

Влияние деформации при тёплой прокатке на температуры мартенситных превращений и величину эффектов сверхэластичности и памяти формы в сплаве $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %)

А. И. Лотков, Ю. Н. Коваль, В. Н. Гришков,
Д. Ю. Жапова, В. Н. Тимкин, Г. С. Фирстов

Исследовано влияние тёплой изотермической (723 К) прокатки в ручьевых вальцах на зёрненную структуру, температуры мартенситных превращений и неупругие свойства сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %). Показано, что в результате прокатки с интенсивной деформацией до 1,8 происходит переход от исходной крупнозернистой структуры к формированию микро- и субмикроструктурных структур образцов. Проведены исследования неупругих свойств (эффекты сверхэластичности и памяти формы) образцов при деформировании кручением. Величину эффекта сверхэластичности (включая и упругую деформацию), определяли в изотермических (295 К) циклах “нагружение – разгрузка”; величина эффекта памяти формы равна возврату деформации при нагреве разгруженных образцов, а накопленная пластическая деформация соответствовала остаточной деформации после завершения формовосстановления при нагреве. Полная неупругая деформация при кручении прокатанных образцов достигает 8,5 – 9,5 % (при степени формовосстановления 99 %), величина эффекта памяти формы при этом составляет 5 – 6 %, а сверхэластичности — 3 – 4 %.

Ключевые слова: сплавы на основе никелида титана, тёплая многопроходная прокатка в ручьевых вальцах, мартенситные превращения, эффект памяти формы, сверхэластичность.

Введение

В последние годы интенсивно исследуются закономерности и особенности формирования зёрненной микроструктуры и изменения структурно-фазового состояния в сплавах на основе TiNi при больших пластических деформациях и изменение при этом их прочностных, пластических и неупругих свойств. Для задания больших пластических деформаций с целью формирования ультрамелкозернистой структуры в сплавах на основе TiNi используют разнообразные методы: равноканально-угловое прессование [1 – 6], ковка с переменной осью деформирования или abc-прессование [7 – 9], прокатка в ручьевых [10, 11] и гладких вальцах [12 – 17], кручение под квазигидростатическим давлением [18, 19]. Отметим, что исследование зёрненно-субзёрненной структуры и, соответственно, свойств образцов сплавов на основе

TiNi, деформированных методами прокатки в гладких вальцах и кручением под квазигидростатическим давлением, проводили после отпуска образцов для снятия внутренних напряжений или рекристаллизационных отжигов [12 – 19].

Анализ собственных результатов [3, 7 – 12] и литературных данных [2, 4 – 6, 13 – 19] показывает, что проявление неупругих свойств (эффекты сверхэластичности и памяти формы) и развиваемых при этом реактивных напряжений во многом зависит от величины предела текучести в исследуемых образцах: высокие значения предела текучести позволяют реализовать в сплавах на основе TiNi максимально возможную неупругую деформацию. Очевидно, что это может быть обусловлено тем, что пластическое деформирование в образцах этих сплавов начинается при более высоких приложенных напряжениях, чем напряжение мартенситного сдвига [6, 18]. Отсюда

следует, что наилучшее проявление неупругих свойств в этих сплавах должно наблюдаться в образцах с ультрамелкозернистой структурой в диапазоне размеров зёрен, не обуславливающих подавление мартенситных превращений (МП), но обеспечивающих достаточно высокие прочностные свойства. Такие условия реализуются при тёплой деформации (гомологическая температура в интервале от 0,3 до 0,5), когда в сплавах на основе TiNi происходит эффективное измельчение зёрно-субзёрненной структуры, обуславливающее упрочнение образцов и понижение температур МП на 20 – 40 град. [2, 5, 7 – 9]. Тёплая деформация, в частности, при равноканально-угловом прессовании (РКУП) приводит к повышению пределов прочности и текучести и уменьшению относительного удлинения до разрушения образцов [2, 5]. Неупругие свойства сплавов на основе TiNi при увеличении заданной в процессе РКУП деформации и, соответственно, уменьшении среднего размера зёрен $\langle d \rangle$ изменяются немонотонно: при уменьшении d до 300 – 500 нм величина неупругой деформации (проявление эффекта памяти формы и сверхэластичности) возрастает, а при $d \leq 250$ нм — резко снижается [2 – 5].

В данной работе для задания больших пластических деформаций образцам сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %) использована тёплая многопроходная прокатка в ручьевых вальцах. Это позволяет изучать закономерности перехода от крупнозернистой к ультрамелкозернистой структуре сплавов, изменение при этом температур МП и неупругих свойств, начиная с малых и до задания достаточно больших пластических деформаций [10, 11]. В [10] изучено формирование зёрно-субзёрненной структуры микрокристаллического и субмикрокристаллического масштаба в образцах сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %) в процессе прокатки при 723 К ($0,47 T_{пл}$). После прокатки в тех же температурно-деформационных условиях образцов данного сплава в [11] показано повышение его прочностных свойств с сохранением возможности достижения высоких значений пластической деформации. В работах [10, 11] не представлены результаты исследования температур МП и неупругих свойств. Вместе с тем такое сочетание характеристик прочности и пластичности после больших пластических деформаций представляет интерес для исследования закономерностей изменения температур и последовательности МП, а также неупругих свойств.

Цель данной работы — исследование закономерности изменения температур и последовательности МП, а также неупругих свойств сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %) в зависимости от величины задан-

ной деформации при изотермической (723 К) тёплой прокатке в ручьевых вальцах.

Материалы и методы исследований

Для исследований выбран сплав $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %), производства ЗАО “Промышленный центр МАТЭКС”. В составе сплава присутствует 5 – 7 об. % фазы $Ti_4Ni_2(O,N,C)_x$. Исходные образцы сплава приготовлены из стержней диаметром 30 мм, полученных методом горячей ротационнойковки и отожженных при 773 К в течение 1 ч. Последовательность и температуры МП определяли методом температурной резистометрии. Образцы для исследования методом температурной резистометрии размером

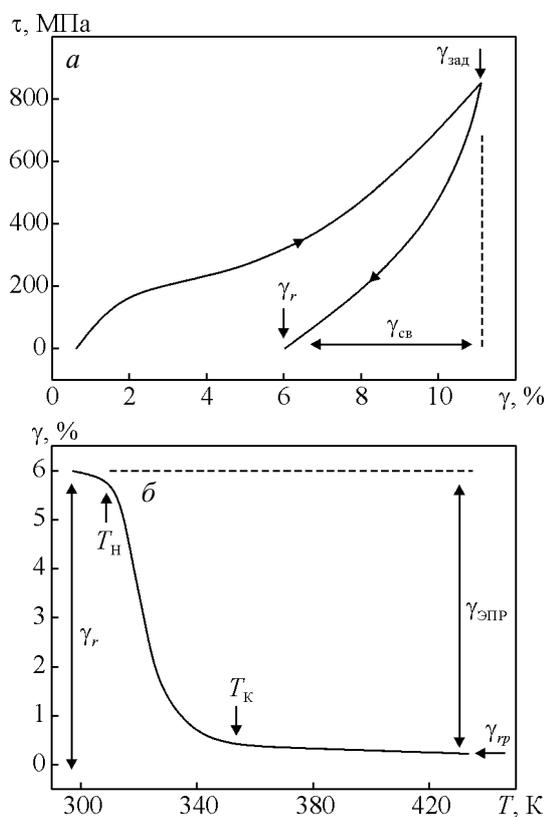


Рис. 1. Экспериментально определяемые параметры накопления и возврата деформации в изотермических циклах “нагрузка – разгрузка” (а) и при последующем нагреве разгруженных образцов (б): $\gamma_{зад}$ — максимальная заданная деформация при нагружении образцов; γ_r — остаточная деформация при разгрузке образцов; $\gamma_{св} = \gamma_{зад} - \gamma_r$ — величина эффекта сверхэластичности; $\gamma_{рп}$ — пластическая деформация; $\gamma_{ЭПФ} = \gamma_r - \gamma_{рп}$ — величина эффекта памяти формы; T_H — температура начала формовосстановления образцов; T_K — температура завершения возврата деформации во всём объёме разгруженных образцов. Температура испытаний в циклах “нагрузка – разгрузка” составляла 295 ± 2 К.

~1,05 × 1,08 × 16,2 мм³ вырезали методом электроэрозионной резки с последующей механической и химической полировкой. При охлаждении образцов в исходном состоянии реализовывалась последовательность МП В2 → R → В19', где В2 — высокотемпературная кубическая фаза со структурой типа CsCl, R и В19' — ромбоэдрическая и моноклинная мартенситные фазы. Температуры МП определяли с точностью ± 2 К. Температура МП в R-фазу $T_R = 305 \pm 2$ К, температуры начала и конца МП В2 → В19' составляют $M_H = 268 \pm 2$ К и $M_K = 226 \pm 2$ К, соответственно. При нагреве образцов наблюдали только МП В19' > В2, температуры начала и конца обратного МП — $A_H = 268 \pm 2$ К и $A_K = 292 \pm 2$ К, соответственно.

Неупругие свойства образцов сплава исследовали методом кручения на установке типа обратного крутильного маятника [20]. Образцы для исследований готовили методом электроэрозионной резки с последующей механической и химической полировкой. Для исследования отбирали образцы в виде стержней квадратного сечения 0,9 × 0,9 мм² длиной 18–20 мм. Способы измерения величины обратимой (неупругой) деформации, которая проявляется либо как эффект памяти формы, либо как эффект сверхэластичности, а также величины пластической деформации представлены на рис. 1. Отметим, что под эффектом памяти формы мы понимаем величину неупругой деформации, которая возвращается после предварительной деформации образца в мартенситном или частично мартенситном состоянии и последующем его нагреве через интервал обратного МП, то есть выше A_K . Эффект сверхэластичности — это величина неупругой деформации, которая возвращается после снятия с образца внешнего напряжения и включает в себя упругую составляющую деформации, величину которой в данной работе не определяли. Максимальная погрешность измерения деформации при кручении — ± 3 % от измеряемой величины.

Так как исходные заготовки образцов имели форму круглых стержней высотой 19 мм, то для удобства дальнейшего процесса деформирования в ручьевых вальцах эти заготовки закладывали в пресс-форму и проводили единичный акт их осадки при температуре 1073 К для придания им формы параллелепипеда. После осадки образцы для прокатки в ручьевых вальцах имели размеры 19 × 19 × 38 мм³.

Величину истинной деформации e задаваемой при прокатке определяли по формуле:

$$e = \ln \left(\frac{S_0}{S} \right), \quad (1)$$

где S_0 и S — площади поперечного сечения образцов до и после обжатия, соответственно.

Истинная деформация при каждом проходе через ручьевые вальцы составляла от 0,03 до 0,04. Каждый цикл обжатия включал нагрев до температуры деформирования в течение 3 мин, обжатие и повторный проход канала того же сечения. Образцы прокатывали при температуре 723 ± 10 К, то есть — $0,47 T_{ш}$. Прокатку проводили до величины деформации $e = 1,8$.

Результаты и их обсуждение

В исходном состоянии образцы имели крупнозернистую квазиравноосную структуру со средним размером зёрен $d = 33$ мкм. На начальном этапе прокатки, после задания образцам деформации $e = 0,07$ обнаружено увеличение среднего размера зёрен до 94 мкм. При этом в образцах формируется неоднородно-напряженное состояние зёрненной структуры — наблюдаются как сильнодеформированные зёрна с высокой плотностью дислокаций, так и зёрна с относительно совершенной кристаллической решёткой, что ранее уже отмечалось в [10] при исследовании формирования ультрамелкозернистой структуры никелида титана при ступенчатом понижении температуры тёплой многопроходной прокатки. При последующем увеличении деформации при прокатке до $e = 0,2, 0,8$ и $1,2$ средний размер зёрен уменьшается и составляет 53 мкм, 13 мкм и 8 мкм, соответственно. После прокатки с $e = 1,8$ в образцах сформировалась мелкозернистая квазиравноосная микроструктура со средним размером зёрен 1,5 мкм.

После прокатки при 723 К последовательность мартенситных превращений при охлаждении и нагреве образцов исследуемого сплава не меняется. Закономерности изменения температур МП при охлаждении (T_R, M_H, M_K) и нагреве (A_H, A_K) образцов в зависимости от величины деформации e , заданной при прокатке, приведены на рис. 2. Видно, что при $e = 0,07$ наблюдается резкое уменьшение температуры конца прямого МП в фазу В19'. Это обусловлено дислокационным упрочнением некоторой части зёрен на этом этапе деформирования [10, 11] и, следовательно, предвставленное на рис. 2 понижение M_K относится к сравнительно небольшой доли объёма образца; M_K основной массы образца, как и других температур МП, после задания образцу деформации $e = 0,20$ повышается на ~ 20 градусов.

После деформации с $e = 0,20$ температуры МП повышаются на ~ 20 градусов, и при дальнейшем увеличении деформации вплоть до $e = 1,8$ — не меняются (рис. 2).

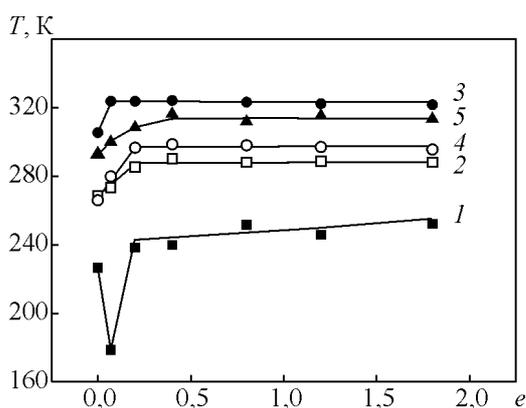


Рис. 2. Зависимости температур мартенситных превращений M_K (1), M_H (2), T_R (3), A_H (4) и A_K (5) в образцах сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %) от величины заданной при тёплой прокатке истинной деформации e .

Повышение температур прямых (T_R , M_H , M_K) и обратных (A_H , A_K) МП обусловлено следующим. Известно, что в сплавах на основе $TiNi$ с избытком атомов никеля относительно эквиатомного состава область существования гомогенной В2 фазы резко сужается при понижении температуры: её ширина не превосходит $\sim 50,6$ ат. % Ni при 773 К и составляет $\sim 50,3$ ат. % Ni при более низких температурах [12, 13]. При отжиге образцов сплавов с 50,5 – 51,5 ат. % Ni при температурах 673 – 773 К в них протекает процесс активного выделения фазы Ti_3Ni_4 и, соответственно, в результате этого содержание атомов никеля в В2-фазе уменьшается, а температуры МП при этом повышаются [2 – 5, 11 – 13, 22]. Так как в исходном состоянии предварительный отжиг образцов сплава $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ (ат. %) проводили при 773 К, то естественно ожидать, что в процессе тёплой прокатки при 723 К в образцах реализуется дополнительное старение, при котором содержание атомов никеля в В2-фазе понижается до предельно возможного его содержания при данной температуре. Вследствие малой величины обжата в каждом цикле — прокатка в ручьевых вальцах процесс длительный. В частности, при достижении $e = 0,20$ образцы находятся при температуре деформирования в течение, примерно, 1 ч. Результаты специально поставленного эксперимента показали, что в контрольной партии образцов исследуемого сплава с исходным состоянием поставки сплава (отжиг при 773 К в течение 30 мин) дополнительный отжиг при 723 К в течение 1 ч привел к повышению T_R и M_H на 15 – 17 градусов (от 305 до 320 К и от 268 до 285 К, соответственно), что в пределах точности определения этих температур соответствует повышению T_R и M_H после прокатки с $e = 0,20$. Таким образом, повышение температур МП после тёплой

прокатки с $e \geq 0,2$ обусловлено завершением процесса старения.

Особого внимания заслуживает полученная в работе зависимость температур мартенситных превращений от величины заданной деформации. Хорошо известно, что температуры МП и особенно M_H чувствительны к изменению упругонапряжённого состояния образцов и при их упрочнении температуры M_H и M_K понижаются. Подобное происходит и в данной работе после заданной деформации $e = 0,07$, когда в образце наблюдаются сильнодеформированные зёрна с высокой плотностью дислокаций в объёме зёрен. При увеличении степени заданной деформации можно было бы ожидать увеличения плотности дислокаций, их перераспределения и дальнейшего упрочнения образцов. Однако, как показали исследования зависимостей $\sigma \sim \epsilon$ [11], повышение предела текучести при увеличении e хотя и наблюдается, но оно не настолько велико, чтобы заметно повлиять на температуры МП. Наиболее вероятной причиной постоянства температур МП при $e \geq 0,2$ является осуществление динамической рекристаллизации в процессе деформирования образцов при температуре испытаний. При увеличении заданной деформации концентрация дислокаций внутри зёрен возрастает и при достижении её некоторой критической величины осуществляется один из этапов процесса динамической рекристаллизации, в результате которого происходит измельчение зёренной структуры с низкой концентрацией дислокаций в объёме этих новых зёрен. Другими словами накапливающаяся концентрация дислокаций в процессе деформации свыше некоторой критической концентрации расходуется в этом же акте деформации на осуществление процесса динамической рекристаллизации. В результате не происходит существенного повышения предела текучести образцов, то есть их упрочнения, и не изменяются температуры МП.

На рис. 3а, 3б представлены зависимости накопления деформации (γ) при кручении образцов под действием внешнего напряжения (τ) и возврата предварительно заданной деформации после снятия внешнего напряжения для исходных образцов и образцов после прокатки с $e = 0,07$, соответственно. Зависимости возврата деформации в процессе нагрева разгруженных образцов от комнатной температуры до $T > A_K$ (температуры конца обратного МП) приведены на рис. 3б, 3г. Такого же типа зависимости приведены на рис. 4 для образцов после прокатки с $e = 0,2$ и $e = 1,8$. Кривые зависимости накопления деформации при кручении образцов под действием внешнего напряжения и возврата заданной деформации после снятия внешнего напряжения, а также

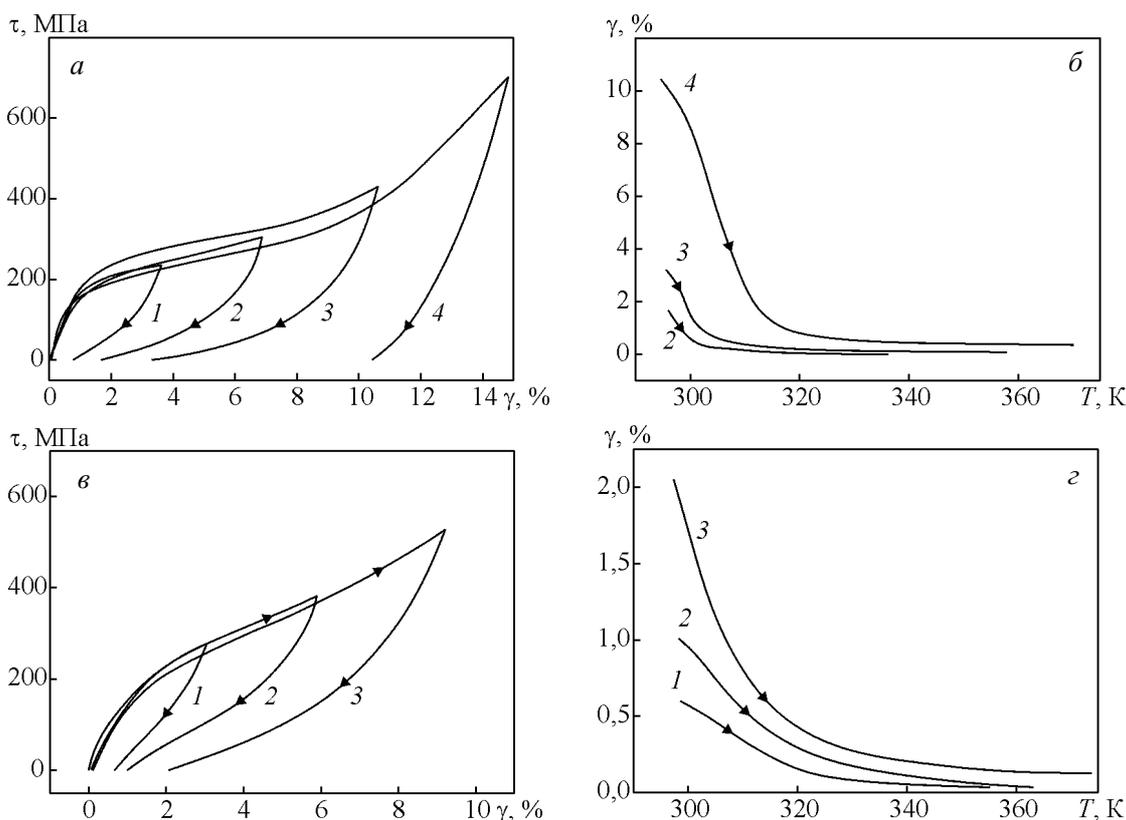


Рис. 3. Накопление и возврат неупругой деформации в изотермических (295 ± 2 К) циклах “напряжение – деформация” (а, в) и возврат неупругой деформации при промежуточных нагревах разгруженных образцов (б, г). Исходные образцы (а, б) и образцы после прокатки с $e = 0,07$ (в, г).

возврата деформации в процессе нагрева разгруженных образцов построены по экспериментальным точкам.

Вид зависимостей “напряжение – деформация” качественно подобен как для исходных крупнозернистых, так и для прокатанных образцов (вплоть до $e = 1,8$) (рис. 3 и 4). В процессе изотермического нагружения наблюдается короткая квазиупругая стадия; затем следует площадка “псевдотекучести”, на которой под действием приложенного напряжения τ генерируется мартенситная фаза В19’ (нагружение проводили выше температуры M_H , рис. 2 – 4). При дальнейшем увеличении τ происходит переход к стадии деформационного упрочнения. На этом этапе, когда в исследуемых образцах величина пластической деформации превышала $\gamma_{pp} = 0,1$ %, деформирование образцов прекращали (рис. 3 и 4).

Из рис. 3б, 3г и 4б, 4г видно, что независимо от заданной при прокатке деформации (e) и деформации кручением ($\gamma_{зад}$) температуры начала формовосстановления разгруженных образцов при нагреве через интервал обратных МП не меняются; а температуры

завершения формовосстановления (T_K) повышаются на 10–20 градусов при увеличении $\gamma_{зад}$ до 11–13 %. Последнее обусловлено обратным превращением небольшой объемной доли деформационной мартенситной фазы В19’, которая формировалась в условиях развития начальной стадии пластического течения.

Зависимости изменения величины сверхэластичности, эффекта памяти формы, суммарной неупругой деформации и пластической деформации от заданной при кручении образцов деформации приведены на рис. 5. Из анализа экспериментальных результатов следует, что в исходных образцах (рис. 5а) и образцах после прокатки с $e = 0,07$ (рис. 5б) при $\gamma_{зад} \leq 11$ % доминирует эффект сверхэластичности. В этих образцах температура конца обратного МП A_K близка к температуре изотермических циклов “ $\tau - \gamma$ ” (295 ± 2 К) и, соответственно, при разгрузке образцов большая часть неупругой деформации возвращается в качестве эффекта сверхэластичности (рис. 3а, 3в, 5а и 5б). Оставшаяся часть неупругой деформации возвращается в качестве эффекта памяти формы при

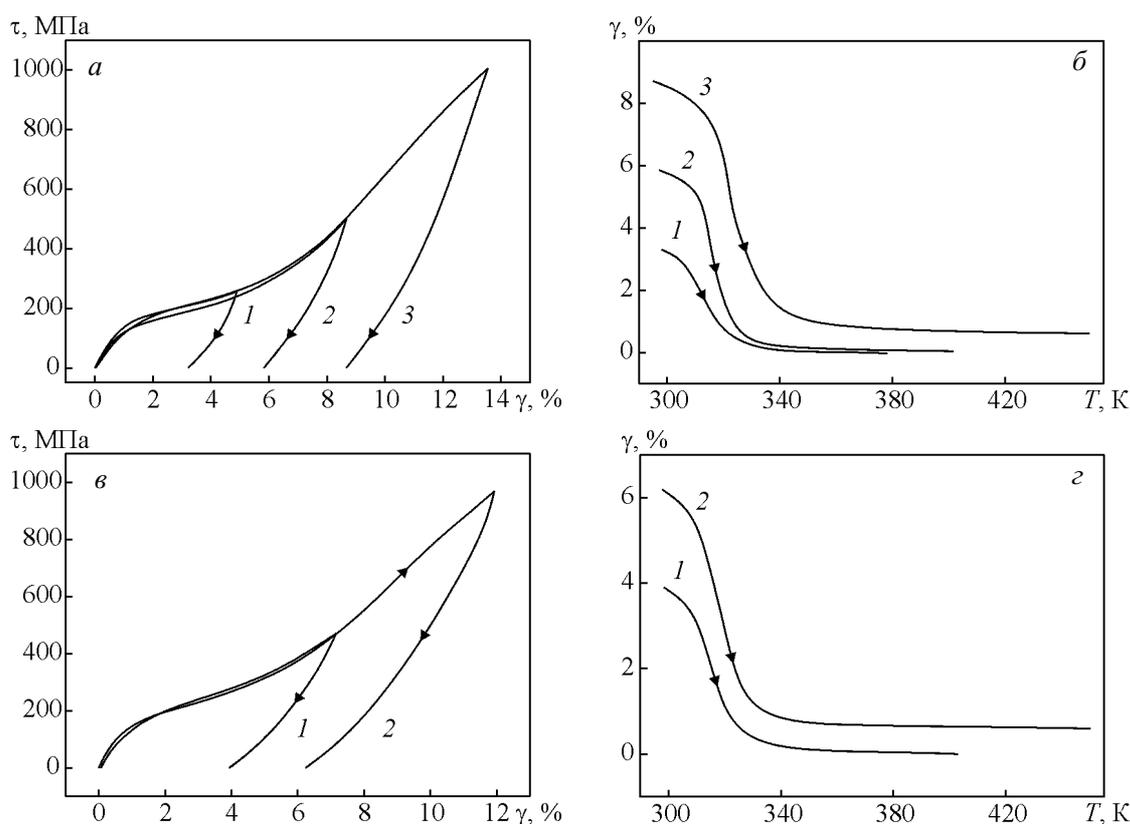


Рис. 4. Накопление и возврат неупругой деформации в изотермических (295 ± 2 К) циклах “напряжение – деформация” (а, в) и возврат неупругой деформации при промежуточных нагревах разгруженных образцов (б, з). Образцы после прокатки с $e = 0,2$ (а, б) и $e = 1,8$ (в, з).

нагреве разгруженных образцов (рис. 3б, 3г, 5а и 5б). Когда в исходных образцах заданная при кручении деформация превышает 11 %, и появляется пластическая деформация $\gamma_{\text{п}} > 0,1$ %, которая приводит к стабилизации мартенситной фазы В19', то вклад эффектов сверхэластичности и памяти формы в суммарную величину неупругой деформации перераспределяется (рис. 3а, 3б и 5а). В образцах после прокатки с $e > 0,07$ такого перераспределения вкладов неупругой деформации не наблюдали (рис. 5б – 5з), что может свидетельствовать об упрочнении высокотемпературной В2-фазы сплава $\text{Ti}_{49,2}\text{Ni}_{50,8}$ (ат. %) даже на начальной стадии тёплой прокатки образцов.

Так как в процессе прокатки с $e = 0,20$ в образцах наблюдается повышение температур МП на ~ 20 град., а при дальнейшей деформации прокаткой температуры МП не меняются, то второй типичный вид проявления эффектов сверхэластичности и памяти формы при увеличении $\gamma_{\text{зад}}$ приведен на рис. 5в и 5г. Вследствие того, что температура конца обратного МП, $A_{\text{К}}$, на 15 – 20 градусов выше температуры испытаний при кручении (295 К) образцов, прока-

танных с величиной деформации от $e = 0,2$ до $e = 1,8$, большая часть неупругой деформации возвращается при нагреве разгруженных образцов в качестве эффекта памяти формы, а меньшая — в качестве эффекта сверхэластичности; закономерности их изменения приведены на рис. 5в и 5г.

Уменьшение наблюдаемой величины неупругой деформации, проявляющейся в качестве эффекта памяти формы и сверхэластичности в условиях отсутствия пластической деформации, обусловлено понижением температуры $M_{\text{К}}$ в образцах, деформированных с $e = 0,07$. Вследствие сильного дислокационного упрочнения и, соответственно, резкого понижения $M_{\text{К}}$ для того, чтобы инициировать МП в фазу В19' во всем объёме исследуемого образца необходимо приложить более высокие внешние напряжения для достижения напряжения мартенситного сдвига. Более высокие приложенные внешние напряжения в свою очередь способствуют развитию пластической деформации. Поэтому наблюдаемые величины сверхэластичности, памяти формы и суммарной неупругой деформации ниже анало-

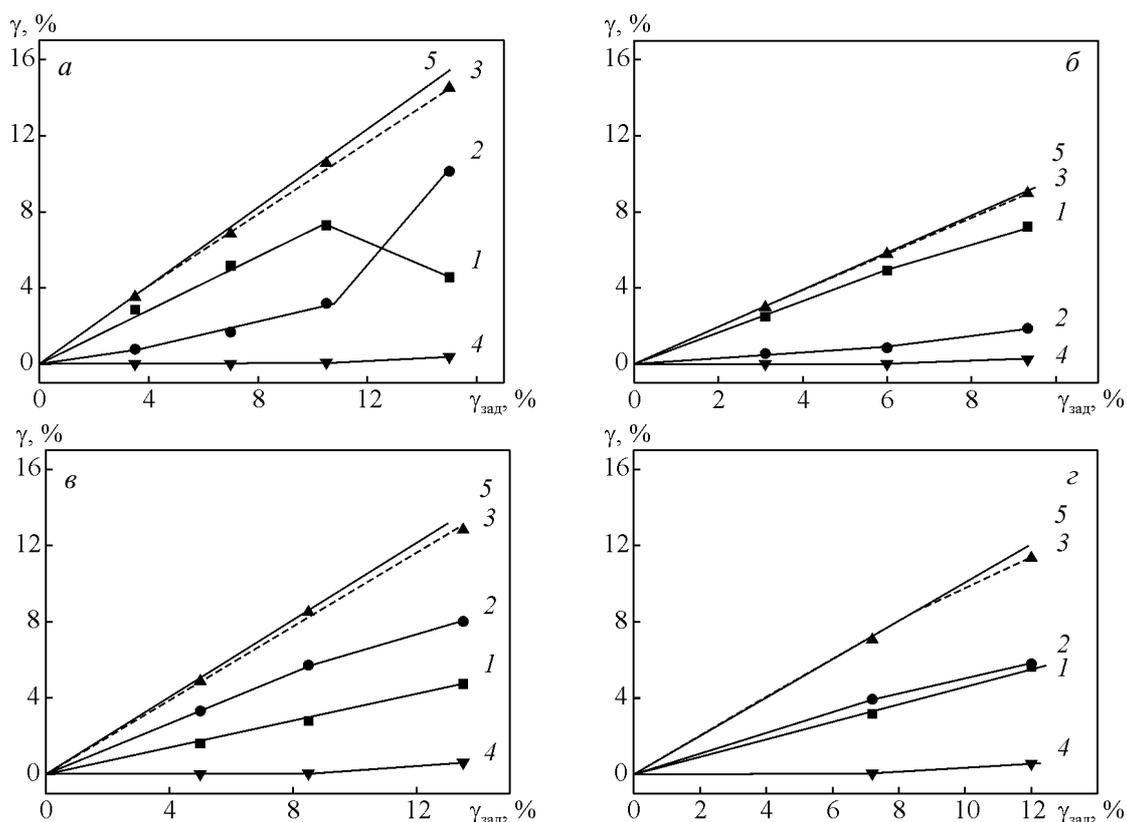


Рис. 5. Влияние заданной кручением в изотермических циклах “нагрузка – разгрузка” деформации $\gamma_{зад}$ на величину эффекта сверхэластичности $\gamma_{св}$ (1), памяти формы $\gamma_{ЭПФ}$ (2), суммарной неупругой деформации (3), пластической деформации $\gamma_{п}$ (4) и зависимости $\gamma = \gamma_{зад}$ (5): а – исходные образцы; б – образцы после прокатки до $e = 0,07$; в – образцы после прокатки до $e = 0,2$; г – образцы после прокатки до $e = 1,8$.

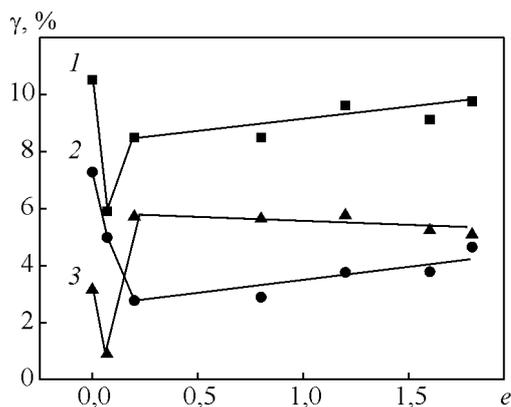


Рис. 6. Влияние величины деформации при прокатке e на суммарную неупругую деформацию, $\gamma_{НУ}^{\Sigma}$ (1), и составляющие её вклады $\gamma_{св}$ (2) и $\gamma_{ЭПФ}$ (3), накапливаемые и возвращаемые в изотермических (295 К) циклах кручения “нагрузка – разгрузка” и при последующем нагреве разгруженных образцов без накопления пластической деформации ($\gamma_{п} = 0,1\%$).

гичных характеристик исходных образцов и образцов после деформации $0,2 < e < 1,8$ (рис. 5, 6).

При этом видно (рис. 5в и 5г), что величина эффекта памяти формы в образцах, прокатанных с $0,2 \leq e \leq 1,8$, практически не меняется, а сверхэластичность — монотонно возрастает. Наблюдаемая закономерность повышения сверхэластичности с сохранением той же величины эффекта памяти формы обусловлена обнаруженным ранее [11] упрочнением образцов в процессе тёплой прокатки.

Зависимость изменения величин эффектов сверхэластичности и памяти формы, а также суммарной неупругой деформации $\gamma_{НУ}^{\Sigma}$ при отсутствии накопления пластической деформации ($\gamma_{п} < 0,1\%$) от величины заданной при прокатке деформации e приведена на рис. 6. Заметим, что независимо от e величина $\gamma_{НУ}^{\Sigma}$ составляет от 6,0 до 10,5 %, что представляет собой значимую величину, достаточную для практического применения.

Отметим, что образцы сплава с крупнозернистой структурой (исходное состояние и после прокатки с

$e = 0,07$) при комнатной температуре, несмотря на высокую величину возвращаемой неупругой деформации в изотермических циклах “нагружение – разгрузка” ($\sim 7\%$ в исходных образцах и $\sim 5\%$ в образцах, прокатанных с $e = 0,07$), имеют небольшую степень формовосстановления — отношение возвращаемой деформации $\gamma_{св}$ к $\gamma_{зад}$: 69% и 86% , соответственно. Это обусловлено заметной остаточной деформацией в разгруженных образцах ($3,2\%$ и $0,9\%$, соответственно), которая возвращается как проявление эффекта памяти формы при последующем их нагреве. Наблюдаемая при этом величина эффекта памяти формы также мала ($3,1\%$ и $\sim 0,8\%$, соответственно).

После прокатки с e от $0,20$ до $1,80$ величина $\gamma_{ЭПФ}$ составляет $5 - 6\%$, что является практически значимым. При этом предварительная деформация ($\gamma_{зад} \leq 10,0\%$) рабочих элементов с ЭПФ, изготовленных из этих материалов, может осуществляться при комнатной температуре, а степень формовосстановления при реализации однократного ЭПФ достигает 99% .

Выводы

Показано, что после тёплой (723 K) многопроходной прокатки в ручьевых вальцах образцов сплава $\text{Ti}_{49,2}\text{Ni}_{50,8}$ (ат. %) с e от $0,2$ до $1,8$, в процессе которой происходит переход от крупнозернистой структуры образцов к микрокристаллической и субмикрокристаллической температуры прямых и обратных мартенситных превращений не меняются.

Установлено, что образцы, полученные при тёплой многопроходной прокатке с величиной заданной пластической деформации e от $0,20$ до $1,80$, обладают эффектом памяти формы, величина которого достигает $5 - 6\%$, а их предварительную деформацию можно проводить при комнатной температуре без дополнительного переохлаждения. Отметим, что с увеличением деформации от $e = 0,2$ до $e = 1,8$ величина наблюдаемого эффекта сверхэластичности несколько увеличивается вследствие упрочнения образцов при изотермической (723 K) тёплой прокатке в ручьевых вальцах.

Работа поддержана РФФИ (проект №13-08-90421 Укр_ф_а) и Программой фундаментальных исследований РАН (проект III.23.2.2.).

Литература

1. Дударев Е.Ф., Бакач Г.П., Колобов Ю.Р., Иванов К.В., Лотков А.И., Гришков В.Н., Валиев Р.З., Иванов М.Б.

- Локализация мартенситной деформации на мезо- и макромасштабном уровнях в крупнозернистом и субмикрокристаллическом сплавах с памятью формы. Физическая мезомеханика, 2004, № 7, Спец. выпуск ч. 1, с. 127 – 130.
2. Прокофьев Е.А. Структура и свойства ультрамелкозернистых сплавов Ti – Ni, полученных интенсивной пластической деформацией. Вестник УГАТУ, 2006, т. 8, № 4, с. 169 – 171.
3. Лотков А.И., Гришков В.Н., Копылов В.И., Батулин А.А., Гирсова Н.В. Влияние интенсивной пластической деформации $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47,3}\text{Fe}_{2,7}$ на мартенситные превращения и эффект памяти формы. Перспективные материалы, 2007, Спец. выпуск Сентябрь 2007, ч. 2, с. 396 – 398.
4. Хмелевская И.Ю., Прокошкин С.Д., Добаткин С.В., Трубицына И.Б., Татянин Е.В., Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Браиловский В., Тюренн С. Характеристики обратимой деформации и реактивного напряжения сплавов системы TiNi с памятью формы после термомеханической обработки и интенсивной пластической деформации. Деформация и разрушение материалов, 2007, № 2, с. 33 – 37.
5. Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Trubitsyna I.B., Belousov M.N., Dobatkin S.V., Tatyani E.V., Korotitskiy A.V., Brailovski V., Stolyarov V.V., Prokofiev E.A. 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 – 482, p. 119 – 122.
6. Пушкин В.Г., Лотков А.И., Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Дударев Е.Ф., Куранова Н.Н., Дюпин А.П., Гундеров Д.В., Бакач Г.П. О природе аномально высокой пластичности высокопрочных сплавов никелида титана с эффектами памяти формы. Исходная структура и механические свойства. Физика металлов и металловедение, 2008, т. 106, № 5, с. 537 – 547.
7. 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, Спец. выпуск, с. 95 – 98.
8. Лотков А.И., Гришков В.Н., Дударев Е.Ф., Гирсова Н.В., Табаченко А.Н. Формирование ультрамелкозернистого состояния, мартенситные превращения и неупругие свойства никелида титана после “abc”-прессования. Вопросы материаловедения, 2008, № 1, с. 161 – 165.
9. Лотков А.И., Гришков В.Н., Дударев Е.Ф., Коваль Ю.Н., Гирсова Н.В., Кашин О.А., Табаченко А.Н., Фирстов Г.С., Тимкин В.Н., Жапова Д.Ю. Ультрамелкозернистая структура и мартенситные превращения в никелиде титана после теплового abc-прессования. Перспективные материалы, 2011, № 3, с. 98 – 107.
10. Лотков А.И., Гришков В.Н., Кашин О.А., Батулин А.А., Жапова Д.Ю., Гирсова Н.В., Тимкин В.Н., Круковский К.В., Братчиков А.Д. Формирование ультрамелкозернистой структуры никелида титана при ступенчатом понижении температуры тёплой многопроходной прокатки.

Перспективные материалы, 2011, Спец. выпуск № 13, с. 931 – 938.

11. Лотков А.И., Кашин О.А., Гришков В.Н., Круковский К.В., Жапова Д.Ю., Смоляженко Ю.В. Влияние теплой прокатки на закономерности деформации и разрушения при растяжении сплава на основе никелида титана. Перспективные материалы, 2011, Спец. выпуск № 13, с. 401 – 409.
12. Гришков В.Н., Лотков А.И., Дударев Е.Ф., Кудинова Е.Д., Иванов К.В., Малеткина Т.Ю., Иванов Ю.Ф. Мартенситные превращения в наноструктурных сплавах на основе никелида титана, полученных интенсивной деформацией прокаткой. Физическая мезомеханика, 2004, т. 7, Спец. выпуск ч. 2, с. 26 – 29.
13. Прокошкин С.Д., Браилowski В., Хмелевская И.Ю., Добаткин С.В., Инаекян К.Э., Турилина В.Ю., Демерс В., Татьяна Е.В. Создание субструктуры и наноструктуры при термомеханической обработке и управление функциональными свойствами Ti – Ni-сплавов с эффектом запоминания формы. Металловедение и термическая обработка металлов, 2005, № 5, с. 24 – 29.
14. Прокошкин С.Д., Браилowski В., Хмелевская И.Ю., Добаткин С.В., Инаекян К.Э., Демерс В., Бастараш Е., Татьяна Е.В. Формирование нанокристаллической структуры при интенсивной пластической деформации прокаткой и отжиге и повышение комплекса функциональных свойств сплавов Ti – Ni. Известия РАН. Серия физическая, 2006, т. 70, № 9, с. 1344 – 1348.
15. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Inaekyan K.E., Demers V., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Tatyaniin E.V. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti – Ni shape memory alloys. Materials Science and Engineering A, 2008, v. 481 – 482, pp. 114 – 118.
16. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Чернавина А.А., Перевощикова Н.Н. Исследование влияния термомеханических условий наведения и структуры на эффекты памяти формы в сплаве Ti – Ni. Металловедение, 2010, № 1, с. 2 – 9.
17. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Чернавина А.А. Особенности реализации anomalно высоких эффектов памяти формы в термомеханически обработанных сплавах Ti – Ni. Металловедение, 2012, № 11, с. 23 – 30.
18. Куранова Н.Н., Гундеров Д.В., Уксусников А.Н., Лукьянов А.В., Юрченко Л.И., Прокофьев Е.А., Пушин В.Г., Валиев Р.З. Влияние термообработки на структурные и фазовые превращения и механические свойства сплава TiNi, подвергнутого интенсивной пластической деформацией кручением. Физика металлов и металловедение, 2009, т. 108, № 6, с. 589 – 601.
19. Куранова Н.Н., Пушин В.Г., Уксусников А.Н., Юрченко Л.И., Гундеров Д.В., Валиев Р.З. Влияние интенсивной пластической деформации на фазовые и структурные превращения и механические свойства метастабильных аустенитных сплавов системы Ti – Ni. Деформация и разрушение материалов, 2009, № 1, с. 16 – 20.
20. Шутилин Ю.Ф. Обратный крутильный маятник, Патент СССР 978005, опубл. 30.11.82.

References

1. Dudarev Ye.F., Bakach G.P., Kolobov Yu.R., Ivanov K.V., Lotkov A.I., Grishkov V.N., Valiyev R.Z., Ivanov M.B. Lokalizatsiya martensitnoy deformatsii na mezo- i makromasshtabnom urovnyakh v krupnozernistom i submikrokristallicheskom splavakh s pamyatyu formy [Localization of martensitic deformation on meso- and macroscale levels in large grain and sub-micro grain alloys with shape memory]. *Fizicheskaya mezomekhanika — Physical mesomechanics*, 2004, no. 7, spec. issue 1, pp.127 – 130.
2. Prokof'ev Ye.A. Struktura i svoystva ultramelkozer-nistykh splavov Ti-Ni, poluchennykh intensivnoy plasticheskoy deformatsiyey [Structure and properties of ultra-low grain Ti-Ni alloy obtained by severe plastic deformation]. *Vestnik UGATU — Ufa State aviation technical university*, 2006, vol. 8, no. 4, pp. 169 – 171.
3. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Kopylov V.I., Baturin A.A., Girsova N.V. Vliyaniye intensivnoy plasticheskoy deformatsii $Ti_{50}Ni_{47.3}Fe_{2.7}$ na martensitnyye prevrashcheniya i effekt pamyati formy [Effect of severe plastic deformation of $Ti_{50}Ni_{47.3}Fe_{2.7}$ on martensitic transformation and shape memory effect]. *Perspektivnye materialy — Advanced materials (in Rus)*, 2007, Special issue September 2007, part 2, pp. 396 – 398.
4. Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Dobatkin S.V., Trubitsyna I.B., Tatyaniin E.V., Stolyarov V.V., Prokofyev Ye.A., Brailovski V., Tyurenn S. Kharakteristiki obratimoy deformatsii i reaktivnogo napryazheniya splavov sistmy TiNi s pamyat'yu formy posle termomechanicheskoy obrabotki i intensivnoy plasticheskoy deformatsii [Features reversible deformation and stress reactive alloys of TiNi shape memory after thermomechanical treatment and severe plastic deformation]. *Deformatsiya i razrusheniye materialov — Deformation and fracture of materials (in Rus)*, 2007, no. 2, pp. 33 – 37.
5. Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Trubitsyna I.B., Belousov M.N., Dobatkin S.V., Tatyaniin E.V., Korotitskiy A.V., Brailovski V., Stolyarov V.V., Prokofiev E.A. Structure and properties of Ti – Ni-based alloys after equal-channel angular pressing and high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 481 – 482, pp. 119 – 122.
6. Pushin V.G., Lotkov A.I., Kolobov Yu.R., Valiyev R.Z., Dudarev Ye.F., Kuranova N.N., Dyupin A.P., Gunderov D.V., Bakach G.P. O prirode anomal'no vysokoy plastichnosti vysokoprochnykh splavov nikelida titana s effektami pamyati formy. Iskhodnaya struktura i mekhanicheskiye svoystva [On the nature of the anomalously high ductility of high-strength alloys, nickel-titanium shape memory effect. The initial structure and mechanical properties]. *Fizika metallov i metallovedeniye — Physics of metals and metallography (in Rus)*, 2008, v. 106, no. 5, pp. 537 – 547.
7. Grishkov V.N., Lotkov A.I., Dudarev Ye. F., Girsova N.V., Tabachenko A.A. Vliyaniye temperatury intensivnoy plasticheskoy deformatsii na mikrostrukturu i martensitnyye prevrashcheniya v nikelide titana [Effect of severe plastic deformation on microstructure and martensitic

- transformations in titanium nickelide]. *Fizicheskaya mezomekhanika — Physical mesomechanics*, 2006, vol. 9, spec. issue, pp. 95 – 98.
8. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Dudarev Ye.F., Girsova N.V., Tabachenko A.N. Formirovaniye ul'tramelkozernistogo sostoyaniya, martensitnyye prevrashcheniya i neuprugiyey svoystva nikelida titana posle "abc"-pressovaniya [Formation of ultrafine state, martensitic transformation and inelastic properties of after "abc"-pressing]. *Voprosy materialovedeniya — Problems of materials science*, 2008, no. 1, pp. 161 – 165.
 9. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Dudarev Ye.F., Koval' Yu.N., Girsova N.V., Kashin O.A., Tabachenko A.N., Firstov G.S., Timkin V.N., Zhapova D.Yu. Ul'tramelkozernistaya struktura i martensitnyye prevrashcheniya v nikelide titana posle teplogo abc"-pressovaniya [Ultrafine structure and martensitic transformations in titanium nickelide after a warm abc"-pressing]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials (in Rus)*, 2011, no. 3, pp. 98 – 107.
 10. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Kashin O.A., Baturin A.A., Zhapova D.Yu., Girsova N.V., Timkin V.N., Krukovskiy K.V., Bratchikov A.D. Formirovaniye ul'tramelkozernistoy struktury nikelida titana pri stupenchatom ponizhenii temperatury teploy mnogoprokhodnoy prokatki [Formation of ultrafine-grained structure of titanium nickelide with stepwise decreasing temperature multipass warm rolling]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials (in Rus)*, 2011, no. 13, pp. 931 – 938.
 11. Lotkov A.I., Kashin O.A., Grishkov V.N., Krukovskiy K.V., Zhapova D.Yu., Smolyazhenko Yu.V. Vliyaniye teploy prokatki na zakonmernosti deformatsii i razrusheniya pri rastyazhenii splava na osnove nikelida titana [Effect of warm rolling on the patterns of deformation and fracture tensile alloy titanium nickelide]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials (in Rus)*, 2011, no. 13, pp. 401 – 409.
 12. Grishkov V.N., Lotkov A.I., Dudarev Ye.F., Kudinova Ye.D., Ivanov K.V., Maletkina T.Yu., Ivanov Yu.F. Martensitnyye prevrashcheniya v nanostrukturnykh splavakh na osnove nikelida titana, poluchennykh intensivnoy deformatsiyey prokatkoy [Martensitic transformations in nanostructured alloys based on titanium nickelide produced by severe deformation of rolling]. *Fizicheskaya mezomekhanika — Physical mesomechanics*, 2004, no.7, spec. issue 2, pp. 26 – 29.
 13. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Inayekyan K.E., Turilina V.Yu., Demers V., Tat'yanin Ye.V. Sozdaniye substrukturny i nanostrukturny pri termomekhanicheskoy obrabotke i upravleniye funktsional'nymi svoystvami Ti-Ni-splavov s efektom zapominaniya formy [Creation of substructure and nanostructures by thermomechanical processing and control functional properties Ti – Ni-alloys with shape memory effect]. *Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov — Metallurgy and heat treatment of metals*, 2005, no. 5, pp. 24 – 29.
 14. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Inayekyan K.E., Demers V., Bastarash Ye., Tat'yanin Ye.V. Formirovaniye nanokristallicheskoy struktury pri intensivnoy plasticheskoy deformatsii prokatkoy i otzhige i povysheniye kompleksa funktsional'nykh svoystv splavov [The formation of a nanocrystalline structure with severe plastic deformation by rolling and annealing and improving the functional properties of complex Ti – Ni alloy] *Izvestiya RAN. Seriya fizicheskaya — Proceedings of the RAS. A series of physical*, 2006, vol. 70, no. 9, pp. 1344 – 1348.
 15. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Inayekyan K.E., Demers V., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Tatyannin E.V. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti – Ni shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 481 – 482, pp. 114 – 118.
 16. Rykлина Ye.P., Prokoshkin S.D., Chernavina A.A., Perevoshchikova N.N. Issledovaniye vliyaniya termomekhanicheskikh usloviy navedeniya i struktury na efekty pamyati formy v splave Ti – Ni [Investigation of the influence of thermomechanical conditions of guidance and structure to the shape memory effect in the Ti – Ni alloy]. *Materialovedeniye — Materials Science (in Rus)*, 2010, no. 1, pp. 2 – 9.
 17. Rykлина Ye.P., Prokoshkin S.D., Chernavina A.A. Osobennosti realizatsii anomal'no vysokikh effektov pamyati formy v termomekhanicheski obrabotannykh splavakh Ti – Ni [Features of realization of abnormally high shape memory effect in the thermomechanically treated Ti – Ni alloy]. *Materialovedeniye — Materials Science (in Rus)*, 2012, no. 11, pp. 23 – 30.
 18. Kuranova N.N., Gunderov D.V., Uksusnikov A.N., Kuk'yanov A.V., Yurchenko L.I., Prokof'yev Ye.A., Pushin V.G., Valiyev R.Z. Vliyaniye termoobranotki na strukturnyye i fazovyye prevrashcheniya i mekhanicheskiye svoystva TiNi, podvergnutogo intensivnoy plasticheskoy deformatsiyey krucheniym [Effect of heat treatment on the structural and phase transformations and mechanical properties of the TiNi alloy, subjected to severe plastic deformation by torsion]. *Fizika metallov i metallovedeniye — Physics of metals and metallography*, 2009, vol. 108, no. 6, pp. 589 – 601.
 19. Kuranova N.N., Pushin V.G., Uksusnikov A.N., Yurchenko L.I., Gunderov D.V., Valiyev R.Z. Vliyaniye intensivnoy plasticheskoy deformatsii na fazovyye i strukturnyye prevrashcheniya i mekhanicheskiye svoystva metastabil'nykh austenitnykh splavov sistemy Ti – Ni [Influence of severe plastic deformation on the phase and structural transformations and mechanical properties of metastable austenitic alloys of the Ti – Ni system]. *Deformatsiya i razrusheniye materialov — Deformation and fracture of materials (in Rus)*, 2009, no. 1, pp. 16 – 20.
 20. Shutilin Yu.F. Obratnyy krutil'nyy mayatnik [Reverse torsion pendulum]. Patent SSSR 978005, publ. 30.11.82.

Статья поступила в редакцию 30.12.2014 г.

Лотков Александр Иванович — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (ИФПМ СО РАН) (634021, Россия, Томская обл., г. Томск, пр. Академический, 2/4), доктор физико-математических наук, Заместитель директора по научной работе, специалист в области физики фазовых превращений, металловедения сплавов с эффектом памяти формы, наноструктурного материаловедения, физики поверхности и тонких пленок. E-mail: lotkov@ispms.tsc.ru.

Коваль Юрий Николаевич — Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины (Украина, 03680 ГСП, Киев, бульвар Академика Вернадского, 36), член-корреспондент НАН Украины, заведующий отделом, специалист в области фазовых превращений, материаловедения сплавов с эффектом памяти формы, физики пластичности и прочности твердых тел, термоэлектрических явлений. E-mail: koval@imp.kiev.ua.

Гришков Виктор Николаевич — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (634021, Россия, Томская обл., г. Томск, пр. Академический, 2/4), кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, специалист в области фазовых превращений в металлах и сплавах, металловедения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: grish@ispms.tsc.ru.

Жапова Доржима Юрьевна — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (634021, Россия, Томская обл., г. Томск, пр. Академический, 2/4), кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник, специалист в области металловедения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: dorzh@ispms.tsc.ru.

Тимкин Виктор Николаевич — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (634021, Россия, Томская обл., г. Томск, пр. Академический, 2/4), кандидат технических наук, младший научный сотрудник, специалист в области металловедения и термической обработки металлов и сплавов, металловедения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: timk@ispms.tsc.ru.

Фирстов Георгий Сергеевич — Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины (Украина, 03680 ГСП, Киев, бульвар Академика Вернадского, 36), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, специалист в области фазовых превращений в металлах и сплавах, материаловедении сплавов с эффектом памяти формы, структуры твердых тел. E-mail: gfirst@imp.kiev.ua.

Effect of deformation by warm rolling on martensitic transformation temperature and superelasticity and shape memory $\text{Ti}_{49.2}\text{Ni}_{50.8}$ at.% alloy

**A. I. Lotkov, Yu. N. Koval, V. N. Grishkov, D. Yu. Zhapova,
V. N. Timkin, G. S. Firstov**

The experimental results about the effect of the warm isothermal (723 K) caliber rolling on the grain structure, martensitic transformation temperatures and inelastic properties of $\text{Ti}_{49.2}\text{Ni}_{50.8}$ (at. %) alloy are presented. The transformation from initial coarse grain structure to micro- and submicrocrystalline structure of samples had been observed with increasing of true strain to 1.8. The inelastic properties (superelasticity and shape memory) are studied under torsion. The superelasticity (including the elastic deformation) had been determined in isothermal (295 K) "loading-unloading" cycles. The shape memory had been found as the recovery of inelastic deformation under heating of unloaded samples. The accumulated plastic deformation equals to the residual strain after the finish of shape recovery under heating. The total inelastic deformation under torsion reaches 8.5 – 9.5 % (99 % of the shape recovery) included 5 – 6 % of the shape memory effect and 3 – 4 % of the superelasticity.

Key words: TiNi-based alloys, warm multipass caliber rolling, martensitic transformation, shape memory effect, superelasticity.

Lotkov Aleksander — Institute of strength physics and materials science of Siberian branch Russian Academy of Science (ISPMS SD RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia), Dr Sci (Phys Math), professor, Deputy director. E-mail: lotkov@ispms.tsc.ru.

Koval Yuri — G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics NAS of Ukraine (36 Academician Vernadsky Boulevard, UA-03680 Kyiv-142, Ukraine), corresponding member of the NAS of Ukraine, professor, head of Department of Phase transformations. E-mail: koval@imp.kiev.ua.

Grishkov Victor — Institute of strength physics and materials science of Siberian branch Russian Academy of Science (ISPMS SD RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia), Ph D (Phys Math), leading researcher. E-mail: grish@ispms.tsc.ru.

Zhapova Dorzhima — Institute of strength physics and materials science of Siberian branch Russian Academy of Science (ISPMS SD RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia), Ph D (Phys Math), junior researcher. E-mail: dorzh@ispms.tsc.ru.

Timkin Victor — Institute of strength physics and materials science of Siberian branch Russian Academy of Science (ISPMS SD RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia), Ph D (Eng), research scientist. E-mail: timk@ispms.tsc.ru.

Firstov Georgiy — G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics NAS of Ukraine (36 Academician Vernadsky Boulevard, UA-03680 Kyiv-142, Ukraine), Ph D (Phys Math), senior researcher. E-mail: gfirst@imp.kiev.ua.