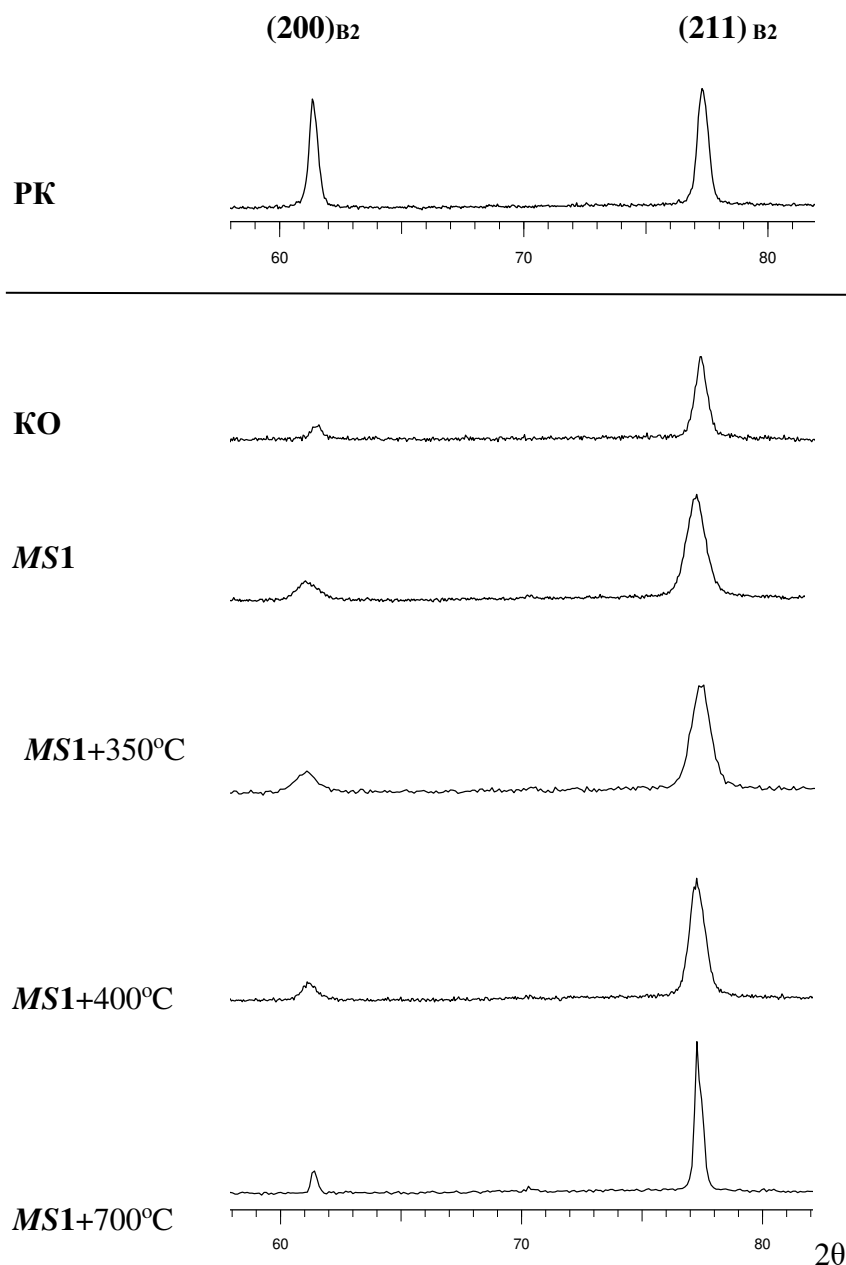


Рисунок 64 – Профили рентгеновских линий $(200)_{B2}$ и $(211)_{B2}$ при 150 °С после различных режимов обработки сплава 3

До деформации в структуре исходной заготовки и в образцах после РК при комнатной температуре присутствует в основном мартенсит. Некоторые рентгенограммы позволяют также говорить о присутствии R-фазы с небольшим ромбоэдрическим расщеплением и фазы Ti_2Ni . После деформации основная фаза – B2-аустенит, линии (200) и (211) B2-аустенита сильно уширены (таблица 12). Мартенсит присутствует в небольшом количестве, его доля не превышает 20 %.

Таблица 12 – Ширина линий В2-аустенита сплава 3

№	Обработка	Температура съемки, °С	$B_{200},$ 2 θ	$B_{211},$ 2 θ
1	Ротационная ковка	150	0,42	0,52
2	КО		0,51	0,60
3	<i>MSI</i>		0,94	0,93
4	<i>MSI</i> + 350 °С		0,88	0,92
5	<i>MSI</i> + 400 °С		0,63	0,74
6	<i>MSI</i> + 700 °С		0,31	0,36

Оценка ориентированных остаточных напряжений в поверхностном слое образцов по изменению экстраполированной величины периода решетки В2-аустенита, определенного при 150 °С, показала резкое их увеличение в результате *MS*-деформации (рисунок 65). После ПДО при 350 и 400 °С они заметно уменьшаются, а после ПДО при 700 °С напряжения гораздо меньше и сопоставимы с наблюдаемыми в образцах после ротационной ковки и горячего прессования.

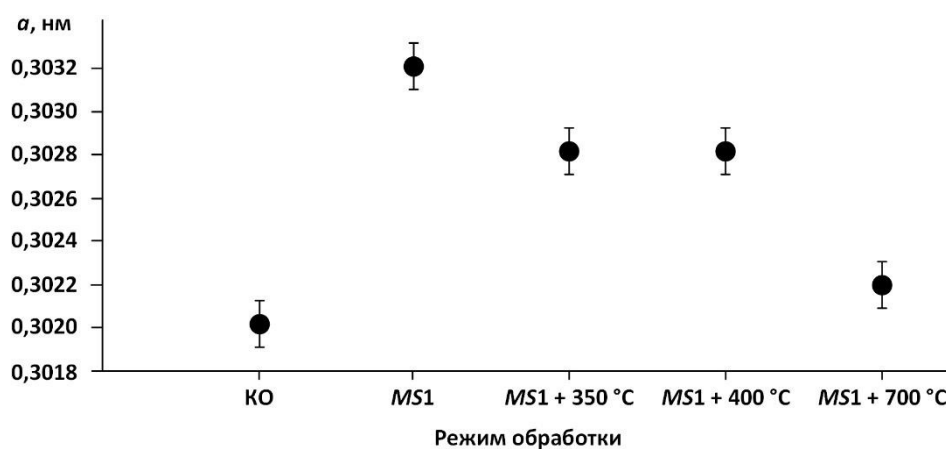


Рисунок 65 – Зависимость экстраполированного периода решетки аустенита от режима обработки сплава 3

Просвечивающая электронная микроскопия

Данные об устойчивости остаточных напряжений коррелируют с данными, полученными при проведении электронномикроскопического исследования. Полученная структура отличается высокой плотностью дислокаций и наличием как малоугловых, так и высокоугловых границ. На рисунках 66 а, б показана область, в которой присутствуют все три особенности структуры.

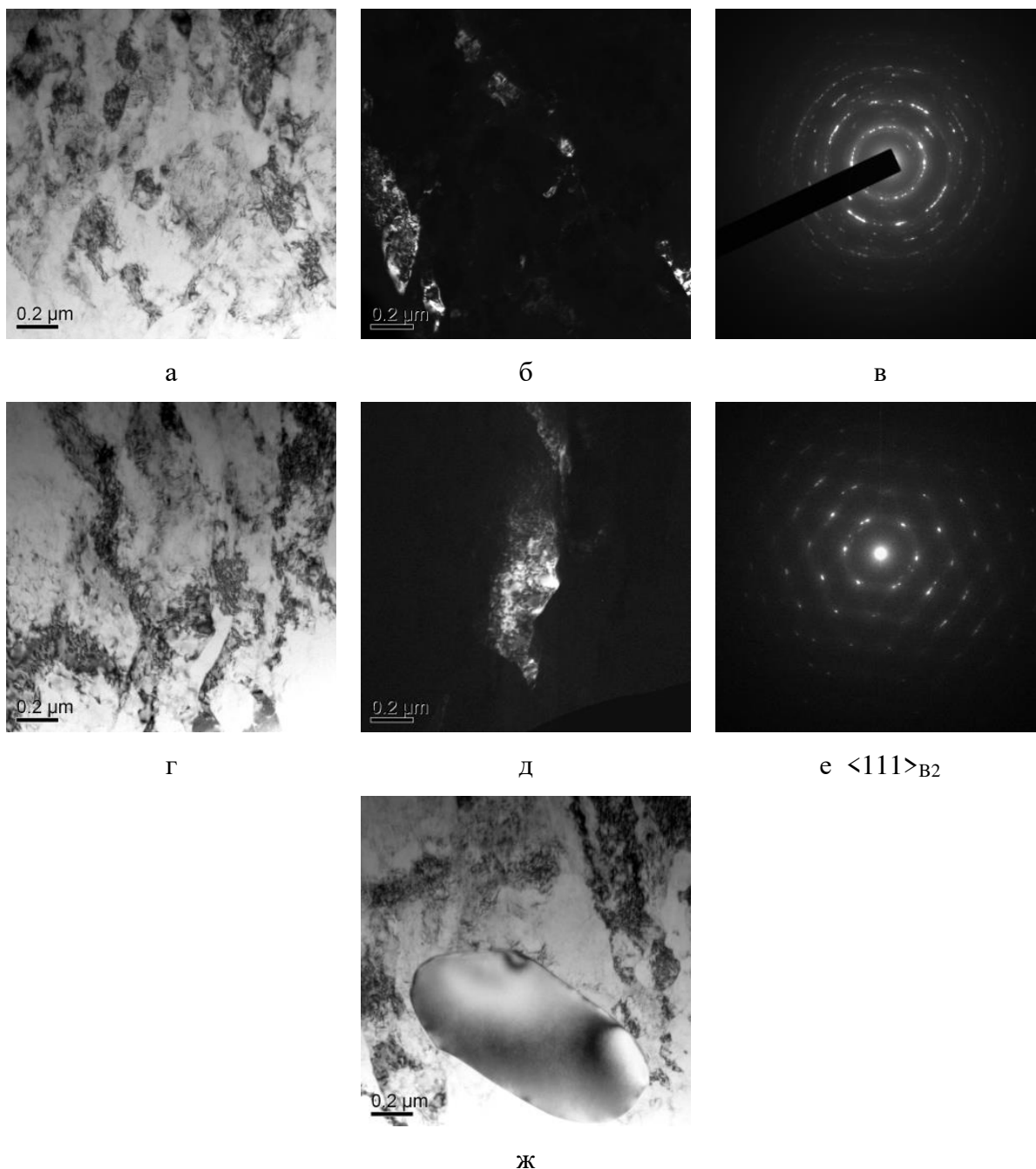


Рисунок 66 – Структура (светлопольные и темнопольные изображения) и микродифракция сплава 3 после *MS*-деформации (режим *MS1*). Просвечивающая электронная микроскопия

Кольцевая точечная дифракционная картина с локальными дуговыми местами фрагментированными сгущениями, приведенная на рисунке 66 в, характерна для такого смешанного состояния [154]. Размер элементов такой структуры (зёрен и субзёрен) колеблется в пределах от 50 до 300 нм. В то же время существуют области, в которых высокоугловые разориентировки не наблюдаются (рисунок 66 г-е). Здесь наблюдается типичная структура теплового наклепа с большой плотностью дислокаций и субзеренная

(типичная полигонизованная). При этом средняя ориентировка площадки, хотя и несовершенная, но вполне определенная [154]: в данном случае это $\langle 111 \rangle_{B2}$. На рисунке 66 ж показана частица паразитной фазы Ti_2Ni , всегда присутствующей в околоэквиаторных сплавах, не участвующей в мартенситном превращении и не способствующей восстановлению формы.

В целом наблюдаемую структуру можно охарактеризовать как смесь субзеренной и субмикроструктурной структуры с высокой плотностью дислокаций. Размерный диапазон ее элементов лежит немного выше нанометрового. Средний размер зерен/субзерен составляет более 200 нм. Большой разброс размеров структурных элементов, присутствие среди них значительной доли субзерен указывает на необходимость существенного увеличения степени деформации: шести циклов деформирования недостаточно, в дальнейшем необходимо увеличить их количество.

Функциональные свойства

Образцы, в состояниях как непосредственно после *MS*-деформации, так и после ПДО при температурах 350 и 400 °C в течение 1 ч, показали высокие значения полностью обратимой деформации: $\varepsilon_{r,1}^{max} = 7\%$ (рисунок 67). ПДО при 700 °C в течение 30 мин приводит к формированию рекристаллизованной структуры B2-фазы и резкому уменьшению полностью обратимой деформации до $\varepsilon_{r,1}^{max} = 2\%$. Такие же значения обратимой деформации получены после ротационнойковки, также формирующей рекристаллизованную структуру B2-аустенита (рисунок 67).

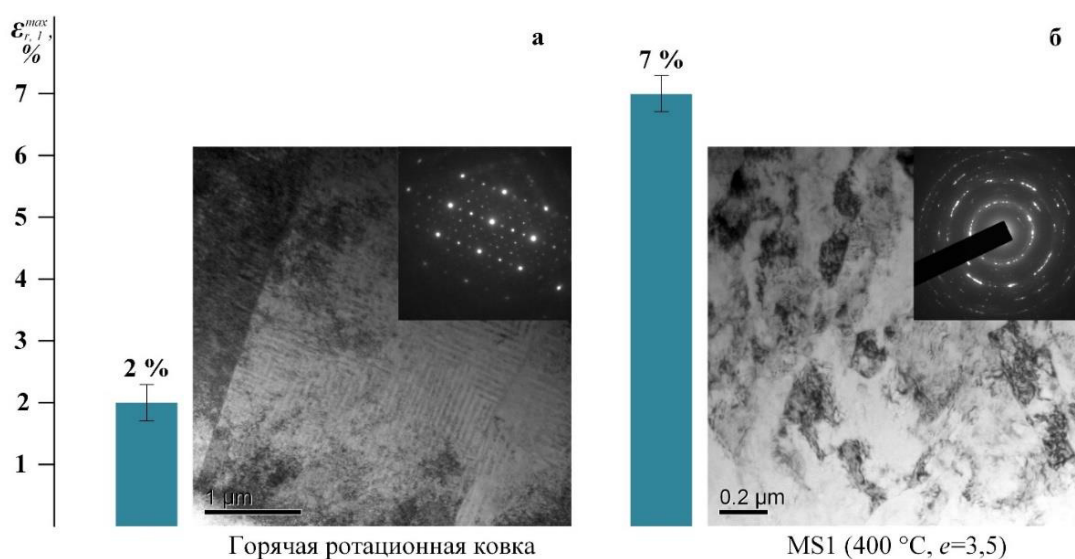


Рисунок 67 – Полностью обратимая деформация и микроструктура сплава 3 после ротационнойковки (а) и *MS*-деформации (б).

Таким образом, проведенные предварительные исследования показали, что структура, полученная в результате интенсивной пластической деформации на модуле *MaxStrain*, приближается к нанокристаллической и обеспечивает значительное преимущество по основному функциональному свойству – полностью обратимой деформации – по сравнению с рекристаллизованной структурой. Полученные результаты предварительных исследований свидетельствуют о перспективности выбранного направления с точки зрения получения нанокристаллической структуры в массивных образцах сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni и соответствующего улучшения комплекса их функциональных свойств.

При выполнении дальнейших исследований производили постепенное увеличение степени накопленной деформации (с 4,6 до 11) с одновременным плавным понижением температуры деформации (с 400 до 250 °C). Термомеханические условия деформации для каждого режима представлены в таблице 4 (см. пункт 2.2.2). Для того, чтобы исключить влияние старения, имеющего место в сплаве 3 (Ti-50,2 ат.% Ni), на формирование УМЗ структуры, был использован нестареющий эквиатомный сплав 4 (Ti-50,0 ат.% Ni).

5.2 Калориметрический анализ

Как уже было показано для сплава 3, исследованного ранее, в сплаве 4 *MS*-деформация приводит к росту внутренних напряжений и стимулирует появление $B2 \rightarrow R$ превращения при охлаждении после деформации $\epsilon = 4,6$, (режим *MS2*). В случае контрольной обработки прямое и обратное МП – одностадийные: $B2 \leftrightarrow B19'$. После *MS*-деформации обратное МП $B19' \rightarrow B2$ в обоих сплавах как правило идет в две стадии: $B19' \rightarrow R$ и $R \rightarrow B2$. Обособление этих превращений при охлаждении возрастает с ростом величины и понижением температуры деформации (рисунок 68, таблица 13), что особенно ярко проявляется после деформации в наиболее «жестких» условиях (режим *MS11*: $\epsilon = 11$, 250 °C). В то же время при обратном мартенситном превращении наблюдается один калориметрический пик. После *MS*-деформации этот пик асимметричен, очевидно, вследствие развития непрерывного обратного превращения $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$.

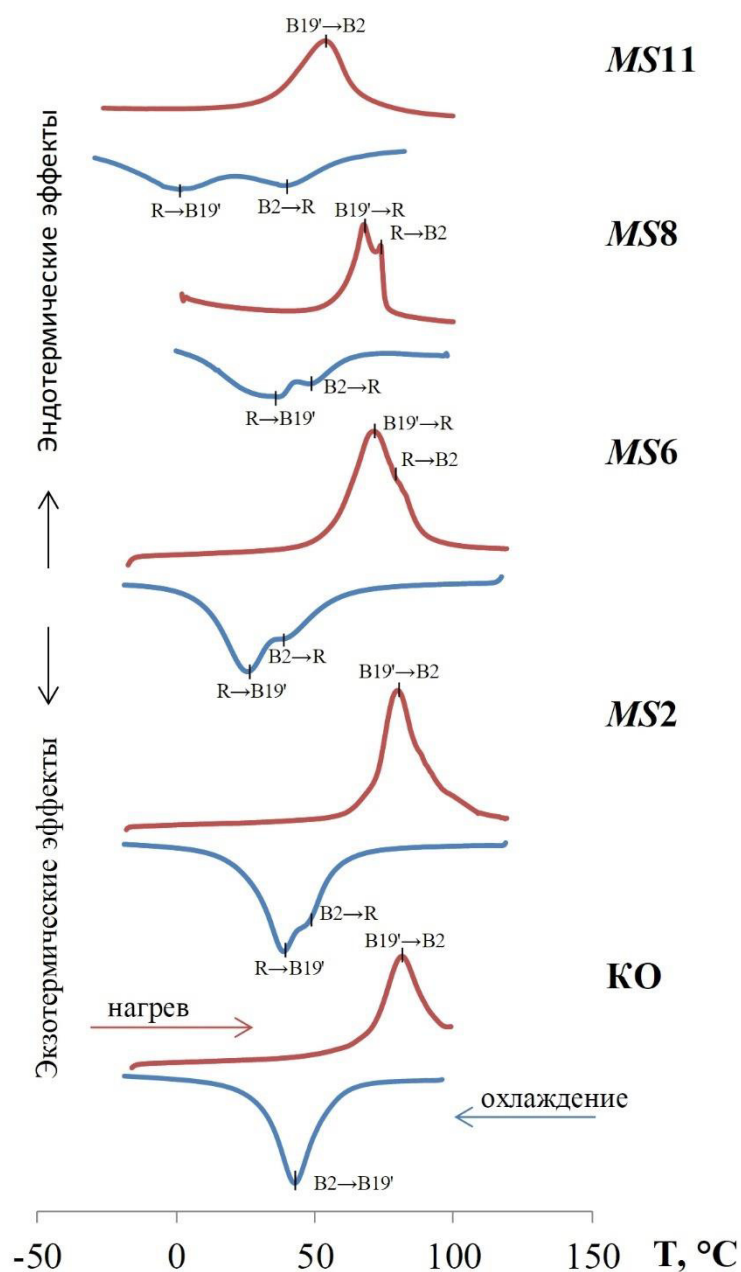


Рисунок 68 – Калориметрические кривые сплава 4 после *MS*-деформации

Снижение температур прямого и обратного МП сплава 4 менее выражено и проявляется только после деформации $\epsilon = 6,6$ и более (режимы *MS5-MS11*). Пиковые значения основных характеристических температур (T_r , M_s , A_s , A_f) практически не изменяются с увеличением деформации до $\epsilon = 9,5$ (режимы *MS7*, *MS8*). Расширение интервалов прямого МП (T_r - M_f) на 15-20 °C наблюдается также после $\epsilon = 6,6$ (режимы *MS5*, *MS6*). Значительное снижение интервала прямого мартенситного превращения (более чем на 30 °C) наблюдается при $\epsilon = 11$ (режим *MS11*). Обратное МП (A_s - A_f) реализуется в довольно узком интервале температур, который практически не изменяется с ростом деформации (таблица 13). Как видно из таблицы 13, ПДО при температуре

деформации не изменяет характер мартенситных превращений: они протекают через промежуточную R-фазу. Выраженный эффект ПДО проявляется в образцах *MS8* в виде сужения (около 10 °C) интервалов мартенситного превращения.

Таблица 13 – Характеристические температуры мартенситных превращений сплава 4

№	Обработка	$M_r^{pik}, ^\circ\text{C}$	$M_s^{pik}, ^\circ\text{C}$	$M_f, ^\circ\text{C}$	$A_s, ^\circ\text{C}$	$A_f, ^\circ\text{C}$
1	КО	-	43	31	70	93
2	<i>MS2</i>	48	39	23	68	92
3	<i>MS2</i> + 400 °C	50	38	28	70	92
4	<i>MS6</i>	41	26	10	56	92
5	<i>MS6</i> + 350 °C	43	35	22	63	82
6	<i>MS8</i>	48	38	6	56	76
7	<i>MS8</i> + 330 °C	52	34	18	65	78
8	<i>MS11</i>	39	-1	-34	32	69

5.3 Структурные исследования

5.3.1 Рентгеноструктурный анализ

Результаты рентгенографического анализа представлены на рисунках 69-71. При комнатной температуре в исходном состоянии после контрольной обработки присутствует структура B19'-мартенсита (рисунок 69).

После деформации $\epsilon = 4,6$ (режимы *MS2*, *MS4*), как и в исходном состоянии, при комнатной температуре присутствуют линии B19'- мартенсита, отчетливых линий R-фазы или B2-аустенита не обнаружено. После деформации $\epsilon = 6,6$ (режимы *MS5*, *MS6*) появляются линии R-фазы (возможно, с наложением линий аустенита) и количество ее растет за счет уменьшения количества мартенсита с ростом деформации до $\epsilon = 11$ (режимы *MS7*, *MS8*, *MS11*). О присутствии B2-аустенита судить трудно, поскольку положение его рентгеновской линии $\{110\}$ совпадает с положением дублета $330_R - 3\bar{3}0_R$ R-фазы. ПДО при температуре деформации не сопровождается видимыми изменениями профилей рентгеновских линий (рисунок 69).

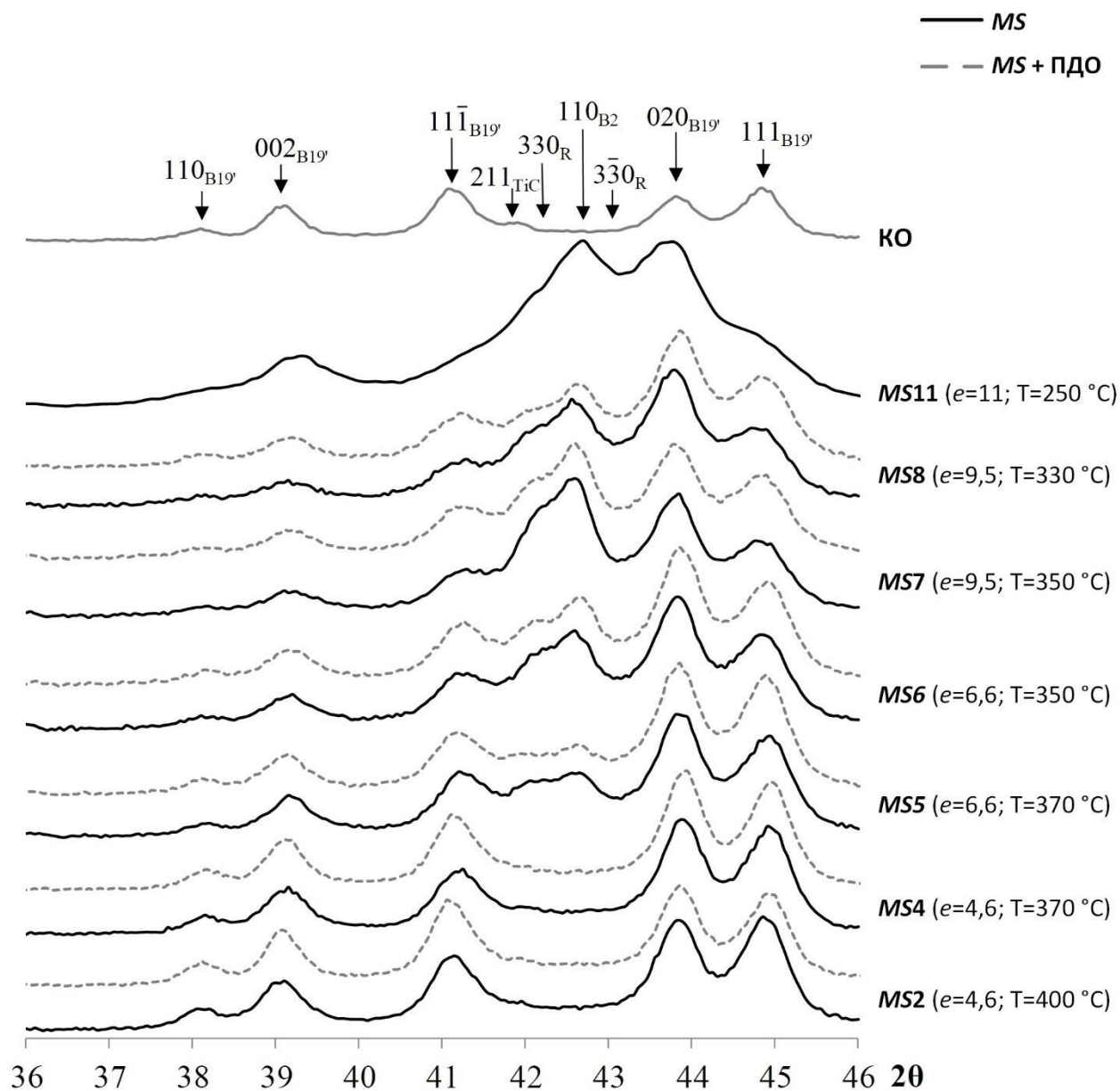


Рисунок 69 – Рентгенограммы сплава 4 при комнатной температуре

Из сравнения полученных профилей линий с результатами калориметрических исследований можно заметить, что после деформации $e = 4,6$ калориметрический эффект $B2 \rightarrow R$ превращения присутствует (рисунок 68), но при комнатной температуре отчетливых рентгеновских линий R-фазы не обнаружено. Однако наблюдается повышение «фона» в интервале их существования ($2\theta = 42-43$ градусов). Из сравнения с калориметрической кривой охлаждения видно, что к этому моменту превращение $R \rightarrow B19'$ в основном завершается. Вполне отчетливые линии R-фазы появляются после деформации $e = 6,6$ (режим MS5). Увеличение деформации до $e = 9,5$ приводит к еще большему уменьшению количества B19'-мартенсита и увеличению количества R-фазы, что связано с понижением температурного

интервала прямого мартенситного превращения $R \rightarrow B19'$: с ростом числа обжатов дефектность решётки увеличивается и интервал прямого МП понижается (таблица 13).

Изменение параметров решетки мартенсита в зависимости от величины накопленной деформации ϵ представлено на рисунке 70. Наблюдается уменьшение параметров a , c , угла моноклинности β и увеличение параметра b с увеличением накопленной деформации. Это происходит всегда при увеличении дефектности решетки В2-аустенита как в нано-, так и в обычной структуре [155-157].

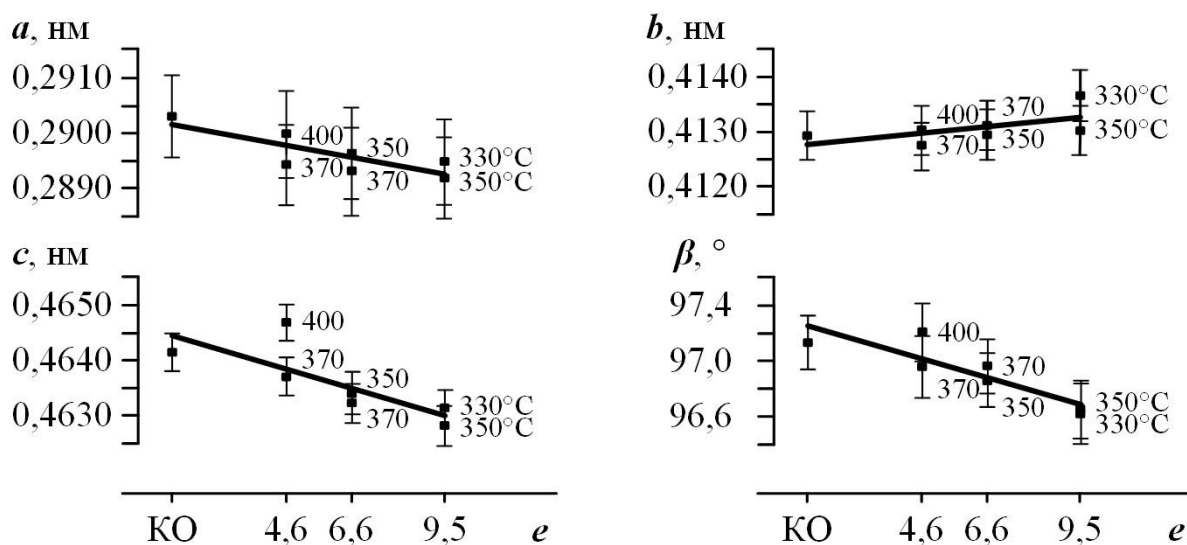


Рисунок 70 – Параметры решетки мартенсита сплава 4 в зависимости от накопленной деформации

На рисунке 71 приведены зависимости ширины рентгенографических линий В2-аустенита $(211)_{B2}$ и $(110)_{B2}$, записанных при 150 °С от режимов деформации. Наблюдается значительное увеличение ширины рентгеновских линий по сравнению с контрольной обработкой, обусловленное увеличением деформационного наклепа и дефектности решетки с увеличением степени и понижением температуры деформации. ПДО при температуре деформации немного сужает линий В2-аустенита по сравнению с состоянием после MS-деформации.

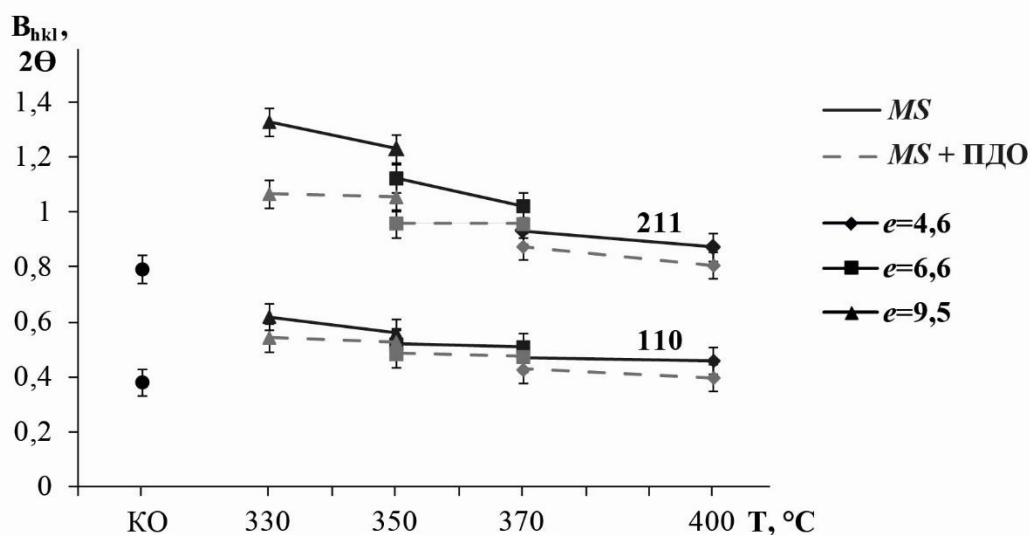


Рисунок 71 – Зависимость ширины линий В2-аустенита от накопленной деформации

Оценка ориентированных остаточных напряжений в поверхностном слое образцов по изменению экстраполированной величины периода решетки В2-аустенита, определенного при 150 °С, показала резкое их увеличение в результате деформации. Величина микронапряжений возросла на десятки МПа. Например, после деформации по режиму *MS8* прирост напряжений составил около 60 МПа по сравнению с исходным состоянием до деформации.

5.3.2 Электронномикроскопический анализ структуры

Как показало рентгенографическое исследование, результаты которого описаны выше, после всех режимов *MS*-деформации основными фазовыми составляющими сплава 4 являются В19'-мартенсит, промежуточная R-фаза и, предположительно, В2-аустенит.

Электронномикроскопическое исследование структуры после *MS*-деформации по всем режимам выявляет весьма сложную структуру, сформировавшуюся в результате охлаждения до комнатной температуры (рисунок 72). Анализ светлопольных и темнопольных изображений совместно с дифракционными картинками также показывает, что присутствуют все три основных фазы: В19'- и R-мартенситы, а также В2-аустенит, – причем на фоне развитой дислокационной субструктуры с плотностью свободных дислокаций оценочно не менее 10^{11} см^{-2} и неравноосных структурных элементов – зерен и субзерен субмикронного размера, имеющих преимущественную ориентировку. На темнопольных изображениях в сильных рефлексах первого дифракционного кольца наблюдаются как группировки близко ориентированных структурных элементов – субзерен (рисунок 72 в), так и отдельные светлые элементы – зерна с высокоугловой разориентировкой (рисунок 72 г).

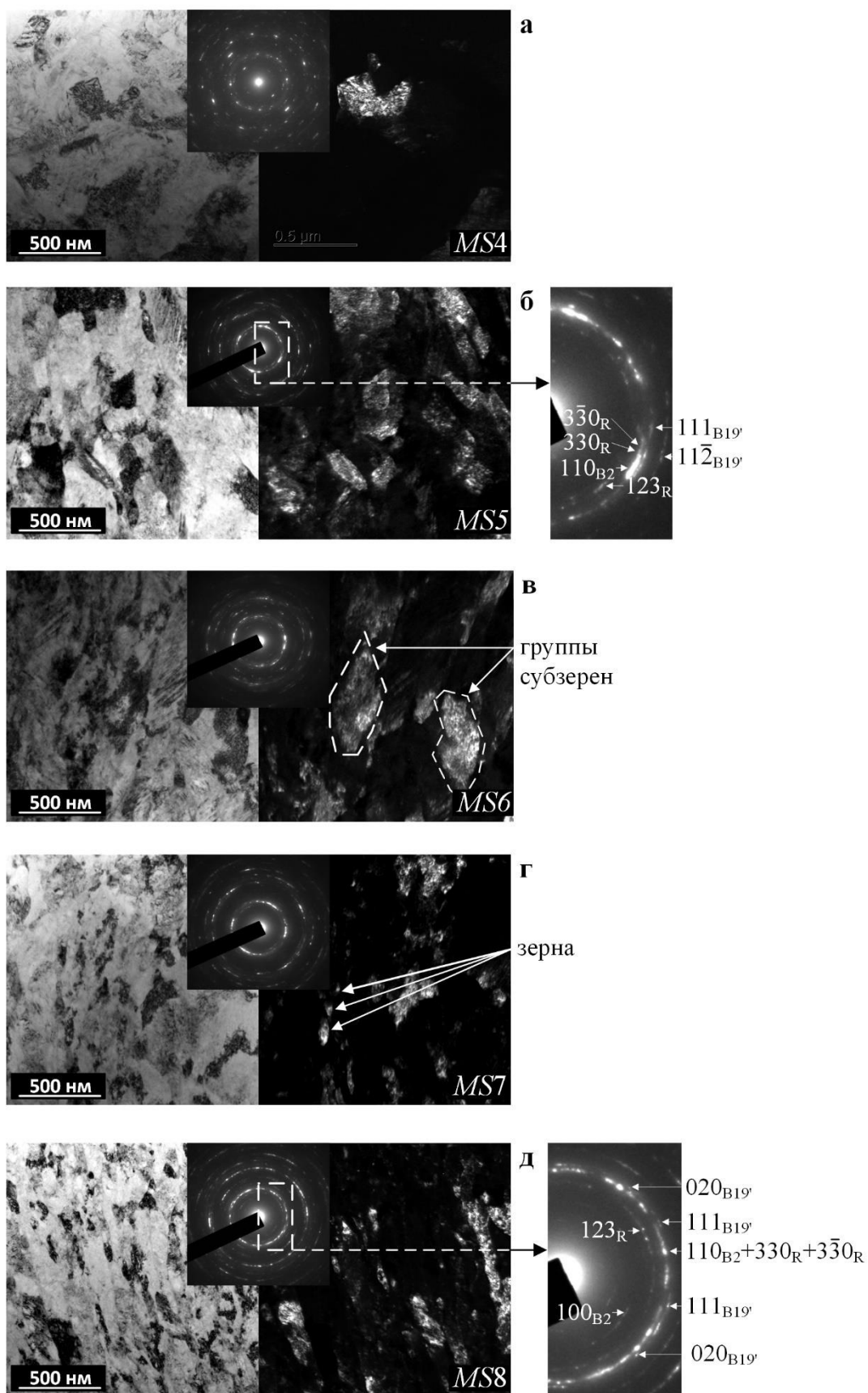


Рисунок 72 – Структура сплава 4 после деформации по режимам *MS4*(а), *MS5* (б), *MS6* (в), *MS7* (г) и *MS8* (д). Просвечивающая электронная микроскопия: слева – светлопольные, справа – темнопольные изображения, между ними – дифракционные картины

На дифракционных картинах после *MS*-деформации по разным режимам можно наблюдать как дискретные, так и непрерывные дуговые рефлексы. Величины азимутального размытия рефлексов показывают, что разориентация кристаллической решетки в этих областях достигает нескольких градусов. Присутствуют и отдельные точечные рефлексы. Такие дифракционные картины характерны для областей со смешанной наносубзеренной и нанокристаллической структурой [139].

Наблюдаемая картина объясняется прямым наследованием любой дислокационной субструктуры и сохранением границ зерен аустенита при сдвиговых превращениях $B2 \rightarrow R$ и $B2 \rightarrow B19'$. Именно явление наследования дислокаций и дислокационных субграниц, а следовательно и разориентировок, наряду с сохранением границ зерен позволяет адекватно описать структуру, возникшую в результате деформации в аустените, даже если ее вуалирует присутствие $B19'$ и R фаз. В то же время повсеместное присутствие этих фаз подтверждается наблюдением многочисленных их рефлексов на электронограммах. При определенной ориентировке и на светлопольных изображениях видны двойникованные кристаллы мартенсита (рисунок 72 б).

Понижение температуры деформации с одновременным увеличением степени накопленной деформации привело к уменьшению разброса размеров структурных элементов, структура стала более однородной. Статистический анализ светлопольных изображений структуры показал, что увеличение степени деформации с 4,6 до 9,5 и понижение температуры с 370 до 330 °С приводит к уменьшению среднего размера зёрен/субзёрен в направлении перпендикулярном плоскости последнего обжатия со 160 ± 15 до 85 ± 15 нм. Из сравнения дифракционных картин видно, что заполнение дифракционных колец при этом становится более плотным. Это свидетельствует об увеличении доли высокоугловых разориентировок, а следовательно и высокоугловых границ.

Таким образом, в результате деформации по режиму *MS8* была получена смешанная нанокристаллическая и наносубзёренная структура сплава 4 с высокой плотностью свободных дислокаций. Средний размер зерен/субзерен такой структуры в поперечном направлении составил 85 ± 15 нм, т.е. находится в верхней области нанометрического диапазона.

Статистический анализ светлопольных изображений структуры показывает, что ПДО при температуре деформации не сопровождается значительным ростом структурных элементов. Средний размер зерен/субзерен в направлении, перпендикулярном плоскости последнего сжатия, в случае деформации по режиму *MS8* и ПДО при 330 °С (1 ч) остается в верхней части наноразмерного диапазона и составляет около 80-90 нм. Сравнение дифракционных картин также не выявляет значимых изменений (рисунок 73).

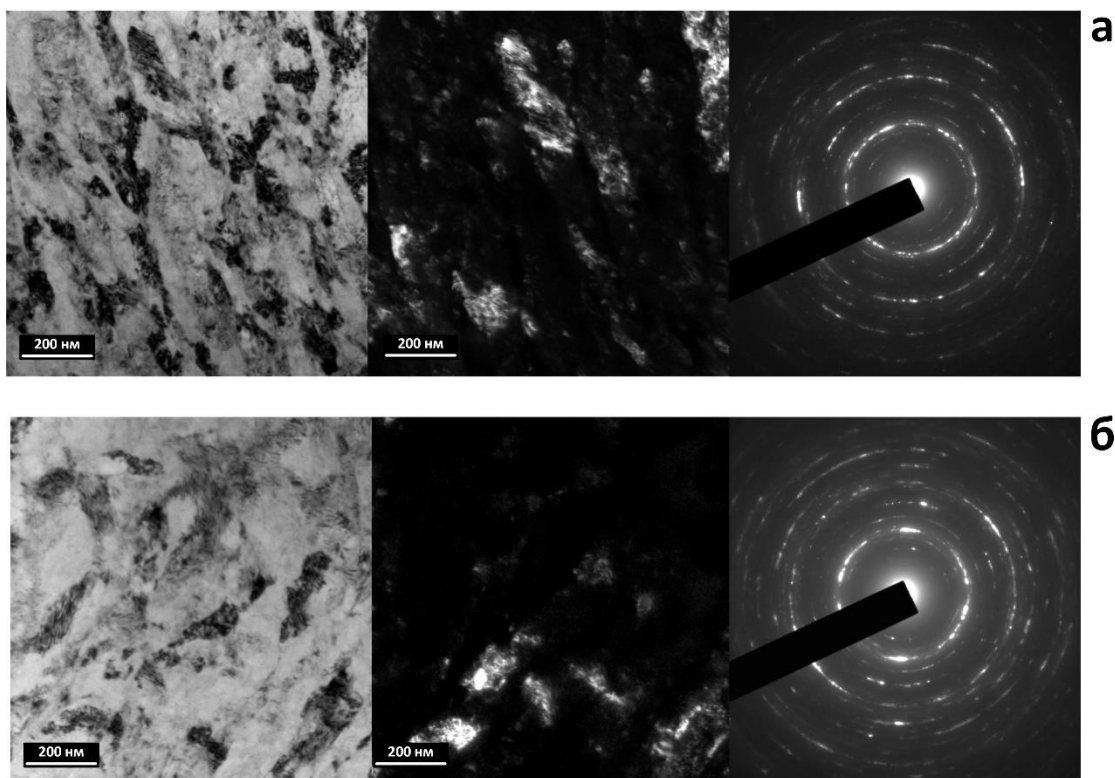


Рисунок 73 – Структура сплава 4 после деформации по режиму *MS8* (а) и после ПДО при температуре деформации (б). Просвечивающая электронная микроскопия: слева – светлопольные, центр – темнопольные изображения, справа – дифракционные картины

С целью дальнейшего измельчения элементов структуры сплава 4 было решено значительно понизить температуру деформации до 250 °С и повысить степень деформации до $e = 11$ – режим *MS11*. Данную степень деформации удалось накопить за 17 обжатий. Деформация была прекращена при появлении первых трещин на месте перехода от «держателей» образца к деформируемой зоне. При этом сама деформируемая часть осталась без повреждений – сохранила сплошность (рисунок 74).

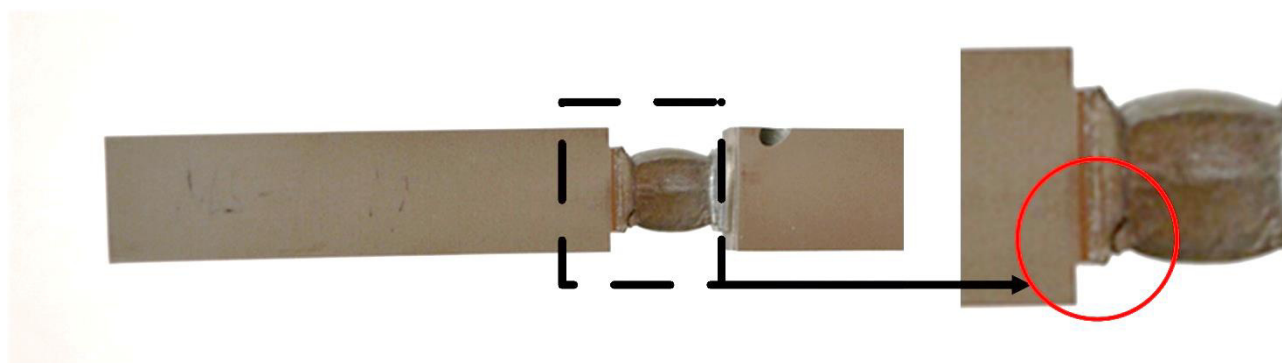
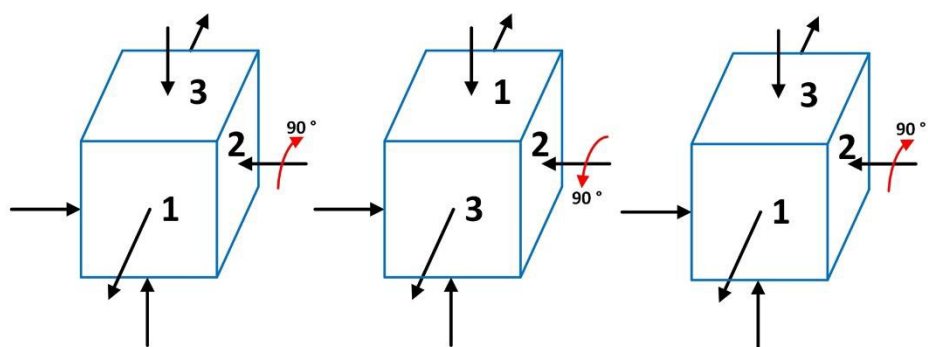


Рисунок 74 – Образец после деформации по режиму *MS11*

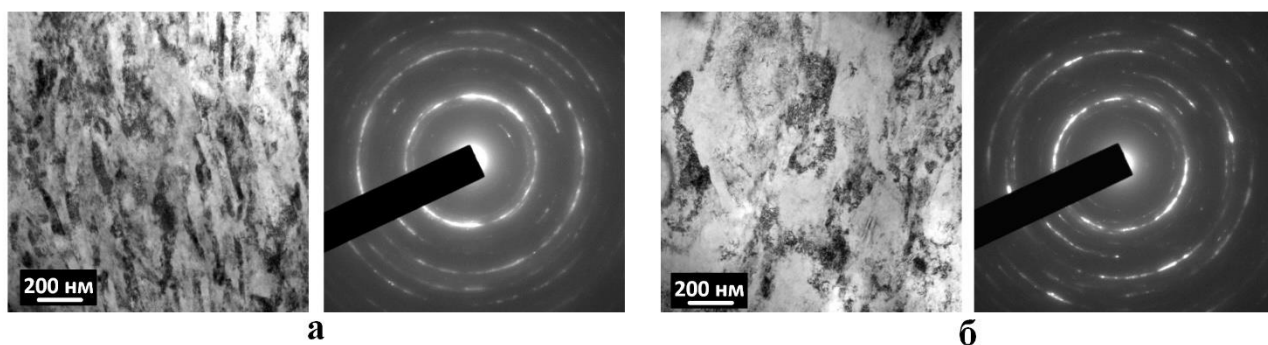
Для того чтобы представить структурно-морфологические особенности формирующейся наноструктуры в объеме, электронномикроскопическое исследование после обработки *MS11* провели, используя в качестве заготовок для фольг пластины, вырезанные в трех взаимно-перпендикулярных плоскостях образца: параллельной направлению нагрузки и перпендикулярной направлению свободного течения металла (как и в случае всех других обработок, *MS2-MS8*) – плоскость 1; параллельной направлению нагрузки и параллельной направлению свободного течения металла – плоскость 2; перпендикулярной направлению нагрузки – плоскость 3 (рисунок 75).

Структура, наблюдаемая во всех трех плоскостях, практически одинакова. Она представляет собой в основном области, содержащие наноразмерные зерна и субзерна (рисунок 75 а, в, д). Эти структурные элементы имеют как равноосную, так и в разной степени вытянутую форму. Их средний поперечный размер, измеренный на фольгах плоскостей 1, 2 и 3, одинаков, он меньше, чем в случае *MS8*, и составляет соответственно 56 ± 10 , 48 ± 10 и 54 ± 10 нм. Местами также наблюдаются более крупные, субмикронные бесформенные области с высокой плотностью дислокаций внутри (рисунок 75 б, г, е). Следовательно, морфология структурных элементов по мере увеличения числа обжатов воспроизводится как при четном числе обжатов ($N = 10-14$ при *MS2-MS8*), так и при нечетном ($N = 17$ при *MS11*). При сравнении следует иметь в виду, что плоскости 1 для *MS11* соответствует плоскость 3 для *MS2-MS8*.

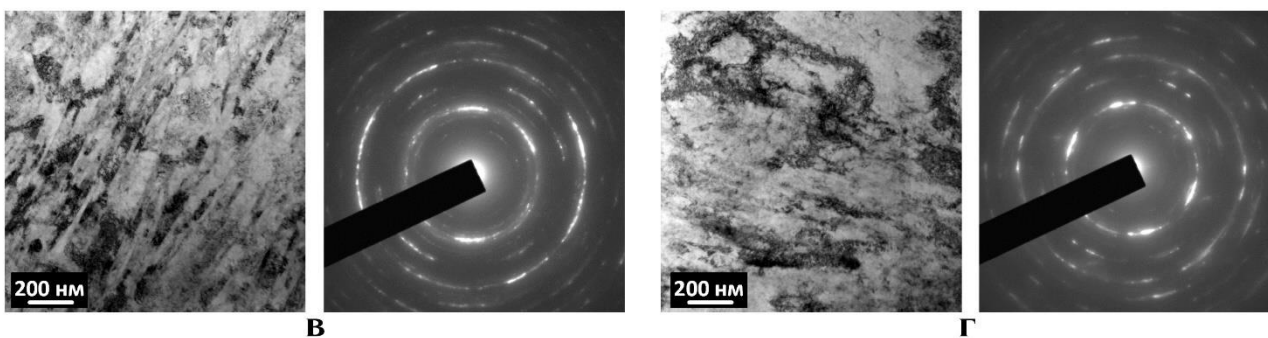
Таким образом, морфология формирующихся при *MS*-деформации структурных элементов определяется не их деформацией в соответствии с макродеформацией всего образца, а процессами деформации и структурообразования на микроуровне в условиях чередования двух схем сложного трехосного деформированного состояния. Механизмы этих процессов нуждаются в специальном исследовании, которое не входило в задачи настоящей работы.



Плоскость 1



Плоскость 2



Плоскость 3

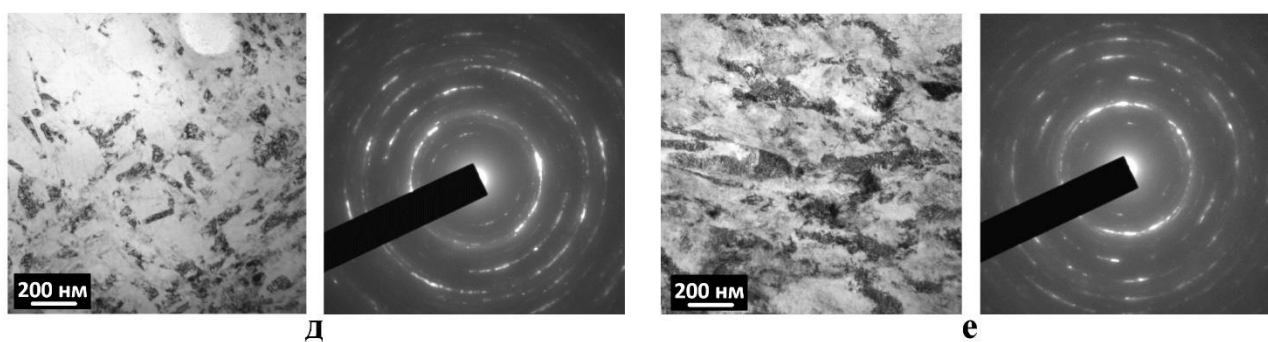


Рисунок 75 – Структура сплава 4 после деформации по режиму *MS11* в трех плоскостях. Просвечивающая электронная микроскопия: слева – светлопольные изображения, справа – дифракционные картины

5.3.3 Термомеханические условия формирования нанокристаллической структуры в объемных образцах СПФ Ti-Ni

По результатам статистического анализа структуры после всех использованных режимов *MS*-деформации была построена диаграмма, наглядно показывающая связь между режимами обработки и размерами структурных элементов и позволяющая определить область режимов обработки для получения наноструктуры в сплаве 4 (рисунок 76).

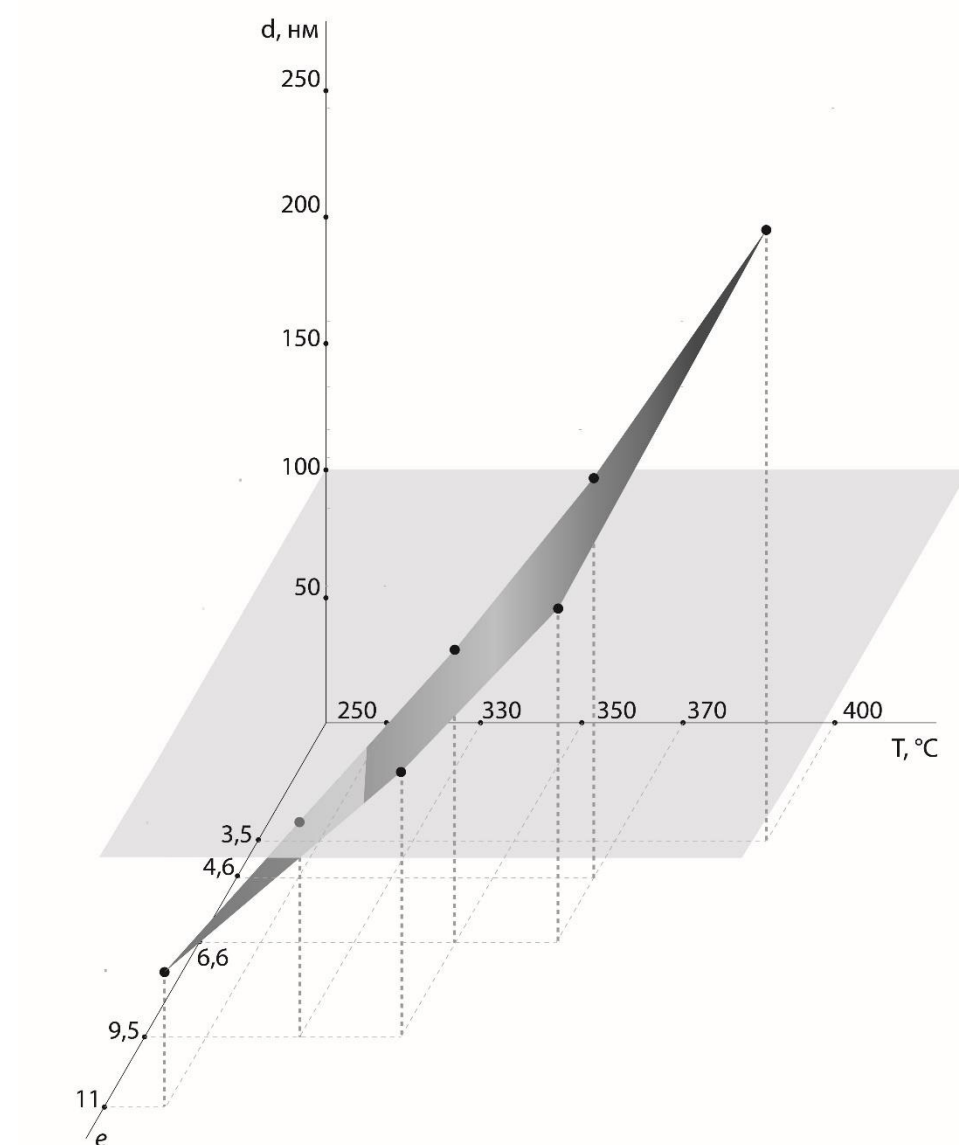


Рисунок 76 – Зависимость размера зерна/субзерна сплава 4 от термомеханических условий *MS*-деформации

Статистический анализ размера структурных элементов по светлопольным изображениям показал, что увеличение степени деформации с 4,6 до 11 и понижение температуры с 370 до 250 °С приводит к уменьшению среднего размера зерен/субзерен в направлении, перпендикулярном плоскости последнего обжатия, со 160 ± 15 до 55 ± 10 нм. Следует особо отметить факт достижения среднего размера структурных элементов менее 100 нм, т.е. формирования действительно нанокристаллической структуры, поскольку до сих пор в объемных образцах СПФ Ti-Ni удавалось получать только субмикроструктурную структуру. Отжиг при температуре деформации образцов MS8 не сопровождается ростом зерен/субзерен, они остаются в наноразмерном диапазоне.

5.3.4 Анализ кристаллографической текстуры

Функциональные характеристики формовосстановления определяются не только структурой, формируемой термомеханической обработкой. Другим важным фактором является кристаллографическая текстура высокотемпературной фазы – В2-аустенита [158]. Кристаллографическая текстура влияет на величину обратимой деформации через изменение ее теоретического (кристаллографического) ресурса ε_r^{max} . Кристаллографический ресурс обратимой деформации определяется максимальной деформацией решетки аустенита при его превращении в мартенсит ε_{max} . Величина ε_{max} сильно зависит от кристаллографического направления в кристалле (зерне), с которым совпадает направление деформации, например, растяжение. Так, для околоэквиатомного сплава Ti-50,26 ат.% Ni предельно высокая деформация решетки $\varepsilon_{max} = 11,48$ % реализуется в направлении аустенита $\sim \langle 477 \rangle_{B2}$, а в характерных направлениях с малыми индексами $\langle 111 \rangle_{B2}$, $\langle 110 \rangle_{B2}$ и $\langle 100 \rangle_{B2}$, ограничивающих стандартный стереографический треугольник, ε_{max} составляет соответственно 10,71; 8,86 и 2,94 % [158].

Таким образом, кристаллографическая анизотропия ресурса ε_r^{max} весьма велика, но эти оценки проведены в приближении превращения «монокристалл аустенита в монокристалл мартенсита». В случае изотропного поликристаллического аустенита ситуация упрощается и усредненная величина ресурса в любом направлении поликристалла составляет для рассматриваемого сплава Ti-50,26 ат.% Ni около 10,7 % [143]. Однако в текстурированном поликристалле ε_r^{max} может принимать значения промежуточные между значениями для изотропного поликристалла и для монокристалла в направлении оси текстуры. Самым благоприятным направлением является $\langle 477 \rangle_{B2}$, приемлемым – направление $\langle 111 \rangle_{B2}$, менее приемлемым – $\langle 110 \rangle_{B2}$, и неприемлемым – $\langle 100 \rangle_{B2}$.

Возвращаясь от этих общих рассуждений к нашим конкретным экспериментам на сплаве Ti-50,0 ат.% Ni, можно предположить, что при циклически изменяющейся схеме деформированного состояния, как в случае *MS*-деформации, ожидать формирования острой текстуры не следует. Действительно, в одном из трех взаимно-перпендикулярных направлений образец испытывает сжимающее напряжение в каждом цикле, а в двух других – через один полуцикл. Косвенно на отсутствие острой текстуры указывает одинаковый вид формирующейся ультрамелкозернистой структуры в трех взаимно-перпендикулярных сечениях. Результаты проведенного текстурного исследования подтверждают это предположение.

На рисунке 77 приведены обратные полюсные фигуры (ОПФ), полученные в исходном состоянии (КО) и после разных *MS*-деформаций: *MS4*, *MS6*, *MS8* и *MS11*. ОПФ построены для трех взаимно-перпендикулярных плоскостей образца: НС – перпендикулярной направлению последнего сжатия, НО – перпендикулярной направлению оси вращения образца, НВ – перпендикулярной направлению вытяжки образца при последнем сжатии.

Из рисунка 77 видно, что в исходном состоянии (КО) текстура аустенита выражена весьма слабо, небольшое повышение полюсной плотности заметно в широкой области стандартного треугольника, прилегающей к полюсу $\langle 110 \rangle_{B2}$ в образцах НС и НО, а в образце НВ – и $\langle 111 \rangle_{B2}$.

Анализ ОПФ образцов НС показывает, что *MS*-деформация приводит к возникновению аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle_{B2}$ после обработки *MS4*, которая по мере уменьшения температуры и увеличения степени *MS*-деформации быстро ослабевает, а после обработки *MS11* теряет отчетливость. ОПФ образцов НО при переходе от КО к *MS4* и далее к *MS6*, *MS8* и *MS11* существенно не изменяются, сохраняя небольшое повышение полюсной плотности в области, прилегающей к полюсу $\langle 110 \rangle_{B2}$. Такой же вывод следует и из рассмотрения ОПФ образцов НВ при переходе от обработки КО к *MS4* и далее к *MS6*, *MS8* и *MS11*, когда наблюдаются небольшие незакономерные колебания полюсной плотности. В итоге, состояние после обработки *MS11* можно охарактеризовать как нетекстурованное.

Таким образом, в результате первых обжатий при *MS*-деформации возникает аксиальная текстура с осью $\langle 111 \rangle_{B2}$, параллельной оси обжатия при отсутствии выраженного преимущественного направления в двух других взаимно-перпендикулярных плоскостях. Эта текстура ослабляется по мере уменьшения температуры и увеличения степени *MS*-деформации и после обработки *MS11* практически исчезает. Отсутствие сильной кристаллической анизотропии в результате *MS*-деформации не должно приводить к анизотропии мартенситной деформации и характеристик формовосстановления.

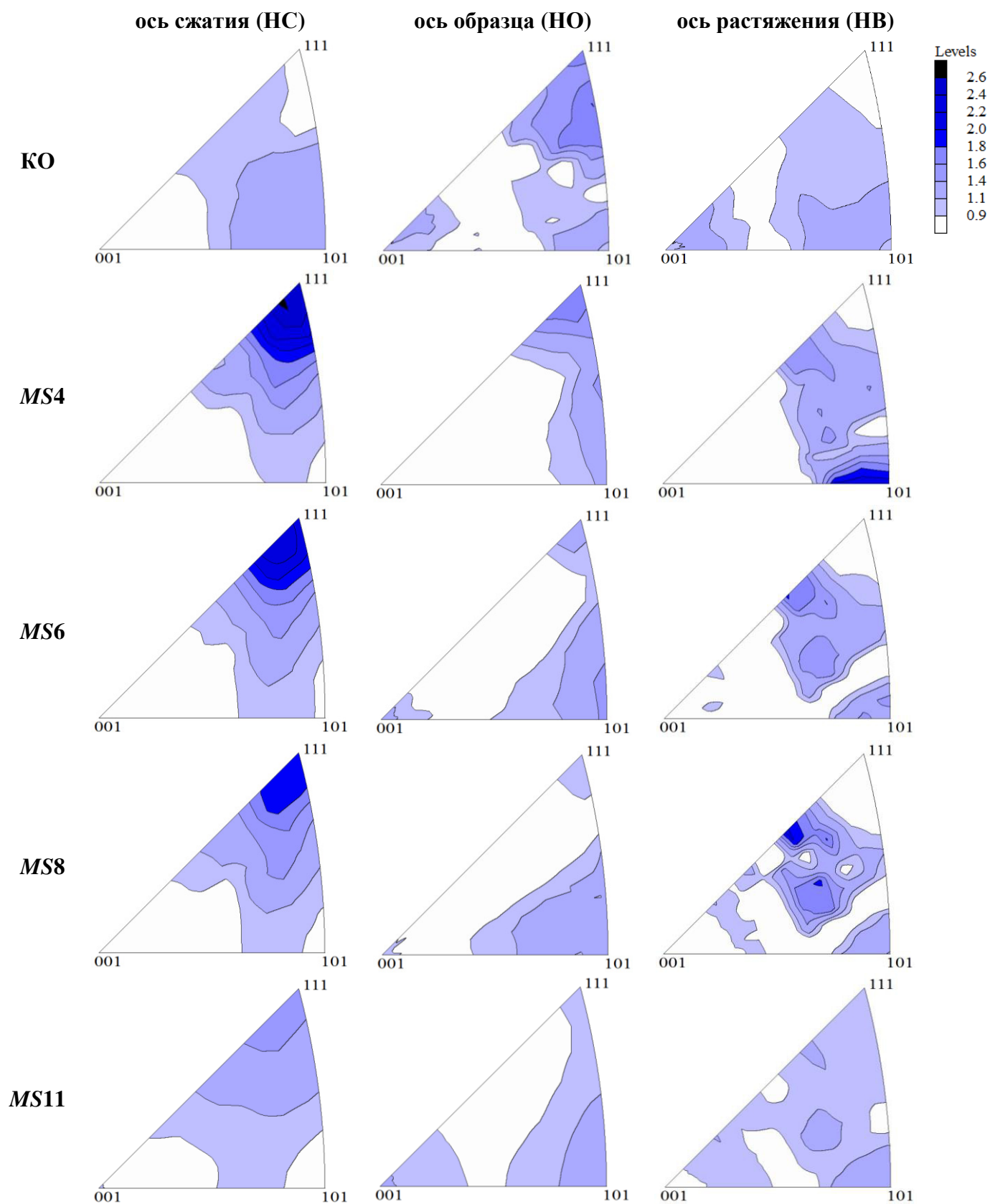


Рисунок 77 – Обратные полюсные фигуры образцов, подвергнутых *MS*-деформации

5.4 Механические и функциональные свойства

Были определены основные функциональные свойства сплава: обратимая деформация и температурный интервал восстановления формы. Следует отметить, что для всех *MS* режимов деформацию наводили при комнатной температуре, что соответствовало деформации B19'-мартенсита для режимов *MS2* и *MS4* и смеси мартенсита и R- фазы для режимов *MS6*, *MS8* и *MS11*.

Наблюдается рост величины полностью обратимой деформации с увеличением степени накопленной деформации и понижением ее температуры. В результате были получены весьма высокие значения полностью обратимой деформации, 7,3-9,6 % (рисунок 78 а). Максимальные значения полностью обратимой деформации $\varepsilon_{r,1}^{max} = 9,3$ % и 9,6 % получены после деформации $e = 9,5$ и 11 при 330 и 250 °С, что сравнимо с лучшими показателями для этой характеристики, достигнутыми в сплавах Ti-Ni эквиатомного состава после ТМО, формирующей наноструктуру [96]. Значения максимальной обратимой деформации для режима *MS8* составляют 10-11 % при степени восстановления формы более 80 %.

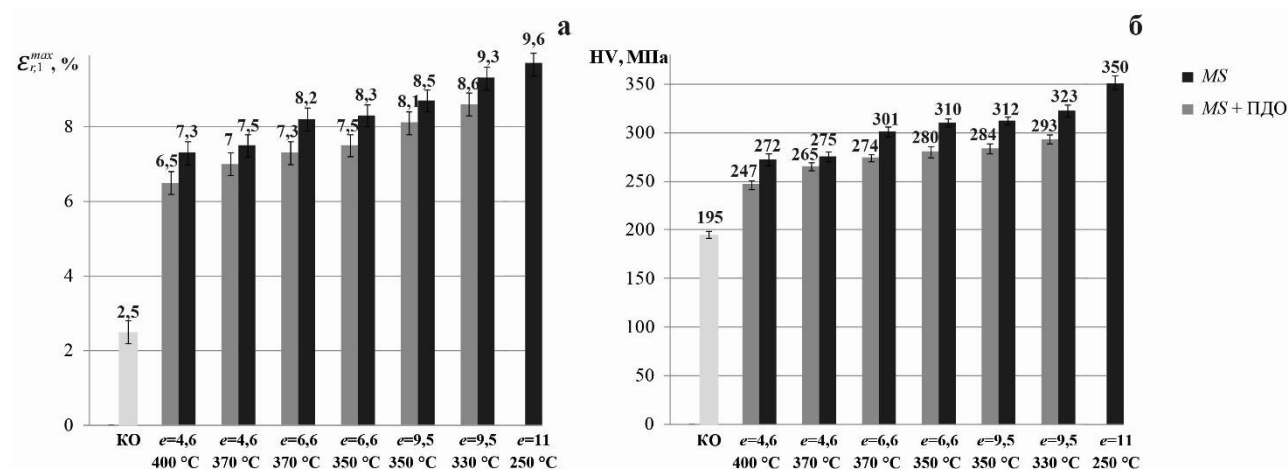


Рисунок 78 – Зависимость полностью обратимой деформации (а) и твёрдости по Виккерсу от термомеханических условий *MS*-деформации

Температурный интервал восстановления формы (A_H - A_K) при реализации столь высокой обратимой деформации смещается в область более высоких температур и составляет для режима *MS8* 82-100 °С (без деформации, по данным ДСК – 56-76 °С).

Применение 1-часового ПДО при температуре, равной температуре *MS*-деформации, привело к небольшому уменьшению полностью обратимой деформации, в частности с 9,3 до 8,6 % для режима *MS8* (рисунок 78 а). Смещение температурного интервала восстановления формы в область более высоких температур при реализации столь высокой

деформации ЭПФ (9-10 %) связано со стабилизацией мартенсита в результате пластической деформации и реализацией высокотемпературного ЭПФ [159, 160]. Величина максимальной обратимой деформации составила 10 % при степени восстановления формы более 90 %. Следует отметить, что после отжига наведение большой деформации 10-15 % было облегчено по сравнению с состоянием до отжига, очевидно, вследствие уменьшения деформационного наклепа и соответствующего уменьшения фазового предела текучести.

Тенденция к увеличению полностью обратимой деформации $\varepsilon_{r,1}^{max}$ с ростом степени накопленной деформацией и понижением температуры совпадает с тенденцией роста твёрдости, подтверждающей увеличение уровня деформационного наклепа (рисунок 78 б). Соответственно рост твёрдости сопровождается увеличением дислокационного предела текучести σ_y сплава. В результате разность между дислокационным и фазовым пределом текучести $\Delta\sigma = \sigma_y - \sigma_{\Gamma}$ возрастает с увеличением степени и понижением температуры деформации, что и обуславливает более позднее вовлечение необратимого дислокационного скольжения в общий процесс деформации [95].

Таким образом, можно сделать вывод, что полученная в результате *MS*-деформации смешанная структура позволила реализовать максимальное значение полностью обратимой деформации $\varepsilon_{r,1}^{max} = 9,6 \%$ после деформации $e = 11$ при 250 °С и $\varepsilon_{r,1}^{max} = 9,3 \%$ после деформации $e = 9,5$ при 330 °С, что превышает лучшие показатели для этой характеристики (8 %), достигнутые в сплавах Ti-Ni эквиатомного состава после ТМО по схеме холодная прокатка, $e = 2$ + отжиг 400 °С, 1 ч, формирующей нанокристаллическую структуру [96]. Такие высокие характеристики формовосстановления до сих пор на эквиатомном СПФ Ti-Ni не достигались.

Выводы

1 Получены диаграммы деформации, изучены особенности и установлены закономерности развития процессов деформационного упрочнения и разупрочнения нестареющих (сплав 1) и стареющих (сплав 2) сплавов с памятью формы Ti-Ni в максимально широком интервале температур деформации сжатием (20-900 °С) при скоростях деформации в интервале (0,1-5 с⁻¹) и степенях деформации до $e = 0,9$. Показано, что температура деформации 300 °С является граничной для перехода от низкотемпературного типа диаграмм деформации к высокотемпературному для СПФ Ti-Ni.

2 Установлены температурные области развития динамических процессов разупрочнения СПФ Ti-Ni: динамического возврата сплавов 1 и 2 – в интервале 20-300 °С; динамической полигонизации сплава 1 – в интервале 300-500 °С, сплава 2 – 300-600 °С; динамической рекристаллизации сплава 1 – выше 500 °С, сплава 2 – выше 600 °С. Торможение процессов динамического разупрочнения в сплаве 2 обусловлено развитием динамического деформационного старения – выделением дисперсных частиц фазы Ti₃Ni₄. Установившаяся стадия деформации достигается при степенях деформации $e = 0,5$ и в более широком диапазоне температур (от 300 до 900 °С) и скоростей (от 0,1 до 5 с⁻¹) деформации.

3 Сплав заэкваторного по никелю состава обладает более высокими характеристиками формовосстановления по сравнению с экваторным: максимальная полностью обратимая полная деформация $\varepsilon_{rt,1}^{max} = 11,8$ и 3,3 % соответственно. Наиболее высокие характеристики формовосстановления при достаточно высоких значениях наводимой деформации (11-12 %) в сплаве 1 получены после деформации в интервале 350-500 °С, а в сплаве 2 – при 400-600 °С. Показана возможность изменения соотношения составляющих полной обратимой деформации сплавов ε_n (обратимой сверхупругой деформации ε_r^{cy} и обратимой деформации ЭПФ $\varepsilon_r^{эф}$ в зависимости от режимов деформации.

4 Выявлены следующие общие закономерности влияния последеформационного отжига (ПДО) на структуру и функциональные свойства СПФ Ti-Ni. Если температура ПДО сплавов 1 (400 °С) и 2 (430 °С) превышает температуру деформации, это приводит к уменьшению дефектности решетки В2-аустенита, а в стареющем сплаве 2 – и к дополнительному выделению наночастиц фазы Ti₃Ni₄. В результате способность сплавов к формовосстановлению значительно повышается. Если температура ПДО равна температуре деформации или ниже ее, это не приводит к изменению дефектности решетки, но в стареющем сплаве 2 при ПДО развивается дисперсионное упрочнение вследствие выделения частиц фазы

Ti₃Ni₄. Поэтому ПДО не оказывает существенного влияния на функциональные свойства сплава 1, а в случае сплава 2 положительное влияние такого ПДО выражено в большей мере.

5 Показана возможность применения деформации по схеме *MaxStrain* для реализации квазинепрерывной изотермической деформации сплавов Ti-Ni с памятью формы при деформационно-температурных условиях, характерных для формирования структуры, близкой к нанокристаллической. Понижение температуры квазинепрерывной изотермической деформации объемных образцов СПФ Ti-50,0 ат.% Ni с 400 до 250 °С и увеличение степени накопленной деформации с $e = 4,6$ до 11 приводит к измельчению структурных элементов (зерен/субзерен) В2-фазы и формированию нанокристаллической зеренно/субзеренной структуры со средним размером зерен/субзерен 55 ± 10 нм, что до сих пор получить в объемных образцах СПФ Ti-Ni не удавалось. При этом происходит ослабление и исчезновение текстуры и анизотропии структуры, возникших в результате *MS*-деформации

6 Нанокристаллическая структура, сформированная в результате *MS*-деформации при 330-250 °С со степенью $e = 9,5-11$, обеспечивает получение очень высоких значений максимальной обратимой деформации ($\epsilon_r^{max} = 10$ % при степени восстановления формы более 90 %) и максимальной полностью обратимой деформации ($\epsilon_{r,1}^{max} = 9,3-9,6$ %), превышающих лучшие показатели для сплава Ti-Ni эквиатомного состава. При этом режим деформации при 250 °С с $e = 11$ является критическим, поскольку сопровождается возникновением трещин.

7 Последеформационный отжиг (ПДО) при температуре деформации, необходимый для задания формы готового изделия, после *MS*-деформации в интервале степеней $e = 4,6-9,5$ приводит к частичному разупрочнению сплава, но позволяет сохранить высокий уровень функциональных свойств ($\epsilon_{r,1}^{max} = 8,6$ %). При этом ПДО облегчает процесс наведения обратимой деформации.

8 На основании полученных результатов, выявленных закономерностей и особенностей деформационного поведения, структурообразования и формирования функциональных свойств разработаны рекомендации по применению оптимальных режимов термомеханической обработки СПФ Ti-Ni в больших сечениях. Результаты исследований термомеханической обработки сплавов Ti-Ni СПФ использованы для оптимизации технологии производства прутков с повышенным уровнем механических и функциональных свойств в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

Список использованных источников

- 1 Duerig T.W., Melton K.N., Stöckel D. Engineering aspects of shape memory alloys. – London: Butterworth-Heinemann, 1990. – 4993 p.
- 2 Otsuka K., Wayman C. (ed.). Shape memory materials. – Cambridge university press, 1999. – 284 p.
- 3 Brailovski V. et. al. Shape Memory Alloys: fundamentals, modeling and applications. – Montreal: ETS Publishing house, 2003. – 851 p.
- 4 Muslov S.A., Andreev V.A., Bondarev A.B., Sukhochev P.Y. Superelastic alloys with shape memory effect in science, technology and medicine. – M.: Publishing House Folium, 2010. – 455 p.
- 5 Resnina N., Rubanik V. (ed.). Shape memory alloys: properties, technologies, opportunities. – Zurich: Trans Tech Publications, 2015. – 640 p.
- 6 Yoneyama T., Miyazaki S. (ed.). Shape memory alloys for biomedical applications. – Cambridge: Woodhead Publ. Limited, 2009. – 337 p.
- 7 Brailovski V., Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Pushin V.G., Ryklina E.P., Valiev R.Z. Foundations of heat and thermomechanical treatments and their effect on the structure and properties of titanium nickelide-based alloys // Physics of Metals and Metallography. – 2004. – V.97. – Suppl.1 – P. S3-S55.
- 8 Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Dobatkin S.V., Tatyannin E.V., Trubitsyna I.B. Studies of composition, deformation temperature and pressure effects on structure formation in severely deformed TiNi-based alloy // Mater. Sci. Eng. A. – 2006. – V. 438-440. – P. 472-475.
- 9 Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М., Бондарева С.А. Тихомирова О.Ю., Фаткуллина Л.П., Олейникова С.В. Структура горячедеформированного аустенита и свойства Ti-Ni-Fe после ВТМО // Физика металлов и металловедение. – 1991. – №3. – С.144-149.
- 10 Бондарева С.А. Создание субструктуры при термомеханической обработке для регулирования параметров превращений и свойств сплавов с эффектом памяти формы: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.01 / Бондарева Софья Александровна. – М., 1992. – 143 с.
- 11 Курдюмов Г.В., Хандрос Л.Г. О термоупругом равновесии фаз при мартенситных превращениях. // Доклады Академии наук СССР. – 1949. – Т.66. – №2. – С.211-214.
- 12 Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Хачин В.Н. Предпереходные явления и мартенситные превращения. – Екатеринбург: УрО РАН, 1998. – 368 с.
- 13 Новые материалы. / под ред. Карабасова Ю.С. // – М.: МИСиС. – 2002. – С. 378-380.

- 14 Хачин В.Н., Кондратьев В.В., Пушин В.Г. Никелид титана. Структура и свойства. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
- 15 Физическое материаловедение / под ред. Кана Р. (перевод с англ. под ред. Новикова И.И.). // – М.: Мир, 1968. – 492 с.
- 16 Ziolkowsky A. Shape memory effects in metallic alloys part 2. – Warsaw: Institute of Fundamental Technological Research, Polish Academy of Sciences, 2015. – P.11-53.
- 17 Хачин В.Н. Мартенситная неупругость сплавов // Известия высших учебных заведений МВ и ССО СССР, Физика. – 1985. – Т. XXVII. – С. 88-104.
- 18 Перкинс Дж. Эффекты памяти формы в сплавах. – М.: Metallurgia, 1979. – 472 с.
- 19 Лихачев В.А., Кузьмин С.Л., Каменцева З.П. Эффект памяти формы. – Л.: Изд-во Ленинградского университета, 1987. – 216 с.
- 20 Прокошкин С.Д., Хмелевская И.Ю., Рыклина Е.П. Ультрамелкозернистые сплавы с памятью формы: Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2005, – 40 с.
- 21 Гюнтер В.Э. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения – Томск: изд-во МИЦ, 2006. – 296 с.
- 22 Коротичкий А.В. Экспресс анализ степени восстановления формы. // Сборник трудов международного симпозиума Перспективные материалы и технологии в г. Витебск. – 2010.
- 23 Итин В.И., Монасевич Л.А. Эффекты памяти формы и их применение в медицине. – Новосибирск: изд-во Наука, 1992, – 742 с.
- 24 Коротичкий А.В. Концентрационные, температурные и деформационные зависимости параметров решетки мартенсита в бинарных сплавах Ti-Ni: дисс. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Коротичкий Андрей Викторович – М., 2004. – 119 с.
- 25 Журавлев В.Н., Пушин В.Г. Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине. – Екатеринбург: УрО РАН, 2000. – 150 с.
- 26 Perkins J. Shape Memory Effects in Alloys // New York: Plenum Press. – 1975.
- 27 Егоров Л.В., Моржин А.Ф. Электрические печи. – М.: Metallurgia, 1975. – 352 с.
- 28 Линчевский Б.В. Вакуумная металлургия стали и сплавов. – М.: Metallurgia, 1970. – 258 с.
- 29 Итин В.И., Хачин В.Н., Гюнтер В.Э., Братчиков А.Д., Чернов Д.Б. Получение никелида титана методом СВС // Порошковая металлургия. – 1983. – №3. – С.4-6.
- 30 Zhao Y., Taya M., Kang Y., Kawasaki A. Compression behavior of porous NiTi shape memory alloy // Acta Materialia. – 2005. – №53. – P.337-343.

- 31 Аксенов Г.И., Дроздов И.А., Сорокин А.М., Чернов Д.Б., Атякшев Ю.А. Фазовый состав и свойства спеченных образцов, спрессованных из порошковой смеси никеля и титана // Порошковая металлургия. – 1981. – №5. – С. 39-42.
- 32 Wu S., Chung C.Y., Liu X., Chu P.K., Ho J.P.Y., Chu C.L., Chan Y.L., Yeung K.W.W., Lu W.W., Cheung K.M.C., Luk K.D.K. Pore formation mechanism and characterization of porous NiTi shape memory alloys synthesized by capsule-free hot isostatic pressing // *Acta Materialia*. – 2007. – V.55. – P.3437-3451.
- 33 Логачева А.И. Гранулированный сплав с эффектом памяти формы на основе никелида титана для изделий космической техники // *Металлы*. – 2014. – №6. – С.89-94.
- 34 Bram M., Ahmad-Khanlou A., Heckmann A., Fuchs B., Buchkremer H.P., Stover D. Powder metallurgical fabrication processes for NiTi shape memory alloy parts // *Materials Science and Engineering*. – 2002. – A337. – P.254-263.
- 35 McNeese M.D., Lagoudas D.C., Pollock T.C. Processing of TiNi from elemental powders by hot isostatic pressing // *Materials Science and Engineering*. – 2000. – A280. – P. 334-348.
- 36 Сорокин П.С., Сафронова М.Е., Сухарева А.А. Развитие методов обработки металлов давлением // *Научный альманах*. – 2017. – №.1-3. – С.125-128.
- 37 Шимов Г.В., Буркин С.П. Основы технологических процессов обработки металлов давлением. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 160 с.
- 38 Гун Г. С. Развитие теории обработки металлов давлением. Часть 1 // *Вестник Южно-Уральского гос. университета. Серия: Металлургия*. – 2015. – Т.15. – №.2. – С.34-47.
- 39 Гарифуллин Ф., Кузнецов В., Дьяконов Г. Обработка материалов давлением. – Казань: Изд.-во КНИТУ, 2017. – 196 с.
- 40 Губкин С.И. Пластическая деформация металлов. – М.: Металлургиздат, 1961. – 376 с.
- 41 Полухин П.И., Горелик С.С., Вороцов В.К. Физические основы пластической деформации. – М.: Металлургия, 1982. – 584 с.
- 42 Malkin A. Y., Isayev A. I. Rheology: concepts, methods, and applications. – Toronto: Elsevier, 2017. – 485 p.
- 43 Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.
- 44 Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1978. – 568 с.
- 45 Бернштейн М.Л., Добаткин С.В., Капуткина Л.М., Прокошкин С.Д. Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей. – М.: Металлургия, 1989. – 544 с.

- 46 Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина А.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: МИСИС, 2005. – 432 с.
- 47 Мочалов Н.А., Галкин А.М., Мочалов С.Н., Парфенов Д.Ю. Пластометрические исследования металлов. – М.: Интермет инжиниринг, 2003. – 317 с.
- 48 Кокорин В.В. Мартенситные превращения в неоднородных твердых растворах. – Киев: Наук. думка, 1987. – 165 с.
- 49 Miyazaki S., Otsuka K. Development of shape memory alloys. // ISIJ International. – 1979. – V.29. – №5. – P.353-377.
- 50 Лихачев В.А., Помыткин С.П., Шиманский С.Р. Влияние термомеханической обработки на последовательность фазовых превращений в сплавах на основе TiNi. // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1989. – №8. – С.11-17.
- 51 Бернштейн М.Л., Хасенов Б.П., Хасьянов У. Многократная реализация эффекта памяти формы в сплаве TiNi. // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1989. – №2. – С.49-55.
- 52 Todoroki T., Tamura H. Effect of heat treatment after cold working on the phase transformation in TiNi alloys // Transaction JIM. – 1987. – V.28. – №2. – P.83-94.
- 53 Liu Y., McCormick P.G. Influence of heat treatment on the mechanical behavior of a NiTi alloy // ISIJ International. – 1989. – V.29. – №5. – P.417-422.
- 54 Miyazaki S., Imai T., Igo Y. Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti - Ni alloys. // Met. Trans. A. – 1986. – V.17. – №1. – P.115-120.
- 55 Ооцука К., Симидзу К., Судзуки Ю., Сэкигути, Тадаки Ц., Хомма. Т., Миядзаки С. Сплавы с эффектом памяти формы / Ред. Фунакубо Х.: Перевод с японского. // М.: Металлургия, 1990. – 224 с.
- 56 Маторин В.И., Винтайкин Е.З., Удовенко В.А. Металлургия: проблемы, поиски, решения. М.: Металлургия, 1989. – С.156-165.
- 57 Senkevich K. S., Gusev D. E. Study of alloy microstructure based on TiNi after high-temperature treatment //Metal Science and Heat Treatment. – 2016. – Т. 58. – №. 5-6. – С. 273-278.
- 58 Khmelevskaya I., et. al. Effect of Biaxial Isothermal Quasi-Continuous Deformation on Structure and Shape Memory Properties of Ti-Ni Alloys // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2017. – V. 26. – №.8. – P. 4011-4019.
- 59 Andreev V.A. et al. Mechanical and functional properties of commercial alloy TN-1 semiproducts fabricated by warm rotary forging and ECAP // Russian Metallurgy (Metally). – 2017. – V.2017. – №.10. – P.890-894.

- 60 Khmelevskaya I.Y. et al. Effect of the quasi-continuous equal-channel angular pressing on the structure and functional properties of Ti–Ni-based shape-memory alloys // *Physics of Metals and Metallography*. – 2017. – V.118. – №.3. – P. 279-287.
- 61 Кунцевич Т.Э., Пушин А.В., Пушин В.Г. Микроструктура и свойства сплавов на основе никелида титана, полученных быстрой закалкой из расплава // *Письма в ЖТФ*. – 2014. – Т.40. – №.10. – С.88-94.
- 62 Euker S., Hornbogen E. Proc. 5th Int. Conf. Rapidly quenched alloys // Wurzburg – 1984. – V.2. – P.1429.
- 63 Euker S., Hornbogen E. Proc. 7th Int. Conf. Strength of metals and alloys (ICSMA-7) // Montreal. – 1985. – V.2. – P.1615.
- 64 Perkins J., Rayment J.I., Cantor B. Proc. Int. Conf. Solid - solid phase transformation // Pittsburgh. – 1981. – P.1481.
- 65 Матвеева Н.М., Ковнеристый Ю.К. Мартенситные превращения в микрокристаллических сплавах TiNi - TiCu, полученных закалкой из расплава // *Сб. науч. тр. межд. конф. Мартенсит-91 // ИМФ НАНУ*. – 1992. – С.294-297.
- 66 Гюнтер В.Э. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы: в 4 т, Том 1. – Томск: Изд-во МИЦ, 2013. – 536 с.
- 67 Nishida M., Wayman C., Honma T. Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys // *Metallurgical Transactions A*. – 1986. – V.17. – №.9. – P.1505-1515.
- 68 Oleinikova S.V., Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Kaputkina L.M. In: Proc. Int. Conf. Marten. Trans. ICOMAT-92, 20-24 July 1992. Monterey, California // Monterey Inst. of Adv. Studies. – 1993. – P.899.
- 69 Saburi T., Tatsumi T., Nenno S. Effects of heat treatment on mechanical behavior of Ti-Ni alloys // *Le Journal de Physique Colloques*. – 1982. – V.43. – №.C4. – P.C4-261-C4-266.
- 70 Eucken S., Duerig T. W. The effects of pseudoelastic prestraining on the tensile behaviour and two-way shape memory effect in aged NiTi // *Acta metallurgica*. – 1989. – V.37. – №.8. – P.2245-2252.
- 71 Kaneko K., Uehara M., Aoki H. // *Journ. Soc. Mater. Sci. Jap.* – 1993. – V.42. – P.1103.
- 72 Nishida M., Honma T. Effect of heat treatment on the all-round shape memory effect in Ti-51 at.% Ni. // *Scripta metallurgica*. – 1984. – V.18. – №11. – P.1299-1302.
- 73 Shimizu K. // *Journ. Electron Microsc.* – 1985. – V.34. – P.277.
- 74 Бернштейн М.Л. Термомеханическая обработка металлов и сплавов. Т. 1, 2. – М.: Металлургия, 1968. – 1171 с.
- 75 Бернштейн М.Л. Прочность стали. – М.: Металлургия, 1974. – 199 с.

- 76 Бернштейн М.Л., Займовский В.А., Капуткина Л.М. Термомеханическая обработка стали. – М.: Металлургия, 1983. – 480 с.
- 77 Prokoshkin S. D. Regulation of the functional properties of shape memory alloys using thermomechanical treatments // International Symposium on Shape Memory Alloys: Fundamentals, Modeling and Industrial Applications as held at the 38 th Annual Conference of Metallurgists of CIM. – 1999. – P.267-277.
- 78 Lin H.C., Wu S.K. Strengthening effect on shape recovery characteristic of the equiatomic TiNi alloy // Scripta Metallurgica and Materialia. – 1992. – V.26. – P.59-62.
- 79 Prokoshkin S.D., Khmelevskaya I.Yu., Brailovski V., Trochu F., Turenne S., Turilina V.Yu. Thermomechanical treatments and their influence on the microstructure and stress/strain diagrams of NiTi shape memory alloys // Canadian Met. Quart. – 2004. – V.13. – №.1. – P.95-108.
- 80 Прокошкин С.Д., Хмелевская И.Ю., Браиловский В. и др. Влияние низкотемпературной термомеханической обработки и последеформационных нагревов на структуру и свойства сплавов титан-никель с памятью формы // Материалы XXXVIII семинара «Актуальные проблемы прочности». – СПб. – 2001. – С.83-89.
- 81 Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М., Морозова Т.В., Хмелевская И.Ю. Дилатометрические аномалии и эффект памяти формы в сплаве титан-никель, подвергнутом низкотемпературной термомеханической обработке // Физика металлов и металловедение. – 1995. – Т.80. – №3. – С.70-71.
- 82 Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М., Хмелевская И.Ю. и др. Структура и свойства сплавов Ti-Ni после термомеханической обработки // Материалы XXVII межреспубликанского семинара Актуальные проблемы прочности, Ухта. – 1992. – С.151-154
- 83 Prokoshkin S.D., Kaputkina L.M., Khmelevskaya I.Yu., Morozova T.V. Regulation of functional properties of Ni-Ti shape memory alloys by thermomechanical treatment // Proc. of The First Int. Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies SMST-94. – 1995. – P.157.
- 84 Морозова Т.В., Прокошкин С.Д., Чернышев А.И. Влияние деформации на образование и свойства мартенсита сплава Ti-Ni // Материалы XXVII межреспубликанского семинара Актуальные проблемы прочности, Ухта. – 1992. – С.155-158.
- 85 Хмелевская И.Ю., Лагунова М.И., Прокошкин С.Д. и др. Дилатометрическое и структурное исследование высокотемпературного формоизменения в сплавах на основе Ti - Ni при нагреве после НТМО // Физика металлов и металловедение. – 1998. – Т.85. – №5. – С.71-78.
- 86 Лагунова М.И. Дилатометрические и структурные изменения при реализации обратимого и необратимого эффектов памяти формы в термически и термомеханически

обработанных сплавах на основе никелида титана: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.01 / Лагунова Маргарита Игоревна. – М., 1997. – 135 с.

87 Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Kaputkina L.M. et al. Low-temperature thermomechanical treatment of Ti-Ni alloys wire for regulation of shape memory properties // Proc. Second Int. Conf. SMST-97, Pasific Grove. – 1997. – P.65-70.

88 Filip P., Mazanec K. Influence of work hardening and heat treatment on the substructure and deformation behaviour of TiNi shape memory alloys. // Scripta Metallurgica at Materialia. – 1995. – V.32. – №.9. – P.1375-1380.

89 Rykлина E., Prokoshkin S., Vachiyan K. Nanostructured Titanium Nickelide: Realization of abnormally high recovery strain //IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2014. – Т. 63. – №. 1. – С. 012110.

90 Зельдович В.И., Хомская И.В., Фролова Н.Ю. и др. О зарождении R-мартенсита в никелиде титана // Физика металлов и меалловедение. – 2001. –Т. 92. – №5. – С.84.

91 Miyazaki S. Otsuka K., Suzuki Y., Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in Ti-50.6 at.%Ni alloy // Scripta Metallurgica. – 1981. – V.15. – №3. – P.287-292.

92 Treppmann D., Hornbogen E. and Wursel D. The Effect of Combined Recrystallization and Precipitation Processes on the functional and Structural Properties in NiTi Alloys // Journal de Physique IV, Colloque C8, suppl. Au Journal de Physique.III. – 1995. – V.5. – №.12. – P.569-574.

93 Прокошкин С.Д., Морозова Т.В., Капуткина Л.М. и др. Анизотропные дилатометрические эффекты в никелиде титана после ВТМО и их взаимодействие с эффектом памяти формы. // Физика металлов и металловедение. – 1996. – Т. 81. – №2. – С.141-148.

94 Brailovski V., Prokoshkin S., Khmelevskaya I., Inaekyan K., Demers V., Dobatkin S., Tatyannin E. Structure and Properties of the Ti-50.0at% Ni Alloy After Strain Hardening and Nanocrystallizing Thermomechanical // Processing Materials Transactions JIM. – 2006. – V.47. – №3. – P.795-904.

95 Prokoshkin S.D, Brailovski V., Inaekyan K.E., et. al. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti-Ni shape memory alloys // Materials Science and Engineering: A. – 2008. – V.481. – P.114-118.

96 Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Trubitsyna I.B., et al. Structure and properties of Ti-Ni-based alloys after equal-channel angular pressing and high-pressure torsion // Materials Science and Engineering A. – 2008. – V.481. – P.119-122

97 Brailovski V., Prokoshkin S., Inaekyan K., Demers V. Functional properties of nanocrystalline, submicrocrystalline and polygonized Ti-Ni alloys processed by cold rolling and post-deformation annealing // Journal of Alloys and Compounds. – 2011. – V.509. – №5. – P.2066-2075.

- 98 Demers V., Brailovski V., Prokoshkin S., Inaekyan K. Thermomechanical fatigue of nanostructured Ti-Ni shape memory alloys. // *Materials Science and Engineering A*. – 2009. – V.513-514. – P.295-307.
- 99 Valiev R. Nanostructuring of metallic materials by SPD processing for advanced properties // *International Journal of Materials Research*. – 2009. – V.100. – №6. – P.757-761.
- 100 Valiev R. Z., Zhilyaev A. P., Langdon T. G. Fundamentals and Properties of Materials After SPD // *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*. – 2014. – P.289-289.
- 101 Valiev R. Z. Ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation: an introduction // *Annales de Chimie, Science des Materiaux (France)*. – 1996. – V.21. – №6. – P.369-378.
- 102 Abdulov R.Z., Valiev R.Z., Krasilnikov N.A. Formation of submicrometre-grained structure in magnesium alloy due to high plastic strains // *Journal of Materials Science Letters*. – 1990. – V 9. – №12. – P.1445-1447.
- 103 Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Центр «Интеграция», 2000. – 272 с.
- 104 Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский Ф.Е., Копылов В.И. Пластическая обработка металлов простым сдвигом. // *Известия АН СССР. Металлы*. – 1981. – №1. – С.115-123.
- 105 Сегал В.М. Развитие обработки материалов интенсивной сдвиговой деформацией // *Металлы*. – 2004. – №1. – С.5-14.
- 106 Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using High-Pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications // *Progress in Materials Science*. – 2008. – V.53. – №6. – P.893-979.
- 107 Resnina N., Belyaev S., Zeldovich V., Pilyugin V., Frolova N., Glazova D. Variations in martensitic transformation parameters due to grains evolution during post-deformation heating of Ti-50.2 at. % Ni alloy amorphized by HPT // *Thermochimica Acta*. – 2016. – V.627. – P.20-30.
- 108 Sundeev R.V., Glezer A.M., Shalimova A.V. Structural and phase transitions in the amorphous and nanocrystalline Ti₅₀Ni₂₅Cu₂₅ alloys upon high-pressure torsion // *Materials Letters*. – 2014. – V.133. – P.32-34.
- 109 Lukyanov N.A., Kuranov N., Pushin A., Pushin V., Gunderov D. Structure, phase transformations and properties of the TiNi-TiCu alloys subjected to high pressure torsion // *Materials Today: Proceedings*. – 2017. – V. 4. – №3. – P.4846-4850.
- 110 Валиев Р.З., Рааб Г.И., Боткин А.В., Дубинина С.В. Получение ультрамелкозернистых металлов и сплавов методами интенсивной пластической деформации:

новые подходы в разработке технологий // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2015. – Т.55. – №8. – С.44-47

111 Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.

112 Zhang Z., Frenzel J., Neuking K., Eggeler G. On the reaction between NiTi melts and crucible graphite during vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys // Acta Materialia. – 2005. – V.53. – P.3971-3985.

113 Lotkov A., Grishkov V., Kashin O., Baturin A., Zhapova D., & Timkin V. Mechanisms of Microstructure Evolution in TiNi-based Alloys under Warm Deformation and its Effect on Martensite Transformations // Materials Science Foundations. – 2015. – V.81/82. – P.245-259.

114 Гришков В.Н., Лотков А.И., Дударев Е.Ф., Гирсова Н.В., Табаченко А.А. Влияние температуры интенсивной пластической деформации на микроструктуру и мартенситные превращения в никелиде титана // Физическая мезомеханика. – 2006. – Т.9. – С.95-98.

115 Федоров В.Б., Курдюмов В.Г., Хакимова Д.К., и др. Эффект измельчения зерна при пластической деформации никелида титана // Доклады академии наук СССР. – 1983. Т.269. – №4. – С.885-888.

116 Koike J., Parkin D., Nastasi M. Crystal-to-amorphous transformation of NiTi induced by cold rolling // Journal of Mater. Res. – 1990. – V.5. – №7. – P.1414–1418.

117 Tatyannin E.V., Kurdyumov V.G., Fedorov V.B. Obtaining of amorphous TiNi alloy by shear deformation under pressure. // The Physics of Metals and Metallography. – 1986. – V.62. – P.133–137.

118 Prokoshkin S., Brailovski V., Inaekyan K., Korotitskiy A., Kreitchberg A. Thermomechanical Treatment of TiNi Intermetallic-based Shape Memory Alloys // Materials Science Foundations. – 2015. – V.81-82. – P.260-341.

119 Tatyannin E.V., Kurdyumov V.G. Nucleation of the deformation induced amorphous phase at twin boundaries in TiNi alloy // Physica status solidi. – 1990. – V.121. – №2. – P.455-459

120 Ewert J., Bohm L., Peter R., Haider F. The role of the martensite transformation for the mechanical amorphisation of NiTi // Acta Materialia. – 1997. – V.45. – P.2197-2206.

121 Nakayama K., Tsuchiya Z., Liu G., Umemoto M., Morii K., Shimizu K. Process of nanocrystallization and partial amorphization by cold rolling in TiNi // Materials Transactions. – 2001. – V.42. – №9. – P.1987-1993.

122 Pushin V.G. Structures, Properties, and Application of Nanostructured Shape Memory TiNi-Based Alloys // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation. – 2004. – P.822-828.

- 123 Khmelevskaya I.Y., Trubitsyna I.B., Prokoshkin S.D., Dobatkin S.V., Tatyanin E.V., Stolyarov V.V., Prokofjev E. A. Thermomechanical treatment of Ti-Ni-based shape memory alloys using severe plastic deformation // *Materials Science Forum.* – Trans Tech Publications. – 2003. – V.426. – P.2765-2770.
- 124 Khmelevskaya I.Y., Prokoshkin S.D., Dobatkin S.V., Stolyarov V.V. Structure and properties of severely deformed Ti-Ni-based shape memory alloys // *Journal de Physique IV (Proceedings).* – EDP sciences. – 2003. – V.112. – P.819-822.
- 125 Li Z., Zhao X., Zhang H., Liu L., Xu Y. Microstructure and superelasticity of severely deformed TiNi alloy // *Materials Letters.* – 2003. – V.57. – №5-6. – P.1086-1090.
- 126 Sergueeva A.V., Song C., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Structure and properties of amorphous and nanocrystalline NiTi prepared by severe plastic deformation and annealing // *Materials Science and Engineering: A.* – 2003. – V.339. – №1-2. – P.159-165.
- 127 Waitz T., Kazykhanov V., Karnthaler H. Martensitic phase transformations in nanocrystalline NiTi studied by TEM // *Acta Materialia.* – 2004. – V.52. – №1. – P.137-147.
- 128 Prokoshkin S.D., Khmelevskaya I.Y., Dobatkin S.V., Trubitsyna I.B., Tatyanin E.V., Stolyarov V.V., Prokofev E.A. Structure evolution upon severe plastic deformation of TiNi-based shape-memory alloys // *Phys. Met. Metallogr.* – 2004. – V.97. – №6. – P.619-625.
- 129 Zeldovich V.I., Frolova Y.N., Pilyugin V.P., Gundyrev V.M., Patselov A.M. Formation of amorphous structure in titanium nickelide under plastic deformation. // *Phys. Met. Metallogr.* – 2005. – V.99. – №4. – P.425-434.
- 130 Prokoshkin S.D., Khmelevskaya I.Y., Dobatkin S.V., et. a.l Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys // *Acta Materialia.* – 2005. – V.53. – №9. – P.2703–2714.
- 131 Valiev R. Materials science: nanomaterial advantage // *Nature.* – 2002. – V.419. – №6910. – P.887.
- 132 Рыбин В.В. Закономерности формирования мезоструктур в ходе развитой пластической деформации // *Вопросы материаловедения.* – 2002. – V.1. – №29. – P.11-33.
- 133 Hughes D.A., Hansen N. Microstructure and strength of nickel at large strain // *Acta Materialia.* – 2000. – V.48. – №11. – P.2985-3004.
- 134 Кайбышев Р.О., Мазурина И.А., Громов Д.А. Механизмы измельчения зерен в алюминиевых сплавах в процессе интенсивной пластической деформации // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2006. – №2. – С.14-19.
- 135 Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Прокошкин С.Д., Добаткин С.В., Трубицына И.Б., Хмелевская И.Ю., Пушин В.Г., Валиев Р.З. Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в сплавах TiNi, подвергнутых равноканальному угловому

прессованию // Физика металлов и металловедение. – 2005. – Т.100. – №6. – С.91-92.

136 Nasakina E. O. et al. Applications of Nanostructural NiTi Alloys for Medical Devices // Shape Memory Alloys-Fundamentals and Applications. – InTech, 2017.

137 Shahmir H., Nili-Ahmadabadi M., Langdon T. G. Shape memory effect of NiTi alloy processed by equal-channel angular pressing followed by post deformation annealing // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2014. – Т. 63. – №. 1. – С. 012111.

138 В.А. Андреев, С.Д. Прокошкин, В.С. Юсупов, И.Ю. Хмелевская, Р.Д. Карелин, В.В. Просвирнин, М.М. Перкас, А.Е. Шелест Влияние деформационно-термических параметров равноканального углового прессования на структуру и свойства никелида титана // Сборник трудов VI международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». – 2015. – С. 376-377.

139 Прокошкин С.Д. В. Браиловский В., Коротницкий А.В. Особенности формирования структуры никелида титана при термомеханической обработке, включающей холодную пластическую деформацию от умеренной до интенсивной // Физика металлов и металловедение. – 2010. – Т.110. – №3. – С.305-320.

140 Олейникова С.В., Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М. Влияние старения на механическое поведение сплава Ti-50.7% Ni. // Технология легких сплавов. –1990. – №4. С.28-34.

141 Займовский В.А., Поляк Е.И., Фалдин С.А. Строение и свойства металлов и сплавов, лабораторный практикум ч.2. – М.: Издательство МИСиС, 1988. – 92 с.

142 Prokoshkin S.D., Korotitskiy A.V., Brailovski V., Turenne S., Khmelevskaya I.Y., Trubitsina I.B. On the Lattice Parameters of Phases in Binary Ti-Ni Shape Memory Alloys // Acta Materialia. – 2004. – V.52. – P.4479–4492.

143 Prokoshkin S.D., Korotitskiy A.V., Brailovski V., Inaekyan K.E., Dubinskiy S.M. Crystal Lattice of Martensite and the Reserve of Recoverable Strain of Thermally and Thermomechanically Treated TiNi Shape Memory Alloys // Phys. Met. Metallogr. – 2011. – V.112. – P.170–187.

144 Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А. Экспрессный метод построения обратных полюсных фигур // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2013. – Т.79. – №5. – С.27-30.

145 Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V. Modern methods of experimental construction of texture complete direct pole figures by using X-ray data // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – V.130. – P.012055.

- 146 Pawlik K. Determination of the orientation distribution function from pole figures in arbitrarily defined cells // *Phys. Stat. Sol. B.* – 1986. – P.477.
- 147 Коротичкий А.В. Построение диаграмм горячей деформации с использованием испытательного комплекса «Gleeble System 3800». Лабораторный практикум НИТУ «МИСиС». – М.: НИТУ МИСИС, 2013. – 25 с.
- 148 Коротичкий А.В. Экспресс-оценка параметров формовосстановления сплавов с памятью формы после наведённой деформации изгибом. // Сборник трудов V Евразийской научно-технической конференции «Прочность неоднородных структур». – М: МИСиС – 2010. – С.182.
- 149 Пушин В.Г. Сплавы никелида титана с памятью формы ч.1. Структура, фазовые превращения и свойства. – Екатеринбург: УрО РАН, 2006. – 438 с.
- 150 Преображенская Г.Б. Ультрамелкозернистые сплавы с памятью формы. Учебное пособие для вузов. – М.: Учеба, МИСиС, 2005. – 39 с.
- 151 Инакян К.Э. Исследование взаимосвязи структуры и функциональных свойств термомеханически обработанных сплавов с памятью формы на основе Ti-Ni: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.01 / Инакян Каринэ Эрнестовна. – М., 2006. – 149 с.
- 152 Жапова Д.Ю. Эволюция микроструктуры и ее влияние на мартенситные превращения и неупругие свойства двойных сплавов на основе никелида титана при тепловой деформации: – Томск: ИФПМ СО РАН, 2013. С.20-50.
- 153 Khmelevskaya I.Y., Prokoshkin S.D., Makushev S.Y., Bondarev A.B., Andreev V.A. Structure and shape recovery characteristics of Ti-50.0%Ni thermomechanically treated industrial wire // *European Symposium on Martensitic Transformations*. EDP Sciences. – 2009. – P.133.
- 154 S. Prokoshkin, V. Brailovski, A.V. Korotitskiy, K.E. Inaekyan, and A.M. Glezer. Specific Features of the Formation of the Microstructure of Titanium Nickelide upon Thermomechanical Treatment Including Cold Plastic Deformation to Degrees from Moderate to Severe // *Phys.Met. Metallogr.* – 2010. – V.110. – №3. – P.289-303.
- 155 Prokoshkin S., Brailovski V., Korotitskiy A., Inaekyan K., Dubinskiy S., Filonov M., Petrzhik M. Formation of nanostructures in thermomechanically treated Ti-Ni and Ti-Nb-(Zr,Ta) SMAs and their roles in martensite crystal lattice changes and mechanical behavior // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2013. – V.577. – Suppl.1. – P.418-422.
- 156 Трубицына И.Б., Прокошкин С.Д., Коротичкий А.В., Инакян К.Э., Столяров В.В., Угурчиев У.Х., Макушев С.Ю., Хмелевская И.Ю., Чиркова А.В., Бугаев А.В., Левин Д.Г. Структурообразование в сплавах Ti-Ni // *Журнал функциональных материалов*. – 2007. – Т.1. – №2. – С.66-71.

- 157 Prokoshkin S.D., Korotitskiy A.V., Brailovski V., E.Inaekyan K. Effect of nanocrystalline structure and polygonized dislocation substructure on Ti-Ni martensite lattice parameters and transformation lattice strain // Mater. Sci. Forum. – 2008. – V.584-586. – P.475-480.
- 158 Крейцберг А.Ю., Прокошкин С.Д., Браиловский В., Коротичский А.В. Роль структуры и текстуры в реализации ресурса обратимой деформации наноструктурного сплава Ti-50.26 ат.% Ni // Физика металлов и металловедение. – 2014. – Т.115. – №9. – С.986-1008.
- 159 Prokoshkin S.D., Turenne S., Khmelevskaya I.Y., Brailovski V., Trochu F. X-ray diffraction study of a high-temperature shape memory effect in titanium nickelide // Phys. Met. Metallogr. – 2000. – V.90. – №.2. – P. 128-133.
- 160 Prokoshkin S., Turenne S., Khmelevskaya I., Brailovski V., Trochu F. Structural mechanisms of high-temperature shape changes in titanium nickel alloys after low-temperature thermomechanical treatment // Canadian Met. Quart. – 2000. – V.39. – №.2. – P.225-234.

Приложение А

Для представления
в диссертационный совет
Д 212.132.08
при НИТУ «МИСиС»

«Утверждаю»
Генеральный директор
ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»
В.А. Андреев
«1» марта 2018 года



А К Т

**об использовании результатов диссертационной работы Комарова Виктора Сергеевича
«Диаграммы деформации, структурообразование и свойства объемных сплавов Ti-Ni,
деформированных в изотермических условиях»**

Мы, нижеподписавшиеся представители ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», настоящим актом подтверждаем, что результаты Комарова Виктора Сергеевича, полученные в диссертационном исследовании на соискание ученой степени кандидата технических наук, являются практически значимыми, а приведенные в нем рекомендации успешно реализованы в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»

Выявленные закономерности и особенности деформационного поведения, структурообразования, формирования механических и функциональных свойств сплавов Ti-Ni с памятью формы позволили оптимизировать режимы термомеханической обработки методом ротационнойковки при пониженных температурах и получить полуфабрикаты из СПФ Ti-Ni большого сечения, обладающие повышенным уровнем механических и функциональных свойств.

Экспериментальные зависимости параметров кривых течения данных сплавов от температуры и скорости деформации позволили проводить математическое моделирование процессов ОМД СПФ Ti-Ni в широком интервале температур и степеней деформаций и оптимизировать деформационно-силовые нагрузки на оборудование.

Приведенный анализ влияния последеформационного отжига на функциональные свойства СПФ Ti-Ni позволил рекомендовать его применение с целью повышения способности к формовосстановлению готовых изделий из данных сплавов.

Генеральный директор ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»,
к.т.н., член-корр. Академии Медико-Технических наук
Начальник производственного участка
ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»

В.А. Андреев

Н.В. Якушевич

Приложение Б

Таблица Б1 – Составляющие полной деформации сплава 1 (Ti-50,0 ат.% Ni) после различных режимов деформации и последеформационного отжига

Температура деформации, °С	Температура ПДО, °С	ε_t , %	ε_i , %	ε_e , %	ε_f , %	ε_r , %	ε_{rt} , %	СВФ _t , %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Контрольная обработка	-	1,4	0,7	0,7	0,0	0,7	1,4	100
		2,8	1,8	1,0	0,0	1,8	2,8	100
		3,6	2,4	1,2	0,0	2,4	3,6	100
		4,7	2,9	1,8	0,7	2,2	4,0	85
		5,3	3,3	2,0	1,0	2,3	4,3	81
		6,0	5,2	0,8	1,1	4,1	4,9	81
		8,2	6,2	0,6	1,8	4,4	4,9	60
		14,0	8,1	5,9	2,5	5,6	11,5	82
100	-	1,3	0,4	1,0	0	0,4	1,3	100
		2,6	1,4	1,2	0	1,4	2,6	100
		3,3	1,8	1,5	0	1,8	3,3	100
		4,3	2,0	2,3	0,3	1,6	4,0	93
		4,8	2,4	2,4	0,7	1,7	4,1	85
		7,5	3,2	4,3	0,8	2,4	6,7	89
		12,9	7,4	5,5	3,2	4,2	9,7	75
200	-	1,3	0,6	0,7	0	0,6	1,3	100
		2,5	1,5	1,0	0	1,5	2,5	100
		3,2	1,9	1,3	0,5	1,4	2,7	84
		4,2	2,4	1,8	0,2	2,2	4,0	96
		4,7	3,1	1,6	0,8	2,4	4,0	84
		7,3	4,2	3,2	1,4	2,7	5,9	81
		12,6	7,2	5,4	3,0	4,2	9,6	76
250	-	1,3	0,6	0,7	0	0,6	1,3	100
		2,6	1,7	0,9	0	1,7	2,6	100
		3,3	2,2	1,1	0,2	2,1	3,2	95
		4,4	2,4	2,0	0,2	2,2	4,2	96
		5,0	3,3	1,7	0,7	2,6	4,2	85
		7,7	3,8	3,9	1,1	2,7	6,6	86
		13,2	7,6	5,6	3,1	4,5	10,1	77
300	-	1,2	0,5	0,6	0	0,5	1,2	100
		2,3	1,4	0,8	0	1,4	2,3	100
		2,9	1,9	0,9	0,2	1,7	2,7	94
		3,8	2,4	1,3	0,5	1,9	3,3	86
		4,3	2,7	1,5	1,0	1,8	3,3	77
		6,6	3,6	3,1	1,1	2,5	5,5	84

Продолжение таблицы Б1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
350	-	1,4	0,5	0,8	0	0,5	1,4	100
		2,7	1,8	0,9	0	1,8	2,7	100
		3,4	2,3	1,1	0,3	2,0	3,1	92
		4,5	2,7	1,8	0,8	1,9	3,7	81
		7,8	4,0	3,8	1,5	2,5	6,3	80
		13,5	7,7	5,7	2,9	4,8	10,5	78
400	-	1,3	0,5	0,8	0	0,5	1,3	100
		2,6	1,4	1,2	0	1,4	2,6	100
		3,3	2,1	1,2	0	2,1	3,3	100
		4,3	2,9	1,4	0,6	2,3	3,7	87
		4,8	3,2	1,6	0,7	2,5	4,1	85
		7,5	4,5	3,0	1,5	3,0	6,0	80
		12,9	7,4	5,5	2,4	5,0	10,5	81
500	-	1,4	0,6	0,8	0	0,6	1,4	100
		2,7	1,9	0,8	0	1,9	2,7	100
		3,4	2,4	1,0	0,2	2,2	3,2	93
		4,5	2,9	1,6	0,6	2,3	3,9	87
		5,1	3,4	1,7	0,8	2,6	4,3	84
		7,8	5,0	2,8	1,5	3,5	6,3	80
		13,5	7,7	5,7	2,4	5,3	11,1	82
600	-	1,3	0,3	1,1	0	0,3	1,3	100
		2,6	1,6	1,0	0	1,6	2,6	100
		3,3	2,2	1,1	0	2,2	3,3	100
		4,4	2,8	1,6	0,6	2,3	3,8	87
		5,0	3,3	1,7	0,9	2,4	4,1	83
		7,7	4,6	3,1	1,3	3,3	6,4	83
		13,2	7,6	5,6	2,8	4,7	10,3	78
700	-	1,4	0,6	0,8	0	0,6	1,4	100
		2,7	1,6	1,1	0	1,6	2,7	100
		3,4	2,2	1,2	0,2	2,0	3,2	95
		4,5	3,0	1,5	0,3	2,7	4,2	93
		5,1	3,5	1,5	0,6	2,9	4,5	88
		7,8	5,3	2,5	1,7	3,7	6,2	79
		13,5	7,7	5,7	3,0	4,7	10,4	78
900	-	1,3	0,5	0,7	0	0,5	1,3	100
		2,4	1,6	0,9	0	1,6	2,4	100
		3,1	2,0	1,1	0	2,0	3,1	100
		4,1	2,1	2,0	0	2,1	4,1	100
		4,6	3,1	1,5	0,5	2,5	4,1	88
		7,1	4,5	2,6	1,4	3,1	5,7	80
		12,3	7,1	5,3	3,1	4,0	9,3	75

Продолжение таблицы Б1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
100	400	1,4	0,9	0,5	0	0,9	1,4	100
		2,7	1,7	1,0	0	1,7	2,7	100
		3,4	2,4	1,0	0	2,4	3,4	100
		4,5	2,9	1,6	0	2,9	4,5	100
		5,1	3,4	1,7	0	3,4	5,1	100
		5,8	4,5	1,3	1,4	3,1	4,4	76
		7,8	5,7	2,2	1,2	4,5	6,7	85
		13,5	7,7	5,7	1,8	6,0	11,7	87
200	400	1,3	0,9	0,5	0	0,9	1,3	100
		2,6	2,0	0,6	0	2,0	2,6	100
		3,3	2,5	0,8	0	2,5	3,3	100
		4,4	3,1	1,3	0	3,1	4,4	100
		5,0	3,3	1,7	0,8	2,5	4,2	84
		7,7	5,2	2,5	1,4	3,7	6,2	81
		13,2	7,6	5,6	2,4	5,2	10,8	82
250	400	1,3	1,0	0,3	0	1,0	1,3	100
		2,6	1,6	1,0	0	1,6	2,6	100
		3,3	2,2	1,1	0	2,2	3,3	100
		4,3	2,6	1,7	0	2,6	4,3	100
		4,8	3,2	1,6	0	3,2	4,8	100
		5,5	3,8	1,7	1,3	2,5	4,2	76
		7,5	5,4	2,1	1,4	4,0	6,1	82
		12,9	7,4	5,5	1,5	5,9	11,4	89
400	400	1,3	1,0	0,3	0	1,0	1,3	100
		2,6	1,9	0,7	0	1,9	2,6	100
		3,3	2,4	1,0	0	2,4	3,3	100
		4,4	3,1	1,3	0	3,1	4,4	100
		5,0	3,4	1,5	0	3,4	5,0	100
		5,6	3,9	1,7	1,7	2,3	4,0	70
		7,7	5,5	2,2	1,7	3,8	6,0	78
		13,2	7,6	5,6	2,5	5,1	10,7	81
500	400	1,3	0,8	0,5	0	0,8	1,3	100
		2,6	2,1	0,5	0	2,1	2,6	100
		3,3	2,4	0,8	0	2,4	3,3	100
		4,3	3,2	1,1	0	3,2	4,3	100
		4,8	3,5	1,3	0	3,5	4,8	100
		5,5	4,0	1,5	1,5	2,6	4,0	74
		7,5	5,4	2,1	1,8	3,6	5,7	75
		12,9	7,4	5,5	2,4	5,0	10,5	82

Приложение В

Таблица В1 – Составляющие полной деформации сплава 2 (Ti-50,8 ат.% Ni) после различных режимов деформации и последеформационного отжига

Температура деформации, °С	Температура ПДО, °С	ε_t , %	ε_i , %	ε_e , %	ε_f , %	ε_r , %	ε_r^t , %	СВФ _t , %
100	—	7,4	4,4	3,0	0	4,4	7,4	100
		11,8	4,9	6,9	0	4,9	11,8	100
200	—	7,4	4,9	2,5	0,3	4,6	7,1	96
		9,1	7,5	1,5	1,0	6,6	8,1	89
250	—	7,4	5,5	1,9	0,2	5,3	7,2	97
		11,8	7,4	4,4	1,0	6,4	10,8	92
300	—	11,8	5,3	6,4	0	5,3	11,8	100
		11,8	5,4	6,4	0	5,4	11,8	100
350	—	7,2	5,8	1,4	0	5,8	7,2	100
		11,5	8,5	3,0	0,9	7,6	10,6	92
400	—	5,3	2,7	2,6	0	2,7	5,3	100
		5,5	4,8	0,6	0	4,8	5,5	100
		8,6	4,9	3,7	0	4,9	8,6	100
		8,8	5,4	3,4	0	5,4	8,8	100
500	—	7,4	5,6	1,8	0	5,6	7,4	100
		8,5	6,3	2,3	0	6,3	8,5	100
		11,8	10,1	1,7	3,4	6,7	8,4	71
700	—	7,2	5,8	1,5	0	5,8	7,2	100
		7,4	6,5	1,0	0	6,5	7,4	100
		11,5	8,6	2,9	1,0	7,6	10,5	91
900	—	7,1	5,9	1,2	0	5,9	7,1	100
		11,2	11,2	0	1,5	9,7	9,7	86
200	430	7,2	5,6	1,6	0	5,6	7,2	100
250	430	7,4	5,7	1,7	0	5,7	7,4	100
		11,8	9,1	2,7	0,8	8,3	11,0	93
350	430	7,1	5,3	1,7	0	5,3	7,1	100
		7,4	5,0	2,4	0	5,0	7,4	100
400	430	6,7	4,8	2,0	0	4,8	6,7	100
		10,7	7,7	3,0	0	7,7	10,7	100
500	430	7,4	6,1	1,3	0	6,1	7,4	100
		11,8	5,8	6,0	0	5,8	11,8	100
600	430	6,4	3,7	2,6	0	3,7	6,4	100
		10,2	4,0	6,2	0	4,0	10,2	100
700	430	7,4	5,6	1,9	0	5,6	7,4	100
		10,3	5,1	5,1	0	5,1	10,3	100