

# Ультрамелкозернистая структура и мартенситные превращения в никелиде титана после теплого abc-прессования

А. И. Лотков, В. Н. Гришков, Е. Ф. Дударев, Ю. Н. Коваль,  
Н. В. Гирсова, О. А. Кашин, А. Н. Табаченко,  
Г. С. Фирстов, В. Н. Тимкин, Д. Ю. Жапова

---

Исследованы закономерности формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в двойном сплаве на основе никелида титана при ступенчатом теплом (673 – 573 K) abc-прессовании. Установлено, что в результате прессования возникает микроструктура смешанного типа на основе субмикроструктурной (СМК) и нанозернистой составляющих, причем последняя наблюдается в основном в микрополосах локализации деформации. Изучено изменение фазового состава никелида титана при 295 K после abc-прессования.

**Ключевые слова:** никелид титана, теплое abc-прессование, ультрамелкозернистая структура, микрополосы локализации деформации, фазовый состав, мартенситные превращения.

---

The regularities of the ultra-fine grained structure formation in the binary TiNi-based alloy at the warm abc-pressing are presented. The appearance of the mixed type microstructure based on the submicrocrystalline and nanograined components was established. The preferential formation of nanograins inside the volumes of microbands of localized deformation was observed. The phase composition and martensitic transformations in the samples produced by the warm abc-pressing had been studied.

**Key words:** nickelide titanium, warm abc-pressing, ultra-fine grained structure, microbands of localized deformation, phase composition, martensitic transformations.

---

## Введение

Актуальным направлением современного физического материаловедения является установление закономерностей и механизмов фрагментации зеренной структуры в металлах и сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации (ИПД) и влияние этой фрагментации на физико-механические свойства и структурно-фазовые состояния материалов [1 – 10]. Формирование УМЗ-структуры в металлах и сплавах приводит, как правило, к повышению их прочностных свойств. В этом отношении особый интерес представляют сплавы на основе никелида титана со сдвигоустойчивой B2-фазой, испытывающие термоупругие мартенситные превращения (МП) в ромбоэдрическую R- или

моноклинную B19'-фазы и обладающие известными неупругими свойствами: эффектом памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности [11, 12]. Для более эффективного использования функциональных свойств этих материалов необходимо повышение их пределов текучести и прочности. Анализ имеющихся результатов исследований показал, что ресурс повышения прочностных свойств сплавов на основе TiNi традиционными методами легирования и термомеханических обработок в значительной степени исчерпан. Это стимулировало применение методов ИПД для получения этих сплавов с СМК и/или нанокристаллической (НК) структурами. Исследования образцов сплавов на основе TiNi с СМК- и/или НК-структурами в виде тонких дисков и лент, полученных в камере Бриджмена [13], холодной

прокаткой [14, 15] и кристаллизацией из аморфного состояния [16], показали, что эти материалы имеют повышенные прочностные свойства ( $\sigma_B$  достигает 1,2 – 1,4 ГПа по сравнению с 0,8 – 1 ГПа в крупнозернистых образцах) при ресурсе пластичности 20 – 25%.

Методом равноканального углового (РКУ) прессования (угол между каналами  $110^\circ$ ) при 623 – 723 К получены полуфабрикаты (объем до 30 см<sup>3</sup>) двойных сплавов (50,2 и 50,6 ат.% Ni) с СМК-структурой, в которой минимальные достигнутые размеры зеренно-субзеренных фрагментов составили 280 – 300 нм [17]. В работе [18] в процессе РКУ-прессования при 723 К с углом между каналами  $90^\circ$  в сплаве  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47,3}\text{Fe}_{2,7}$  (ат.%) получена УМЗ-структура на основе СМК- и НК-составляющих (размеры зеренно-субзерен составили до 300 и 20 – 100 нм, соответственно). Накопление больших пластических деформаций при сохранении формы крупноразмерных заготовок реализуется методом абс-прессования при их последовательной циклической осадке в трех ортогональных пространственных направлениях. Изменение направления деформирования на  $90^\circ$  при последовательных актах осадки обуславливает развитие немонотонной деформации, при которой происходит эффективное измельчение зеренной структуры материалов [3, 18 – 20]. Цель данной работы — исследование закономерностей формирования УМЗ-структуры в никелиде титана при теплом абс-прессовании и изучение влияния перехода от крупнозернистой структуры сплава к УМЗ на последовательность и температуры мартенситных превращений.

### Материалы и методы исследований

Для исследований был выбран сплав  $\text{Ti}_{49,8}\text{Ni}_{50,2}$  (ат.%), поставляемый промышленным центром “МАТЭКС” (г. Москва). В составе сплава присутствует 5 – 7 об.% фазы со структурой типа  $\text{Ti}_2\text{Ni}$ , образование которой обусловлено наличием примесей внедрения в исходных компонентах (в основном  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  и С). В интервале температур прямого МП от  $M_H = 333$  К до  $M_K = 306$  К в крупнозернистых образцах сплава реализуется МП  $B2 \rightarrow B19'$  и при  $T \leq 300$  К образцы имеют моноклинную структуру  $B19'$ . Обратное МП  $B19' \rightarrow B2$  при нагреве образцов протекает в интервале температур от 340 К ( $A_H$ ) до 355 К ( $A_K$ ).

Экспериментальные образцы имели форму куба объемом  $\sim 20$  см<sup>3</sup>. Для повышения однородности формирующейся микроструктуры абс-прессование проводили в закрытом инструменте. При этом пластическое течение материала в каждом акте осадки

реализовывалось только в одном направлении (ортогональном направлению деформирования). Скорость деформирования составляла 0,16 – 0,18 с<sup>-1</sup>. Понижение температуры образцов в конце каждого акта осадки не превышало  $10^\circ$ . Истинную деформацию образцов  $\epsilon_i$  оценивали по формуле:

$$\epsilon_i = \ln(H_{0i} / H_i), \quad (1)$$

где  $H_{0i}$  и  $H_i$  — начальная и конечная высота образца в каждом акте осадки.

Суммарная пластическая деформация, накапливаемая при каждой температуре прессования  $T_{abc}$ , равна сумме  $\epsilon_i(T_{abc})$ :

$$\epsilon_i(T_{abc}) = \sum_i \epsilon_i. \quad (2)$$

При ступенчатом режиме изменения температуры прессования общая деформация  $e$ , соответствует сумме  $\epsilon_i(T_{abc})$ :

$$e = \sum_i \epsilon_i(T_{abc}). \quad (3)$$

Исследования микроструктуры и фазового состава образцов после абс-прессования проводили методами электронной микроскопии (ЭМ-125К) и рентгеновской дифрактометрии (ДРОН-3М, ДРОН-7). Температуры и последовательности МП определяли по температурным зависимостям электросопротивления, интегральных и пиковых рентгеновских отражений фаз  $B19'$ , R и B2.

Температурно-деформационный режим прессования представлен в таблице и акцентирован на теплом абс-прессовании при температурах 673 – 623 – 573 К ( $0,36 T_{пл} < T_{abc} < 0,46 T_{пл}$ ). Для данного температурного интервала характерна замедленная атомная диффузия и низкая подвижность границ зерен. При каждой  $T_{abc}$  проводили два полных цикла абс-прессования, и после конечного деформирования при 573 К общая истинная деформация образцов составляла  $e = 7,7$ . В процессе прессования нарушения сплошности образцов (возникновение микротрещин или сколов) не наблюдали. Только после деформирования при 573 К (первая осадка цикла 3 после двух полных абс-циклов) на ребрах образцов зафиксированы микротрещины, что определило завершение прессования по данному режиму.

Температурно-деформационный режим абс-прессования включал предварительное деформирование образцов ( $\epsilon_i = 2,2$ ) при 873 К с целью уменьшения асимметрии зерен и формирования более однородного их распределения по размерам относительно грубозернистой микроструктуры образцов из прутков, полученных ротационной ковкой при 1173 К (состояние поставки из ЗАО “МАТЭКС”).

Таблица

Температурно-деформационный режим абс-прессования никелида титана

Температура деформирования, $T_{abc}$ , К	Тип деформации*	Истинная деформация, накопленная за циклы осадки при $T_{abc}$ , $\epsilon_f(T_{abc})$	Суммарная истинная деформация, накопленная при ступенчатом абс-прессовании
873	2abc	2,2	2,2
673	2abc	2,0	4,2
623	2abc	2,0	6,2
573	2abc + 1a	1,5	7,7

Примечание: \*Цифрой указано количество полных циклов осадки вдоль каждого из трех ортогональных пространственных направлений (a, b, c) и единичная осадка вдоль оси "a".

Для этих прутков характерна неоднородная микроструктура, в которой велика доля неравноосных зерен с размером 20 – 70 мкм. Коэффициент неравноосности достигает 3, но при этом встречаются вытянутые зерна, максимальный размер которых достигает 100 – 150 мкм. После абс-прессования при 873 К образцы имели крупнозернистую микроструктуру с размерами зерен от 10 до 40 мкм преимущественно квазиравноосной формы. Наблюдали и вытянутые зерна с коэффициентом неравноосности не более 3. После охлаждения от 873 до 293 К образцы имели однофазную структуру мартенситной фазы В19', как и до абс-прессования при 873 К.

### Результаты и их обсуждение

Типичная микроструктура образцов никелида титана с фрагментами зерен и субзерен в основном субмикронного масштаба после деформирования при 673 К представлена на рис. 1. Видно, что микроструктура подобных СМК-областей неоднородна. В её составе присутствуют широкие (не менее 2,5 мкм) микрополосы локализованной деформации (МПЛД) с квазирегулярным распределением двойников деформации в виде тонкой полосчатой структуры (характерная ширина 150 – 250 нм). Кристаллические решетки фрагментов структуры соседних МПЛД имеют высокоугловые разориентации (более 17°). Внутри микрообъемов этих МПЛД наблюдаются фрагменты размером 200 – 500 нм (рис. 1б) как с высоко-, так и с малоугловыми разориентациями кристаллических решеток относительно друг друга. В левой части на рис. 1а отчетливо видно дробление двойников при их пересечении вторичной МПЛД, ориентированной под углом ~ 135° к направлению МПЛД, содержащей деформационные двойники. Между микрополосами, содержащими двойники деформации, располагается область шириной ~ 2 мкм с неравноосными зернами, максимальный размер которых 100 – 700 нм. Иногда в микрообъемах подобных полос встречаются зерна размером 1 – 1,5 мкм.

Фрагменты микроструктуры областей, подобных приведенным на рис. 1, имеют высокую плотность дислокаций, и в них встречаются контуры экстинкции, что указывает на наличие значительных внутренних напряжений. В составе этих областей присутствует мартенситная фаза В19' и появляется В2-фаза (и/или R-фаза).

Кроме рассмотренных мезомасштабных областей с преимущественно СМК-структурой, в образцах, прокованных при 673 К, присутствуют области

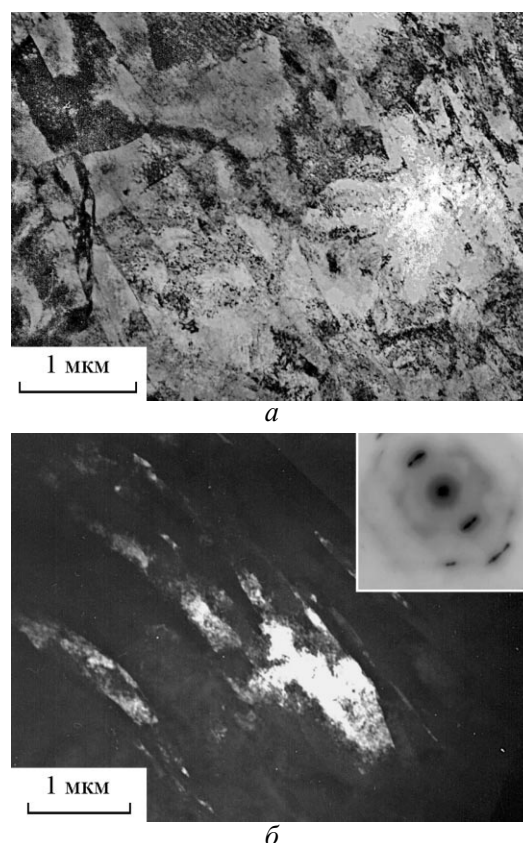


Рис. 1. Электронномикроскопическое изображение зерно-субзеренной микроструктуры образца после деформирования при 673 К: а – светлое поле; б – темное поле (рефлекс типа (110)В2) и микро-электронограмма.

другого типа — со значительно более дисперсной структурой (рис. 2). На рис. 2а и 2б отчетливо видно, что эти области имеют форму МПЛД, оконтуривающих более масштабные фрагменты микроструктуры деформированных образцов. Ширина этих полос не превосходит  $\sim 2$  мкм. Микродифракционные картины, полученные от этих областей, имеют кольцевой вид с высокой плотностью рефлексов, распределенных приблизительно равномерно вдоль дебаевских колец (рис. 2а). По размерам зерен, морфологии их микроструктуры и фазовому составу эти области можно разделить на две группы. К первой относятся равноосные зерна с поперечным размером от 20 до 150 нм. Эти зерна имеют В2-структуру высокотемпературной фазы. Ко второй — более крупные зерна размером от 150 до 300 нм с неправильной либо вытянутой формой, внутри которых отчетливо видны хорошо разрешенные пластиноподобные домены мартенситной фазы В19' (рис. 2в и 2г).

Таким образом, в процессе абс-прессования образцов при 673 К в них формируется смешанная микроструктура, основу которой составляют СМК-

фрагменты размером 100 – 700 нм, микрообъемы с наноразмерными зернами и изредка встречаются мелкие зерна размером не более 1,5 мкм.

При понижении температуры абс-прессования образцов до 623 К микрополосчатая структура сохраняется и при этом усиливается тенденция к уменьшению размеров фрагментов зеренно-субзеренной структуры. Ширина МПЛД уменьшается по сравнению с их шириной после абс-прессования при 673 К и не превышает 1 мкм. В составе СМК-областей присутствуют двойники деформации, поперечный размер которых не более 150 нм. Нанозерна (20 – 70 нм) со структурой В2-фазы при 295 К квазиравномерно распределены внутри МПЛД. Особенно мелкая фракция зеренно-субзеренной структуры выявлена внутри микрообъемов на пересечениях МПЛД.

В целом, при понижении температуры абс-прессования от 673 до 573 К наблюдается тенденция к снижению интервала размеров фрагментов зеренно-субзеренной микроструктуры от максимального до минимального значений при каждой данной темпера-

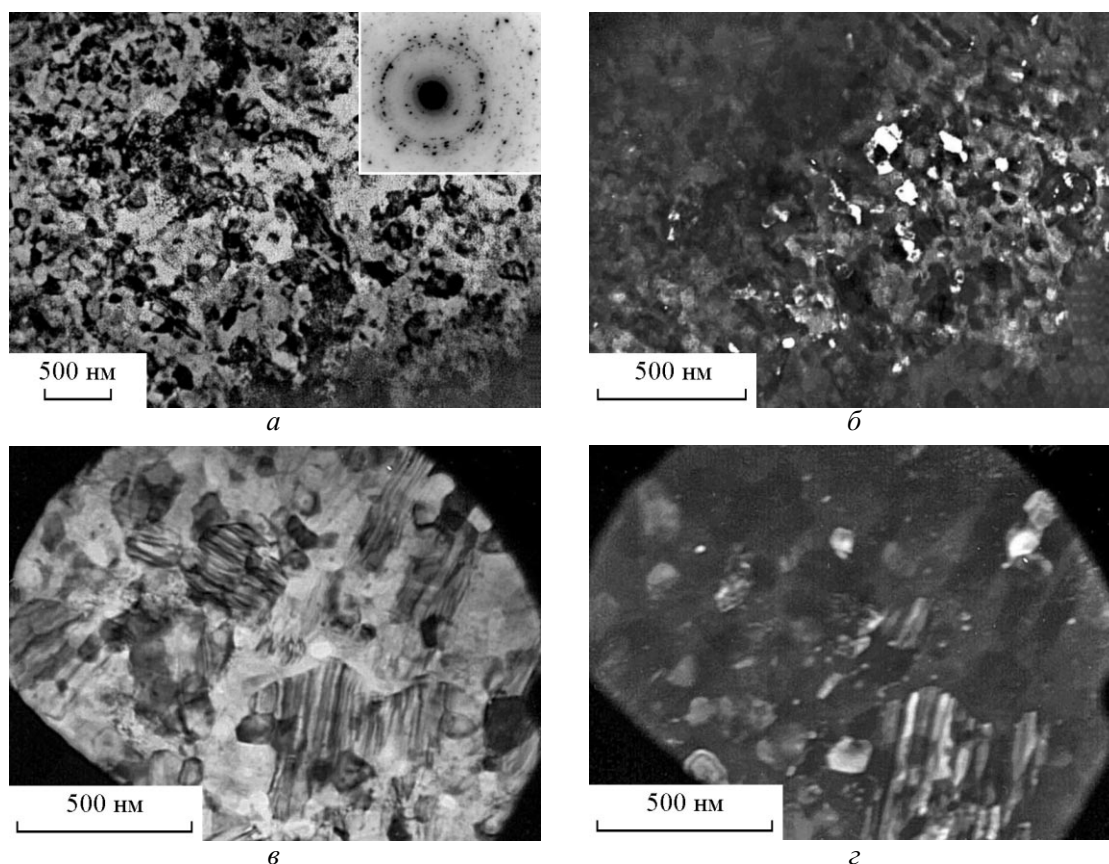


Рис. 2. Электронномикроскопическое изображение микроструктуры областей с наиболее мелкими фрагментами зеренно-субзеренной структуры образцов, деформированных при 673 К: а, в — светлое поле; б, г — темное поле (рефлекс типа (110)В2).

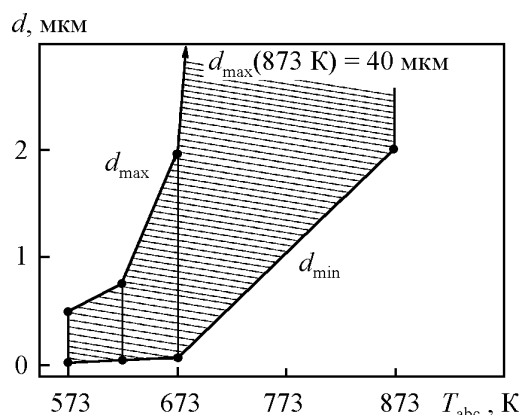


Рис. 3. Эволюция максимального ( $d_{\max}$ ) и минимального ( $d_{\min}$ ) размеров фрагментов зеренно-субзеренной структуры в образцах никелида титана (50,2 ат.% Ni) в зависимости от температуры абс-прессования с фиксированной деформацией ( $\epsilon = 2$ ) при указанных  $T_{\text{abc}}$  и, соответственно, увеличении суммарной деформации при понижении  $T_{\text{abc}}$  от 873 К до 573 К.

туре, что видно из диаграммы на рис. 3. При  $T < 673$  К эффективно уменьшается максимальный размер фрагментов структуры (исчезают зерна размером

более 1 мкм), а минимальный размер зерен уменьшается от 100 до 20 нм.

Максимальное измельчение зеренно-субзеренной структуры образцов сплава достигнуто после абс-прессования при 573 К с  $\epsilon = 7,7$  (рис. 4). В то же время субмикронные элементы структуры сохраняют неоднородное строение. Основу микроструктуры образцов после абс-прессования при 573 К составляет СМК-фракция с размерами фрагментов менее 500 нм (рис. 4а и 4б). Анализ микроэлектроннограмм показал, что в этих фрагментах микроструктуры так же, как и после абс-прессования при 623 К, наблюдается интенсивное двойникование В2-фазы. На темнопольных изображениях проявляется полосчатая микроструктура сплава. Но при этом встречаются обширные области (их размер достигает 2–3 мкм), в составе которых присутствуют в основном нанозерна размером 20–50 нм (рис. 4в и 4г). Объемная доля нанофракции в образцах увеличивается после прессования при 573 К и достигает 30%.

Полученные экспериментальные данные об эволюции микроструктуры на разных этапах абс-прессования позволяют сделать следующее важное

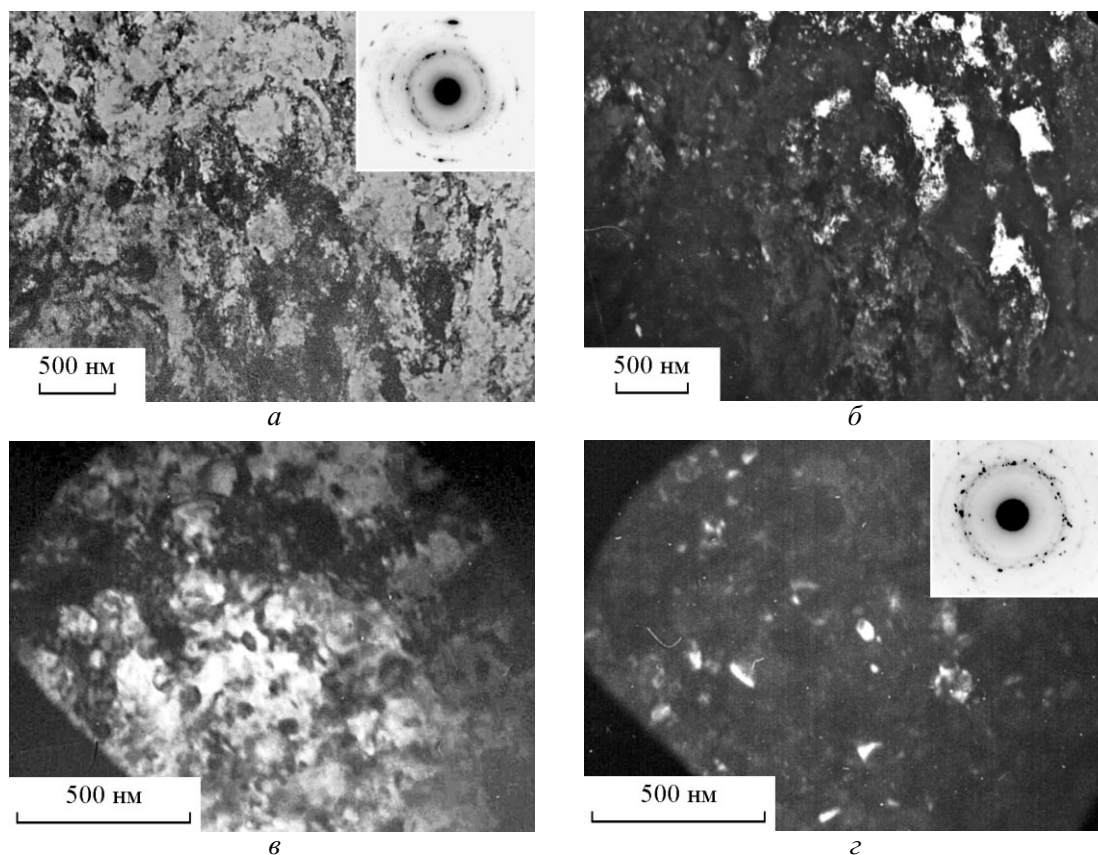


Рис. 4. Электронномикроскопические изображения микроструктуры образцов после абс-прессования при 573 К: а, в — световое поле; б, г — темное поле (рефлекс типа (110)В2). а, б — микрообъемы с преимущественно субмикрокристаллической структурой; в, г — микрообъемы с нанокристаллической структурой.

заклучение о закономерностях формирования УМЗ-структуры в образцах никелида титана. Образование СМК и наноструктурной фракций в процессе прессования является следствием одновременной реализации механизмов фрагментации микроструктуры никелида титана на разных масштабных уровнях и динамической рекристаллизации. На начальном этапе процесса абс-прессования при 673 К исходная крупнозернистая структура образцов сплава фрагментируется на мезомасштабном уровне развитием полос локализации деформации. В микрообъемах сплава с повышенным уровнем напряжений (внутри мезополос и особенно на их пересечениях) при этой температуре прессования наиболее вероятно развитие динамической рекристаллизации, приводящей к образованию преимущественно СМК-фракции с малой объемной долей нанозерен. Трансформация микроструктуры внутренних объемов мезомасштабных фрагментов развивается по дислокационным механизмам формирования зеренно-субзеренной структуры. При пониженных температурах абс-прессования (и, соответственно, при накоплении возрастающей величины деформации образцов) интенсивно протекает образование деформационных двойников в В2-фазе и параллельно с этим развивается микрофрагментация мезофрагментов, сформировавшихся на предшествующем этапе прессования (или вторичная микрофрагментация). Это происходит в результате увеличения плотности МПЛД на субмикронном масштабном уровне. Внутри МПЛД и в микрообъемах на их пересечениях, характеризующихся высоким уровнем концентрации напряжений, эффективно формируется наноструктурная фракция. Одновременно внутри микрофрагментов, ограниченных этими МПЛД, в результате реализации непрерывной динамической рекристаллизации нарастает разориентация субзерен вплоть до образования высокоугловых границ соседних фрагментов и появления субмикронных зерен с развитой нанофрагментацией внутри них. Эти закономерности определяют формирование микронеоднородной УМЗ-структуры образцов сплава (в том числе и на субмикронном уровне) на всех этапах абс-прессования.

В результате исследований выявлена корреляция фазового состава с размерами фрагментов зеренно-субзеренной структуры УМЗ-образцов никелида титана после абс-прессования. Крупнозернистые образцы сплава при 295 К, как уже отмечалось выше, имели структуру мартенситной фазы В19'. После абс-прессования при 673 и 623 К наиболее крупные зерна и фрагменты зеренно-субзеренной структуры размером > 500 нм при охлаждении образцов до 295 К

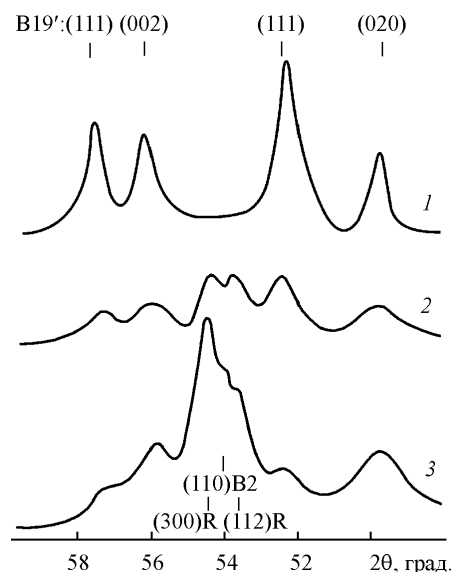


Рис. 5. Фрагменты дифрактограмм никелида титана, полученные при 295 К ( $\text{FeK}_\alpha$ -излучение): 1 — крупнозернистые образцы после закалки от 1073 К и после абс-прессования при 873 К; 2 — после деформирования при 673 К; 3 — после деформирования при  $T \leq 623$  К.

также имеют структуру мартенситной фазы В19'. Однако в микрообъемах деформированных образцов, содержащих СМК фракцию с размерами 100 – 500 нм, при 295 К наблюдаются области, содержащие В19' + R или В19' + В2-фазы. Причем объемная доля В2- или R-фаз явно увеличивается при приближении к нижней границе указанного интервала размеров СМК-фракции. Нанозерна имеют при 295 К структуру В2-фазы, хотя присутствие в наиболее крупных из них ромбоэдрической мартенситной R-фазы не исключено. Изменение фазового состава образцов никелида титана после деформирования при ступенчатом понижении температуры теплого абс-прессования подтверждено результатами рентгеноструктурных исследований фазового состава образцов никелида титана, проведенных при 295 К (рис. 5). При этом послековки при  $T_{\text{abc}} > 673$  К фазовый состав образцов при 295 К не изменяется: вид дифрактограммы подобен приведенной на рис. 5 дифрактограмме исходного крупнозернистого образца сплава, которая демонстрирует наличие мартенситной фазы В19'. После абс-прессования при 673 К структура образца становится двухфазной (R + В19'), а при понижении  $T_{\text{abc}}$  до 623 и 573 К наблюдается четко выраженное трехфазное состояние образцов при комнатной температуре. Очевидно, что все эти структурно-фазовые состояния являются неравновесными.

Формирование при 295 К полифазной структуры в образцах никелида титана на основе В2-, R- и

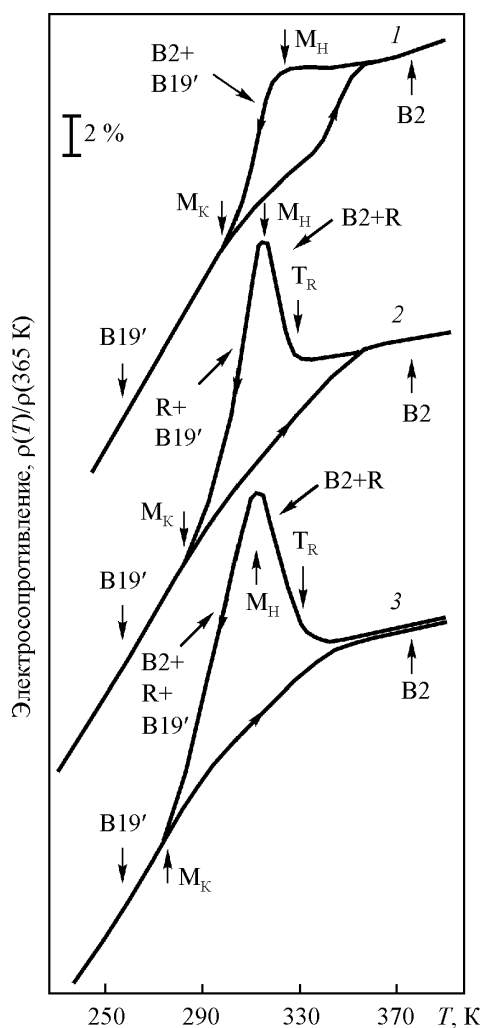


Рис. 6. Температурные зависимости электросопротивления в интервалах МП при охлаждении и нагреве образцов сплава  $\text{Ti}_{49.8}\text{Ni}_{50.2}$  после: 1 – закалки от 1073 К; 2 – деформирования при 873 К; 3 – деформирования при  $T \leq 623$  К.

$\text{B19'}$ -фаз после деформирования при  $T < 673$  К указывает как на понижение температуры начала и завершения формирования мартенситной фазы  $\text{B19'}$ , так и на изменение последовательности МП при охлаждении образцов после абс-прессования.

Рентгеноструктурные исследования структурно-фазового состояния и определение температур и последовательности МП в образцах после ихковки при  $873 \text{ K} \geq T \geq 573 \text{ K}$  (рис. 6 и 7), показали, что изменение фазового состава в этих образцах при 295 К обусловлено понижением  $M_H$  и изменением последовательности МП от  $\text{B2} \rightarrow \text{B19'}$  в исходных крупнозернистых образцах до  $\text{B2} \rightarrow \text{R} \rightarrow \text{B19'}$  и уширением интервала МП в мартенситную фазу  $\text{B19'}$  (интервал  $M_H - M_K$ , в котором электросопротивление

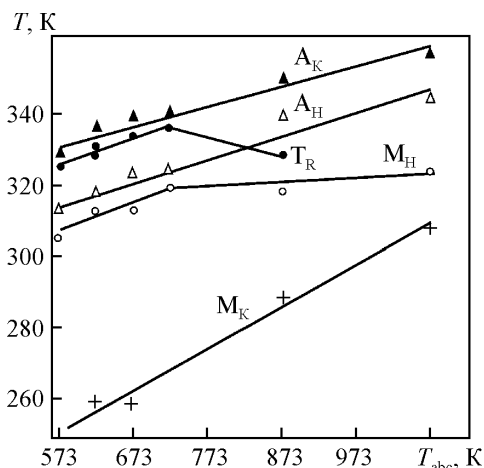


Рис. 7. Влияние температуры абс-прессования ( $T_{\text{abc}}$ ) на температуры МП в ромбоэдрическую R ( $T_R$ ) и моноклинную  $\text{B19'}$  ( $M_H$ ,  $M_K$ ,  $A_H$ ,  $A_K$ ) мартенситные фазы при охлаждении ( $T_R$ ,  $M_H$ ,  $M_K$ ) и нагреве ( $A_H$ ,  $A_K$ ) образцов сплава  $\text{Ti}_{49.8}\text{Ni}_{50.2}$  (ат.%).

уменьшается, в то время как формирование R-фазы ниже  $T_R$  обуславливает его увеличение) (рис. 6). Обнаружено, что понижение  $M_H$  и  $M_K$  тем заметнее, чем ниже температураковки. Понижение  $M_H$  в образцах, которые были подвергнуты ковке при  $T \leq 623 \text{ K}$ , может быть обусловлено упрочнением высокотемпературной  $\text{B2}$ -фазы вследствие пластической деформации, что, в свою очередь, привело к более высокому напряжению мартенситного сдвига и, следовательно, к необходимости дополнительного переохлаждения образца для реализации прямого МП. Во всех деформированных образцах обратное МП (при нагреве) реализуется в последовательности  $\text{B19'} \rightarrow \text{B19'} + \text{B2} \rightarrow \text{B2}$  (рис. 7).

Из рис. 7 следует, что после деформирования при 873 К температура завершения превращения в мартенситную фазу  $\text{B19'}$  —  $M_K$ , мало отличается от комнатной, и охлажденные образцы сохраняют фазовый состав, практически идентичный фазовому составу исходного образца. Понижение  $M_H$  и  $M_K$  при абс-прессовании тем значительнее, чем ниже температураковки, и достигает  $15^\circ$  и  $50^\circ$ , соответственно, после деформирования при 623 К. При этом даже в образце с УМЗ-структурой, состоящей из СМК и наноструктурной фракций, полученной прессованием при пониженных температурах (при  $T < 623 \text{ K}$ ), наблюдается высокая полнота превращения в фазу  $\text{B19'}$ : при  $T < M_K$  R- и  $\text{B2}$ -фазы методом рентгеновской дифрактометрии не обнаруживаются.

Высокая полнота превращения из  $\text{B2}$ -фазы в мартенситную фазу  $\text{B19'}$  при охлаждении УМЗ-образцов никелида титана с размером нанозерен

20 – 50 нм и их объемной долей ~ 30% означает, что критический размер  $d_{кр}$  фрагментов структуры (зерен и/или субзерен), при котором в них подавляется развитие мартенситных превращений при охлаждении не достигается после абс-прессования по данному температурно-деформационному режиму, и, соответственно,  $d_{кр} < 20$  нм.

В то же время следует отметить, что при анализе влияния размерного фактора, то есть величины зерен/субзерен, на фазовый состав фрагментов зеренно-субзеренной структуры деформированных образцов необходимо учитывать и роль внутренних напряжений, величина которых зависит от температуры абс-прессования, и которые тоже влияют на формирование мартенситных фаз. В частности, по данным просвечивающей электронной микроскопии после деформирования образцов никелида титана при 673 К фрагменты их субзеренной структуры с размером 150 – 300 нм, возникающие в полосах локализованной деформации, имеют при 295 К монофазную структуру В19', тогда как после абс-прессования при 623 К внутри подобных СМК-фрагментов с близкими размерами (100 – 200 нм) наблюдается монофазное В2- или двухфазное В2 + R-состояния. Это может быть обусловлено стабилизацией В2-фазы вследствие упрочнения образцов сплава при повышении плотности дефектов атомно-кристаллической структуры в зёрнах/субзёрнах образцов, подвергнутых ковке при более низкой температуре. В частности, известно [21, 22], что гидростатическое давление понижает температуры формирования мартенситной фазы В19', и, следовательно, в нашем случае эта составляющая давления может стабилизировать внутри фрагментов микроструктуры фазы R или В2, либо двухфазное состояние R + В2.

Следует обратить внимание на то, что высокая полнота МП из В2-фазы в фазу В19' при охлаждении образцов с УМЗ-структурой, полученной абс-прессованием, и сравнительно небольшое изменение температур МП в них являются факторами, обеспечивающими проявление ЭПФ в образцах никелида титана, практически в тех же самых температурных интервалах, где проявляют ЭПФ крупнозернистые образцы сплава. Это важное обстоятельство позволяет использовать методы ИПД для повышения прочностных характеристик сплавов на основе никелида титана и сохранять при этом необходимые для практического использования величины ЭПФ и температурные интервалы существования этих свойств, в которых проявляют их крупнозернистые сплавы. Следовательно, открываются дополнительные возможности для миниатюризации различных изделий и конструкций, в которых используются ЭПФ и

сверхэластичность, что особенно актуально в медицине.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант №09-08-90420 Укр\_ф\_а), Комплексного государственного проекта СО РАН III.20.2.2, Программы президиума РАН №18.2.*

## Заключение

Методом теплового абс-прессования в образцах двойного сплава на основе никелида титана ( $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$ , ат.%) получена УМЗ-структура, которая состоит из СМК-(размер зерен-субзерен 100 – 500 нм) и НК-компонент (нанозерна размером 20 – 100 нм, объемная доля которых достигает 30% при понижении температуры прессования до 573 К). Показано, что в процессе накопления больших пластических деформаций (до  $\epsilon \sim 7,7$ ) эффективное формирование наиболее мелкозернистых зерен-субзерен и нанозерен является результатом последовательной фрагментации структуры сплава при развитии микрополос локализации деформации.

Установлено, что после абс-прессования при различных температурах наблюдается изменение фазового состава образцов при комнатной температуре (295 К) по сравнению с исходными образцами в следующей последовательности: В19' ( $T_{abc} = 873$  К, крупнозернистая структура) – В19' + R ( $T_{abc} = 673$  К) – В19' + R + В2 ( $T_{abc} = 623$  и 573 К). При этом нанозерна имеют при 295 К преимущественно структуру кубической В2-фазы.

Показано, что переход от крупнозернистой к УМЗ-структуре никелида титана приводит к изменению последовательности МП от В2 → В19' к В2 → → R → В19'. По мере уменьшения размеров зерен-субзерен и увеличения объемной доли нанозерен до 30% температуры начала мартенситных превращений В2 → R и R → В19' понижаются на 10° и 15°, соответственно, а температура  $M_K$  — завершения перехода в фазу В19' — на 50 градусов. Вместе с тем, во всех образцах с УМЗ-структурой наблюдается высокая полнота превращения в мартенситную фазу В19', и, следовательно, критический размер нанозерен, при котором возможна стабилизация В2-фазы до температуры жидкого азота и ниже, меньше 20 нм.

## Литература

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000, 272 с.



2. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные материалы. М.: ИЦ "Академия", 2005, 192 с.
3. Утяшев Ф.З. Современные методы интенсивной пластической деформации. Уфа: УГАТУ, 2008, 313 с.
4. Глезер А.М., Метлов Л.С. Мегапластическая деформация твердых тел. Физика и техника высоких давлений, 2008, т. 18, № 4, с. 21 – 25.
5. Козлов Э.В., Жданов А.Н., Конева Н.А. Механизмы деформации и механические свойства наноматериалов. Физическая мезомеханика, 2007, т. 10, № 3, с. 95 – 103.
6. Лотков А.И., Батурин А.А., Гришков В.Н., Копылов В.И. О возможной роли дефектов кристаллического строения в механизмах нанофрагментации зеренной структуры при интенсивной холодной пластической деформации. Физическая мезомеханика, 2007, т. 10, № 3, с. 67 – 79.
7. Dobatkin S.V., Zrník J., Mamuzic I. Nanostructures by severe plastic deformation of steels: advantages and problems. *Metabk*, 2006, v. 45, no. 4, p. 313 – 321.
8. Пушин 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. ФММ, 2008, т. 106, вып. 5, с. 537 – 547.
9. Дударев Е.Ф., Валиев Р.З., Колобов Ю.Р., Лотков А.И., Пушин В.Г., Бакач Г.П., Гундеров Д.В., Дюпин А.П., Куранова Н.Н. О природе аномально высокой пластичности высокопрочных сплавов никелида титана с эффектами памяти формы. II. Особенности механизмов пластической деформации при изотермическом нагружении. ФММ, 2009, т. 107, вып. 3, с. 316 – 330.
10. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Material Science*, 2006, v. 51, p. 881 – 981.
11. Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Хачин В.Н. Предпереходные явления и мартенситные превращения. Екатеринбург: УрО РАН, 1998, 368 с.
12. Пушин В.Г., Прокошкин С.Д., Валиев Р.З., Лотков А.И. и др. Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч. 1. Структура, фазовые превращения и свойства. Под ред. В.Г. Пушина. Екатеринбург: УрО РАН, 2006, 439 с.
13. Pushin V.G., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Lowe T.C., Zhu Y.T. Nanostructured TiNi-based shape memory alloys processed by severe plastic deformation. *Mater. Sci. and Eng. A*, 2005, v. A410 – 411, p. 386 – 389.
14. Prokoshkin S.D., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Trubitsyna I.B., Tatyana E.V., Stolyarov V.V., Prokofiev E.A. Alloy composition, deformation temperature, pressure, and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys. *Acta Mater.*, 2005, v. 53, p. 2703 – 2714.
15. Nakayama H., Tsuchiya K., Umemoto M. Crustal Refinement and Amorphization by Cold Rolling in TiNi Shape Memory Alloys. *Scripta Mater.*, 2001, v. 44, p. 1781 – 1785.
16. Пушин В.Г., Коуров Н.И., Кунцевич Т.Э., Куранова Н.Н., Юрченко Л.И. Быстрозакаленные сплавы на основе никелида титана с памятью формы. Проблемы нанокристаллических материалов. Екатеринбург: УрО РАН, 2002, с. 546 – 557.
17. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ "Академ-книга", 2007, 389 с.
18. Лотков А.И., Гришков В.Н., Копылов В.И., Батурин А.А., Гирсова Н.В. Влияние интенсивной пластической деформации  $Ti_{50}Ni_{47,3}Fe_{2,7}$  на мартенситные превращения и эффект памяти формы. Перспективные материалы, 2007, Спецвыпуск. Сентябрь, т. 2, с. 396 – 398.
19. Salishchev G.A., Mironov S.Yu., Zhrebtsov S.V. Mechanism submicrocrystalline structure formation in titanium and two-phase titanium alloy during warm severe processing. *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2006, v. 11, p. 152 – 158.
20. Утяшев Ф.З., Валиев В.А. Термомеханические режимы получения ультрамелкозернистой структуры в жаропрочных никелевых сплавах. Технология легких сплавов, 1982, № 2, с. 63 – 69.
21. Черненко В.А., Бабий О.М., Кокорин В.В., Лотков А.И., Гришков В.Н. Мартенситные превращения в сплавах на основе TiNi при высоких гидростатических давлениях. ФММ, 1996, т. 81, вып. 5, с. 128 – 134.
22. Гришков В.Н., Лапшин В.П., Лотков А.И. Фазовый состав и структура сплавов на основе никелида титана под действием гидростатического давления. ФММ, 2001, т. 92, № 1, с. 83 – 89.

*Лотков Александр Иванович — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), 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.*

*Гришков Виктор Николаевич — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник. Специалист в области фазовых превращений в металлах и сплавах, металловедения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: grishv@ispms.tsc.ru.*

**Дударев Евгений Федорович** — Сибирский физико-технический институт им. В.Д. Кузнецова Томского государственного университета (г. Томск), доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией. Специалист в области фазовых превращений, физики пластичности и прочности твердых тел. E-mail: dudarev@spti.tsu.ru.

**Коваль Юрий Николаевич** — Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, 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@impr.kiev.ua.

**Гирсова Наталья Васильевна** — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), научный сотрудник. Специалист в области электронной микроскопии металлов и сплавов. E-mail: girsova@ispms.tsc.ru.

**Кашин Олег Александрович** — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), доктор технических наук, ведущий научный сотрудник. Специалист в области физики пластичности и прочности твердых тел. E-mail: okashin@ispms.tsc.ru.

**Табаченко Анатолий Никитович** — Сибирский физико-технический институт им. В.Д. Кузнецова Томского государственного университета (г. Томск), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области физики пластичности и прочности твердых тел. E-mail: dudarev@spti.tsu.ru.

**Фирстов Георгий Сергеевич** — Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, 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@impr.kiev.ua.

**Тимкин Виктор Николаевич** — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), 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.

**Жапова Доржима Юрьевна** — Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), аспирант. Специалист в области металловедения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: dorzh@ispms.tsc.ru.