Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Черкасов Владимир Владимирович

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И КОМПЛЕКСА СВОЙСТВ СТАРЕЮЩЕГО НИКЕЛИДА ТИТАНА В РЕЗУЛЬТАТЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДОВ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

2.6.1 Металловедение и термическая обработки металлов и сплавов

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата *технических* наук

Научный руководитель
к.т.н. Комаров Виктор Сергеевич

Москва – 2026

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Стареющие сплавы с памятью формы (СПФ) на основе никелида титана (Ti-Ni) широко используются в различных сферах деятельности, в том числе медицинской. Структурная чувствительность комплекса механических и функциональных свойств СПФ Ti-Ni открывает широкие возможности по их прецизионному регулированию методами термомеханической обработки (ТМО). Наиболее перспективными, с точки зрения эффективности формирования ультрамелкозернистого и/или нанозеренного структурного состояния являются режимы ТМО, включающие интенсивную пластическую деформацию, позволяющие значительно измельчать структурные элементы металлических материалов. Несмотря на это, большинство существующих на данный момент времени схем проведения ИПД позволяют получать нанокристаллическую структуру только в лабораторных образцах.

При разработке режима проведения ТМО важнейшим технологическим параметром является температура деформации. Ранее было показано, что наиболее оптимальным для проведения пластической деформации СПФ Ti-Ni является диапазон температур 300-600 ºС, в котором происходит формирование развитой дислокационной субструктуры. Однако, в стареющих СПФ Ti-Ni (> 50,5 ат.% Ni) при этих же температурах происходит активное развитие процессов динамического деформационного и статического старения, сопровождающихся выделением частиц фазы Ti_3Ni_4.

Исследованию вклада частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 на формирование структурно-фазового состояния и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni было посвящено достаточно много работ. Однако вопрос о взаимодействии двух конкурирующих процессов динамического разупрочнения и динамического деформационного старения в процессе ТМО стареющих СПФ Ti-Ni остается до сих пор открытым. Помимо этого, актуальной проблемой остается поиск способов получения объемных заготовок стареющего СПФ Ti-Ni в наноструктурном состоянии. Одним из способов решения данной задачи является поиск новых схем и режимов проведения ИПД. В связи с этим в рамках данной работы была впервые апробирована схема проведения ИПД кручением стержневых заготовок, которая ранее не применялась для ТМО стареющих СПФ Ti-Ni, заключающаяся в накоплении больших степеней деформации в прутках СПФ Ti-Ni по сдвиговому механизму распространения пластической деформации.

Также с целью формирования наноструктурного состояния в объемных заготовках СПФ Ti-Ni диаметром 20 мм была применена ИПД по схеме РКУП в квазинепрерывном режиме (КН РКУП) и изучено влияние исходной микроструктуры на конечное структурно-фазовое состояние исследуемого материала. Применённые схемы ИПД, в которых преимущественно реализуются макросдвиговые деформации, показали свою эффективность с точки зрения формирования ультрамелкозернистой структуры и повышения комплекса свойств стареющего заэквиатомного по никелю СПФ Ti-Ni, активно использующегося при изготовлении изделий медицинского назначения.

Таким образом, на основании вышеизложенного была сформулирована **цель настоящей работы**: изучить особенности и закономерности формирования структурно-фазового состояния и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni при деформации в интервале температур протекания процессов динамической полигонизации и динамического деформационного, а также последующего статического деформационного старения; обеспечить значительное измельчение структуры и повышение комплекса свойств методами интенсивной пластической деформации объемных заготовок по схемам кручения и равноканального углового прессования в квазинепрерывном режиме (КН РКУП) по наиболее благоприятным режимам.

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

1. Исследовать закономерности формирования структурно-фазового состояния и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni при деформации сжатием в интервале температур от 300 до 500 °С и степеней истинной деформации от e = 0,5 до 1,3.
2. Определить особенности протекания процессов статического деформационного старения в исследуемых образцах в результате последеформационного отжига (ПДО) при 430 °С в течение 1 и 10 часов.
3. Опробовать схему интенсивной пластической деформации кручением стержня стареющего СПФ Ti-Ni и установить особенности формирования структурно-фазового состояния и комплекса свойств.
4. Исследовать влияние ПДО на формируемую в ходе ИПД кручением микроструктуру и комплекс механических и функциональных свойств стареющего СПФ Ti-Ni.
5. Провести ИПД по схеме КН РКУП (без промежуточных подогревов заготовки) образцов СПФ Ti-Ni в различных исходных состояниях.
6. Провести исследование влияния ПДО на структурно-фазовое состояние и комплекс свойств образцов СПФ Ti-Ni после комбинированной ТМО, включающей КН РКУП.
7. Сформулировать рекомендации по выбору температурно-деформационных режимов проведения ТМО стареющего СПФ Ti-Ni, обеспечивающих формирование наиболее благоприятной структуры и повышенного комплекса свойств.

Научная новизна результатов работы заключается в следующем:

1. Выявлены особенности влияния конкурирующих процессов разупрочнения в ходе динамической полигонизации и упрочнения в результате динамического и статического деформационного старения на формирование структурно-фазового состояния стареющего СПФ Ti-Ni.
2. Экспериментально обоснован температурный интервал проведения деформации стареющего СПФ Ti-Ni, составляющий 430-500 °С, наиболее благоприятный с точки зрения формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, а также последующего выделения и роста частиц фазы Ti_3Ni_4 в процессе статического старения.
3. Впервые показана возможность проведения ИПД кручением без разрушения объемной (стержневой) заготовки стареющего СПФ Ti-Ni с накоплением значительных степеней деформации (e = 4,3) и формированием УМЗ структуры B2-аустенита.
4. Обеспечено получение объемной заготовки стареющего СПФ Ti-Ni с нанокристаллической структурой (размер зерна/субзерна 103 ± 6 нм) и повышенным комплексом механических и функциональных свойств ($\sigma_в$ = 1562 МПа, $Ɛ_{rt}$ = 11,6 %) с использованием предложенного режима комбинированной ТМО, включающей предварительное статическое старение и ИПД по схеме КН РКУП.

Практическая значимость данной работы заключается в следующем:

1. Определен температурный интервал проведения деформации стареющего СПФ Ti-Ni, позволяющий повысить эффективность последующего последеформационного отжига.
2. Установлена принципиальная возможность проведения ИПД кручением стержневых образцов стареющего СПФ Ti-Ni и определены критические температуры деформации, при которых происходит разрушение образцов.
3. Разработан режим комбинированной ТМО, включающей предварительное старение и деформацию по схеме КН РКУП, позволяющий получать объемные заготовки СПФ Ti-Ni с нанокристаллической структурой.

4. Результаты работы использованы для оптимизации технологии производства заготовок из СПФ Ti-Ni в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (акт о внедрении результатов представлен в приложении А).

5. По результатам исследований был получен Патент РФ на изобретение и зарегистрировано 3 ноу-хау.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности формирования структурно-фазового состояния и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni при деформации в интервале температур протекания процессов динамической полигонизации, а также динамического деформационного и последующего статического деформационного старения.

2. Температурный интервал проведения деформации стареющего СПФ Ti-Ni, способствующий наиболее интенсивному протеканию процессов динамического деформационного старения и повышающий эффективность последующего статического старения, составляющий 430-500 ℃.

3. Возможность применения интенсивной пластической деформации кручением с накоплением больших степеней деформации и закономерности формирования структурно-фазового состояния в объёмных образцах стареющего СПФ Ti-Ni в результате данной обработки и последующего старения.

4. Способ проведения комбинированной ТМО, включающей предварительное старение и деформацию по схеме КН РКУП, позволяющий сформировать нанокристаллическую структуру в объемных заготовках СПФ Ti-Ni и значительно повысить уровень функциональных характеристик.

5. Рекомендации по применению разработанных режимов ТМО, обеспечивающих эффективное повышение комплекса механических и функциональных свойств стареющего СПФ Ti-Ni.

Степень достоверности полученных результатов обеспечена использованием в процессе выполнения работы современного научно-исследовательского оборудования для проведения испытаний, взаимодополняющих методов исследования, статистической обработкой полученных результатов, а также отсутствием противоречий в найденных закономерностях с сопоставимыми результатами, полученными отечественными и зарубежными группами ученых.

Апробация работы

1. XXV Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 95-летию со дня рождения В.А. Лихачева и 80-летию со дня рождения А.М. Глезера, г. Санкт-Петербург, 2026.

2. V и VI Международные конференции «Сплавы с памятью формы», г. Санкт-Петербург, 2023, г. Москва, 2025.

3. XX, XXI и XXII Российские ежегодные конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», г. Москва, 2023-2025.

4. Международные научные конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2023» и «Ломоносов 2025», г. Москва, 2023, 2025;

5. Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», г. Витебск, 2025.

6. Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов, г. Москва, 2022, 2024.

7. LXVIII Международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности», г. Витебск, 2024.

8. XI Научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур - ПРОСТ 2023», г. Москва, 2023.

Результаты работы вошли в части отчетов следующих научно-технических проектов:

- Государственное задание НИТУ МИСИС «Создание научных основ управления структурой, мартенситными превращениями и эффектами памяти формы никелида титана с помощью квазинепрерывной интенсивной пластической деформации», код (шифр) проекта FSME-2023-0006;
- Грант Фонда содействия инновациям № 187ГУ/2023 от 20.09.2023 «Разработка технологического процесса получения наноструктурного сплава никелида титана медицинского назначения по схеме квазинепрерывной пластической деформации».
- Грант Российского научного фонда № 22-79-00304 «Исследование деформационного поведения, структурообразования и свойств никелида титана, подвергнутого мегапластической деформации кручением»;
- Грант Российского научного фонда № 24-79-10332 «Управление динамическими процессами структурообразования и формирования комплекса свойств никелида титана с целью изготовления элементов систем остеосинтеза».

Публикации

Основное содержание диссертационной работы опубликовано в 5 печатных работах, в изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах WoS и Scopus, получен 1 патент на изобретение и зарегистрировано 3 ноу-хау.

Получены следующие награды:

1. Победитель конкурса на получение стипендии Президента РФ для аспирантов и адъюнктов на 2024-2026 гг.
2. Диплом за лучший устный доклад на VI Международной конференции «Сплавы с памятью формы», 2025 г.
3. Диплом за победу в открытом конкурсе молодых ученых на лучшую научно-исследовательскую работу, представляемую в рамках XXI Конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», 2024 г.
4. Победитель открытого конкурса грантовой поддержки малых инновационных предприятий Фонда содействия инновациям по программе «Старт-взлет», 2024 г. (ООО «ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СПЛАВЫ»).
5. Победитель открытого конкурса грантовой поддержки научно-технических проектов молодых исследователей Фонда содействия инновациям по программе "УМНИК", 2023 г.
6. Диплом лауреата конкурса «Молодые ученые» XXVIII Международной промышленной выставки «Металл Экспо» 2022 г.

Личный вклад автора

Результаты, приведенные в данном тексте диссертации, получены непосредственно автором. Автор принимал активное участие в формулировке цели и постановке задач работы, а также проведении экспериментов, анализе и визуализации полученных результатов, формулировке основных выводов, а также подготовке публикаций, касающихся темы диссертационной работы. Часть экспериментальных работ была выполнена на производственном участке ИМЕТ РАН.

Руководство работой осуществлял научный руководитель к.т.н. В.С. Комаров при активных консультациях к.т.н. Р.Д. Карелина, к.т.н., доцента И.Ю. Хмелевской и д.ф.-м.н., профессора С.Д. Прокошкина.

Основное содержание работы

Глава 1. Аналитический обзор литературы

В данной главе рассмотрены фундаментальные механизмы проявления эффекта памяти формы и сверхупругости в СПФ Ti-Ni. Проведен обзор существующих методов ТМО в том числе ИПД, и рассмотрено их влияние на формирование структурно-фазового состояния и комплекса свойств СПФ Ti-Ni. Описана эволюция выделения и роста частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 в процессе старения. На основании выполненного обзора современных литературных источников были сформулированы основные цели и задачи настоящей работы.

Глава 2. Материалы и методы исследования

В данной главе представлены исследуемый материал, режимы ТМО, а также методики исследований. Прутки диаметром 20, 8 и 5 мм были получены, методами деформационно-термической обраотки из слитков химический состав которых представлен в таблице 1. В качестве контрольной обработки (КО) применяли отжиг при температуре 700 ℃ с закалкой в воде.

Таблица 1 – Химический состав исследуемого сплава

Ni, масс. % / ат.%	Ti, масс. %	Примеси, масс. %				
		C	O	N	H	Ост.
55,86 / 50,8	Баланс	0,036	0,036	0,002	Менее 0,001	Менее 0,1

На первом этапе работы пруток СПФ Ti-Ni диаметром 5 мм подвергали деформации по схеме одноосного сжатия (рисунок 1) для исследования процессов динамического деформационного (ДС) и статического деформационного старения (СС). Деформацию проводили в интервале температур 300-500 ℃ с накоплением истинной деформации e = 0,5-1,3 и постоянной скоростью деформации $\dot{e}$ = 1 $с^{-1}$ на комплексе физического моделирования термомеханических процессов «WUMSI». Процессы СС изучали в образцах после деформации сжатием и ПДО при 430 ℃ в течение 1 и 10 часов.

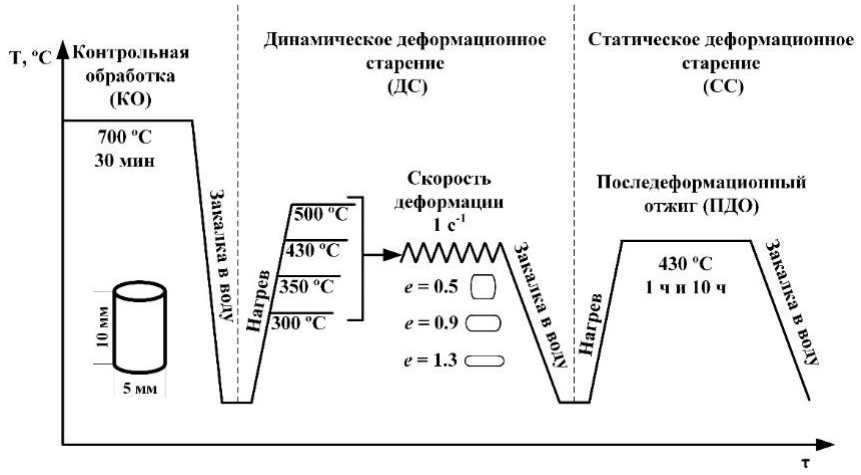

Рисунок 1 – Схема проведения деформации сжатием и статического старения

С целью проведения сравнительного анализа вклада статического старения на формирование структурно-фазового состояния СПФ Ti-Ni, образцы в исходном состоянии после КО подвергали отжигу при температурах 300-500 ℃ в течение 15 минут с закалкой в воде. Для оценки влияния исходного структурного состояния на формирование структурно-

фазового состояния и свойств сплава была проведена серия отжигов при температуре 430 °С в течение 1 и 5 часов и последующая холодная деформация сжатием при комнатной температуре с накоплением e = 0,3.

На втором этапе работы была исследована возможность проведения ИПД кручением стержневой заготовки стареющего СПФ Ti-Ni на прутке диаметром 8 мм (рисунок 2). Для локализации напряжений заготовку в центре обтачивали до 4 мм. ИПД проводили на комплексе физического моделирования «BAHR MDS 830» при температурах 400 °С (e = 0,61) и 450-700 °С (e = 4,3) с постоянной скоростью $\dot{e}$ = 0,1 $с^{-1}$.

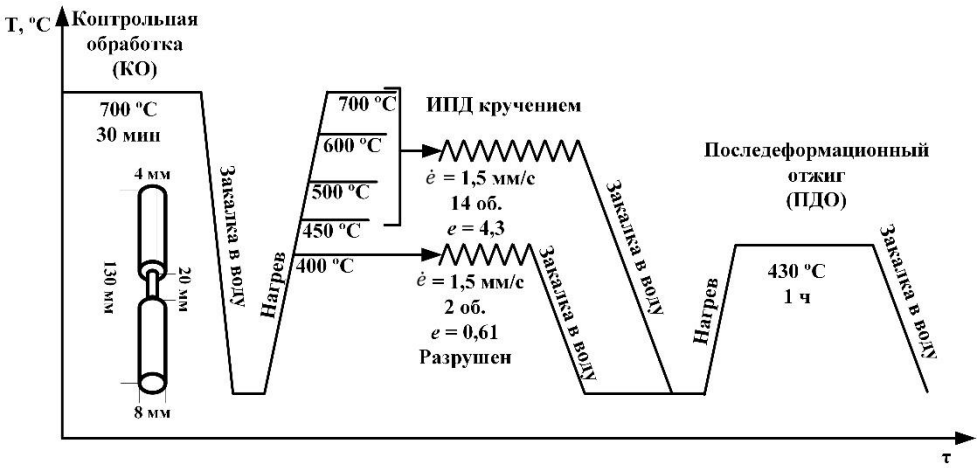

Рисунок 2 – Схема проведения ИПД кручением стержневой заготовки

На третьем этапе работы исследовали формирование структуры и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni после комбинированной ТМО, включающей предварительное СС и ИПД по схеме КН РКУП (рисунок 3). Предварительное СС проводили при температуре 450 °С в течение 1 и 5 часов, после чего осуществляли КН РКУП с углом пересечения каналов 110º в 3 прохода, в квазинепрерывном режиме без промежуточных подогревов заготовки.

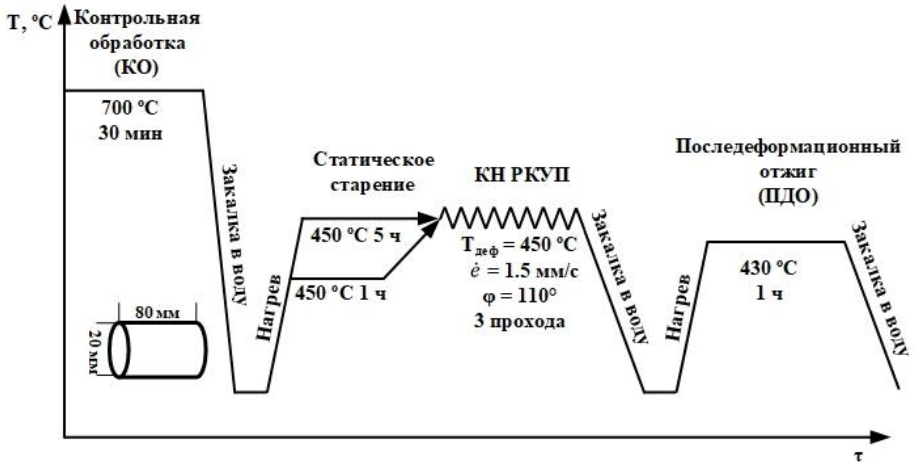

Рисунок 3 – Схема проведения КН РКУП

Исследование зеренной структуры проводили на оптическом микроскопе «Versomet UNION». Средний размер структурных элементов (длина и ширина) определяли методом случайных секущих, после чего рассчитывали коэффициент формы зерен ($Кф$).

Исследование фазового анализа проводили на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-3.0» при комнатной температуре в $Cu_{K\alpha}$ излучении. После этого определяли положение пика и ширину на полувысоте (B_{110}) рентгеновской линии $(110)_{B2}$.

Исследование тонкой структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) «JEM-2100». Размеры структурных элементов определяли методом горизонтальных секущих.

Характеристические температуры прямого и обратного мартенситных превращений (МП) исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии на калориметре «DSC Mettler Toledo» в цикле: нагрев-охлаждение-нагрев в интервале температур от -100 до 100 ℃ со скоростью 10 ℃/мин. Характеристические температуры определяли методом касательных.

Исследование механических свойств выполняли путем испытаний на одноосное растяжение при комнатной температуре на установке «Instron 3382».

Твердость исследовали по методу Виккерса при комнатной температуре на твердомере «Metkon Mh-6». Прикладываемая нагрузка и время вдавливания индентора составляли 1 Н и 10 сек соответственно.

Оценку функциональных свойств материала проводили путем термомеханического испытания на изгиб, где была определена: ε_t – наводимая деформация, ε_e – упругая составляющая восстановления формы после снятия нагрузки; ε_i – наведенная деформация; ε_r – полностью обратимая деформация; ε_f – остаточная деформация; ε_{rt} – полностью обратимая деформация при $\varepsilon_f < 0{,}2$ %.

Глава 3. Формирование структуры и свойств стареющего СПФ Ti-Ni после деформации сжатием и статического старения

В данной главе изложены результаты исследований формирования структурно-фазового состояния и свойств стареющего СПФ Ti-Ni после деформации сжатием (ДС) и последеформационного отжига (ПДО) сопровождающийся протеканием процессов статического старения (СС). Деформацию сжатием проводили в интервале температур 300-500 ℃, соответствующем развитию протекания процессов динамической полигонизации и динамического деформационного старения, с накоплением значений истинной деформации e = 0,5-1,3.

Результаты исследования микроструктуры показали, что в исходном состоянии после КО, микроструктура стареющего СПФ Ti-Ni преимущественно состоит из равноосных зерен B2 фазы со средним размером 30 ± 5 мкм и $Кф$ близким к 1. Деформация сжатием при температурах 300-500 ℃, с накоплением e = 0,5-1,3 приводит к вытягиванию структурных элементов зеренной структуры перпендикулярно оси деформации. По мере увеличения степени истинной накопленной деформации изменение формы зерен становится более выраженным. Данная тенденция сохраняется во всем исследуемом температурном интервале проведения деформации сжатием 300-500 ℃, а также после СС в течение 1 и 10 часов. Зависимости среднего размера структурных элементов от температуры деформации, а также длительности СС после деформации не выявлено, что свидетельствует об отсутствии развития процессов динамической и статической рекристаллизации при данных температурных режимах ТМО (ниже 600 ℃). Таким образом можно заключить, что в случае, когда температура деформации меньше температуры рекристаллизации сплава, основным параметром ТМО, оказывающим решающее влияние на морфологию структурных элементов стареющего СПФ Ti-Ni является степень накопленной деформации. Стоит отметить, что ввиду малого размера частиц фазы Ti_3Ni_4, разрешающей способности оптической микроскопии оказалось недостаточно для их визуального обнаружения и идентификации.

Анализ структурно-фазового состояния после исследуемых режимов ДС и СС проводили при помощи рентгеновской съемки при комнатной температуре. На полученных рентгенограммах (рисунок 4) во всех исследуемых сформированных структурно-фазовых состояниях идентифицируются интенсивные рентгеновские пики $(110)_{B2}$ и $(211)_{B2}$, что характерно для стареющего СПФ Ti-Ni при комнатной температуре.

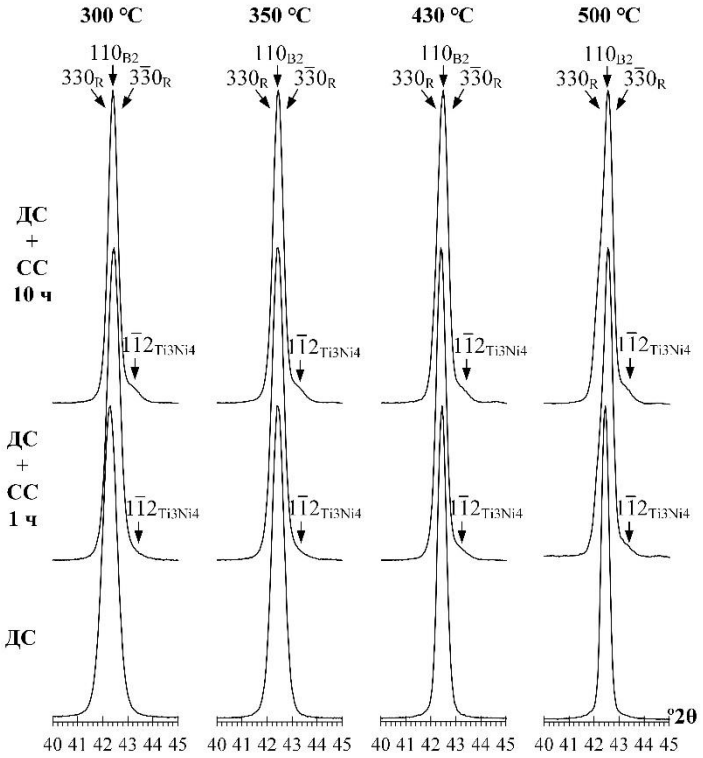

Рисунок 4 – Профили рентгеновских линий $(110)_{B2}$ (e = 0,9)

После КО, рентгеновская линия $(110)_{B2}$ характеризовалась довольно низким значением B_{110} равным 0,18 °2θ, что характерно для СПФ Ti-Ni в рекристаллизованном состоянии с низкой плотностью дислокаций. Деформация сжатием в интервале температур (300-500 °С) и степеней истинной накопленной деформации (e = 0,5-1,3) не привела к изменению фазового состава сплава, но вызвала уширение рентгеновских линий $(110)_{B2}$ и $(211)_{B2}$ вплоть до B_{110} = 0,73 ± 0,03 °2θ (ДС 300 °С, e = 1,3). Это свидетельствует об увеличении дефектности кристаллической решетки вследствие деформационного наклепа материала после пластической деформации. По мере увеличения температуры ДС значение B_{110} плавно снижается (рисунок 5). Данная зависимость обусловлена разупрочнением материала и снижением искаженности кристаллической решетки, вследствие развития процессов динамической полигонизации при увеличении температуры деформации. Следовательно, температура деформации является решающим параметром, определяющим эволюцию субструктуры СПФ Ti-Ni. При этом уширения рентгеновских линий $(110)_{B2}$, вызванных упрочнением сплава в ходе динамического старения, не зафиксировано. СС при температуре 430 °С в течение 1 часа привело к плавному снижению ширины рентгеновской линии $(110)_{B2}$ (B_{110}) в образцах, после ДС при температурах от 300 до 430 °С (рисунок 5, пунктирная линия). В это же время, в образцах после ДС при 500 °С было зафиксировано увеличение значений параметра B_{110}.

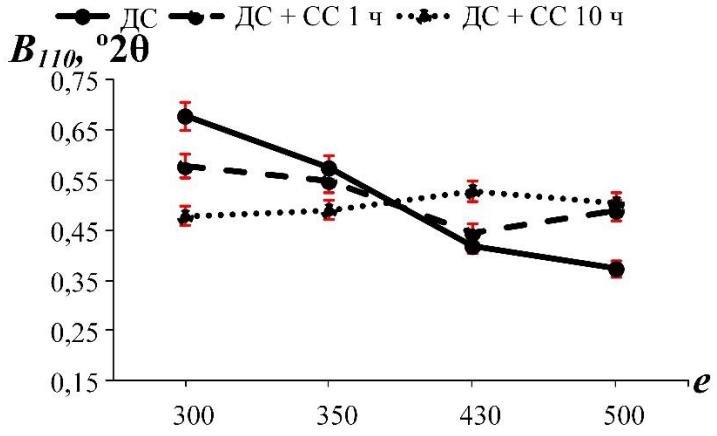

Рисунок 5 – Кривые зависимости параметра B_{110} от температуры ДС (e = 0,9)

При рассмотрении влияния 10-часового СС на эволюцию структурно-фазового состояния СПФ Ti-Ni была выявлена следующая закономерность: в образце после ДС при 300 °С и СС в течение 10 ч значение B_{110} ниже, чем в образце после СС в течение 1 часа. Повышение температуры ДС до 350 °С и более с последующим СС в течение 10 часов приводит к росту значения параметра B_{110}, при этом данное значение превышает соответствующее значение в образце после ДС и СС в течение 1 часа. В наиболее явном виде это прослеживается в образцах, подвергнутых ДС при 430 и 500 °С (рисунок 5, точечная линия), поскольку по мере развития разупрочняющих процессов возврата и

полигонизации при нагреве и последующей выдержке, изменения в дислокационной субструктуре B2-фазы и R-фазы (наследующего субструктуру B2-фазы) приводят только к сужению рентгеновской линии $(110)_{B2}$ и снижению величины B_{110}. На основании этого, можно сделать предположение, что уширение линии $(110)_{B2}$ обусловлено вкладом частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4, а также образовавшейся при охлаждении ромбоэдрической R-фазы, за счет наложения их рентгеновских линий.

На основании проведенного рентгенофазового анализа можно сделать заключение, что на вид профиля рентгеновской линии $(110)_{B2}$ и на значение B_{110} оказывают влияние три, взаимно конкурирующих процесса. В первую очередь это вклад разупрочняющих процессов динамического возврата и полигонизации. Во-вторых – наследование R-фазой дислокационной субструктуры B2-фазы в ходе B2→R мартенситного превращения. В-третьих, зарождение и последующий рост частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4.

Влияние первого процесса превалирует на этапе ДС и ДС + СС в течение 1 часа, и выражается в сужении рентгеновской линии $(110)_{B2}$ при повышении температуры деформации. Вклад второго процесса в свою очередь сказывается на увеличении ширины общего профиля линий $(330)_R$-$(110)_{B2}$-$(3\bar{3}0)_R$ на фоне развития процесса статического старения после наиболее длительного СС в течение 10 ч. Третий процесс не оказывает влияния на рентгенограммы образцов после ДС, поскольку на фрагментах рентгенограмм, в том числе с повышенной интенсивностью излучения, рентгеновской линии $(1\bar{1}2)_{Ti3Ni4}$ обнаружено не было, что по всей видимости обусловлено малым размером частиц данной фазы. После СС в течение 1 часа линия $(1\bar{1}2)_{Ti3Ni4}$ регистрируется в образцах, подвергнутых ДС при температурах 430 и 500 ºС. А после СС в течение 10 часов наличие линии $(1\bar{1}2)_{Ti3Ni4}$ обнаружено после всех режимов ДС. Таким образом наиболее оптимальным температурным интервалом проведения деформации для формирования благоприятных условий для последующего роста частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 является интервал 430-500 ºС.

Результаты ДСК представлены на рисунке 6. В исходном состоянии после КО, как прямое, так и обратное МП протекает в одну стадию по схеме B2↔B19` (рисунок 6, а) с довольно широким температурным гистерезисом ΔT = 31 ºС ($А_п$ - $М_п$), что характерно для B2↔B19` превращений. ДС и СС по различным режимам приводит к значительным изменениям кинетики МП сплава: ДС при 300 ºС (e = 0,9), сопровождается практически полным подавлением прямого превращения B2→B19`, и смещением обратного B19`→B2 МП в область отрицательных температур, что можно наблюдать по сдвигу точки $А_п$ с 7 ºС (КО) до -80 ºС (рисунок 6, б). Наблюдаемое явление обусловлено сильным деформационным наклепом материала и ростом плотности дислокаций, препятствующих протеканию термоупругого B2→B19` превращения.

После ДС при более высоких температурах (430 и 500 ºС) наблюдалось появление отчетливых калориметрических пиков превращения через промежуточную R-фазу (рисунок 6, в-г), образование которой стимулировано в том числе появлением в процессе ДС частиц фазы Ti_3Ni_4. Обособление пиков R-превращения связано с активным протеканием разупрочняющих процессов динамической полигонизации при более высоких температурах ДС. При этом стоит отметить, что наиболее интенсивно разупрочнение материала протекает при 500 ºС, поскольку на кривых охлаждения наблюдаются два четких пика B2→R и R→B19` превращений (рисунок 6, г).

СС при 430 ºС в течение 1 часа после ДС приводит к более выраженному протеканию МП, а также к повышению характеристических температур за счет роста частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 и обеднения матрицы Ni. Примечательно, что вид калориметрических кривых B2→R превращений в состаренных образцах после ДС при 430 и 500 ºС схож и их пики находятся вблизи комнатной температуры. При этом, калориметрические кривые R→B19` превращений различаются. В случае ДС при 430 ºС и последующем СС в течение 1 часа, данное превращение сильно размыто, в то время как в

образце после ДС при 500 °С и СС в течение 1 часа, кривая R→B19` имеет четко обособленный вид.

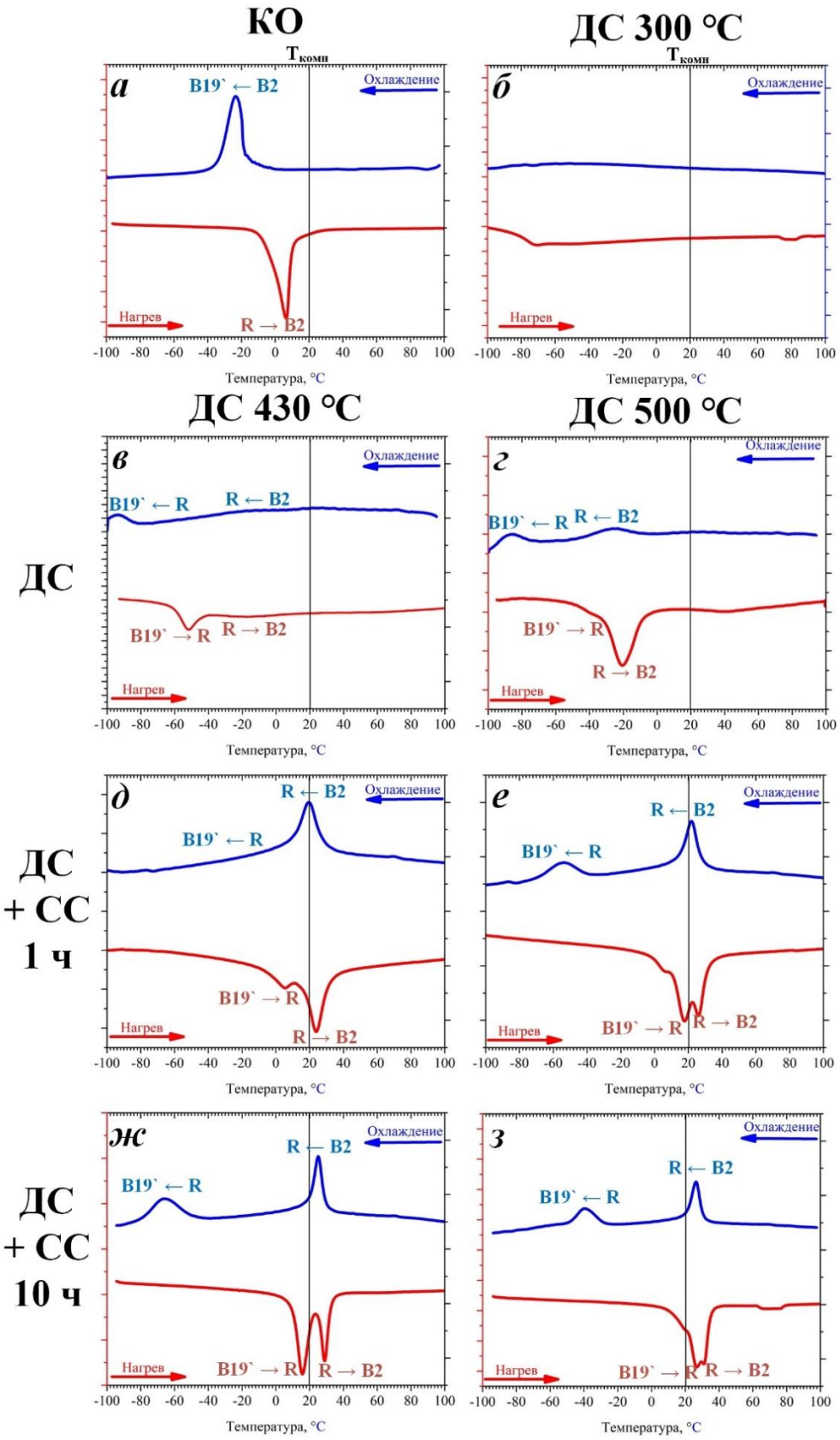

Рисунок 6 – Калориметрические кривые образцов СПФ Ti-Ni: а – КО; б – ДС 300 ºС, *е* = 0,9; в – ДС 430 ºС, *е* = 0,9; г – 500 ºС, *е* = 0,9; д – ДС 430 ºС + СС 1 ч; е – ДС 500 ºС + СС 1 ч; ж – ДС 430 ºС + СС 10 ч; з – ДС 500 ºС + СС 10 ч

На основании вышесказанного можно предположить, что после ДС при 500 °С формируется наиболее благоприятная структура для последующего роста частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 при дальнейшем СС. В свою очередь СС в течение 10 часов приводит к полному обособлению как прямого, так и обратного МП через промежуточную R-фазу, за счет еще большего увеличения размера и объемной доли частиц фазы Ti_3Ni_4, релаксации внутренних напряжений и стабилизации фазового состава.

Наиболее подробную информацию о формировании структурно-фазового состояния в ходе протекания процессов ДС и СС позволяет получить исследование тонкой структуры методом ПЭМ (рисунок 7, а-п).

Проведение деформации сжатием при 430 °С приводит к формированию полосчатой микроструктуры по большей части представленной параллельно ориентированными полосами деформации (рисунок 7, а) с высокой плотностью дислокаций. Внутри деформационных полос можно наблюдать равноосные структурные элементы средним размером 50-300 нм. При рассмотрении микродифракционных картин образца после ДС при 430 °С наблюдаются яркие наложения рефлексов $(110)_{B2}$ и $(330\text{-}3\bar{3}0)_R$. Помимо этого можно наблюдать размытые кольцевые рефлексы, принадлежащие кристаллографической плоскости $(321)_R$ ромбоэдрической R-фазы, рефлексов фазы B19`-мартенсита не обнаружено. Стоит отметить, что наблюдаемая дифракционная картина по больше части представлена кольцами, без образования какой-либо преимущественной ориентировки кристаллографических плоскостей. Это может свидетельствовать о формировании мелкодисперсной структуры материала. Визуально частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 на светлопольных и темнопольных изображениях обнаружено не было, однако о присутствии данной фазы можно судить по наличию слабых рефлексов характерных для данной фазы.

СС в течение 1 часа сопровождается сохранением унаследованной полосчатой субструктуры (рисунок 7, г), что обусловлено недостаточностью температуры СС для активизации протекания процессов статической рекристаллизации. При этом после СС в течение 1 часа наблюдался значительный рост размера частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4, что в конечном итоге позволило количественно оценить их средний размер и объемную долю: 25 ± 5 нм и 18 % соответственно (рисунок 7, з). Увеличение размера частиц фазы Ti_3Ni_4 приводит к стимулированию образования промежуточной R-фазы, что можно наблюдать по более выраженному рефлексу $(321)_R$ на дифракционной картине. При увеличении температуры ДС до 500 °С и последующем СС в течение 1 часа полосчатая субструктура сохраняется (рисунок 7, к). Внутри полос можно наблюдать более четкие границы субзерен размером от 100 до 500 нм. Средний размер частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 уменьшился до 15 ± 3 нм, а объемная доля повысилась до 34 % (рисунок 7, о), что может быть связано с образованием большего количества центров преимущественного зарождения частиц фазы Ti_3Ni_4 в ходе ДС при 500 °С.

Таким образом, по результатам проведения ПЭМ было показано, что в ходе ДС происходит выделение частиц фазы Ti_3Ni_4, причем при 500 °С это происходит более интенсивно. Однако, внутренней энергии процесса ДС, по сравнению с режимами, включающими СС, недостаточно для активного роста частиц данной фазы.

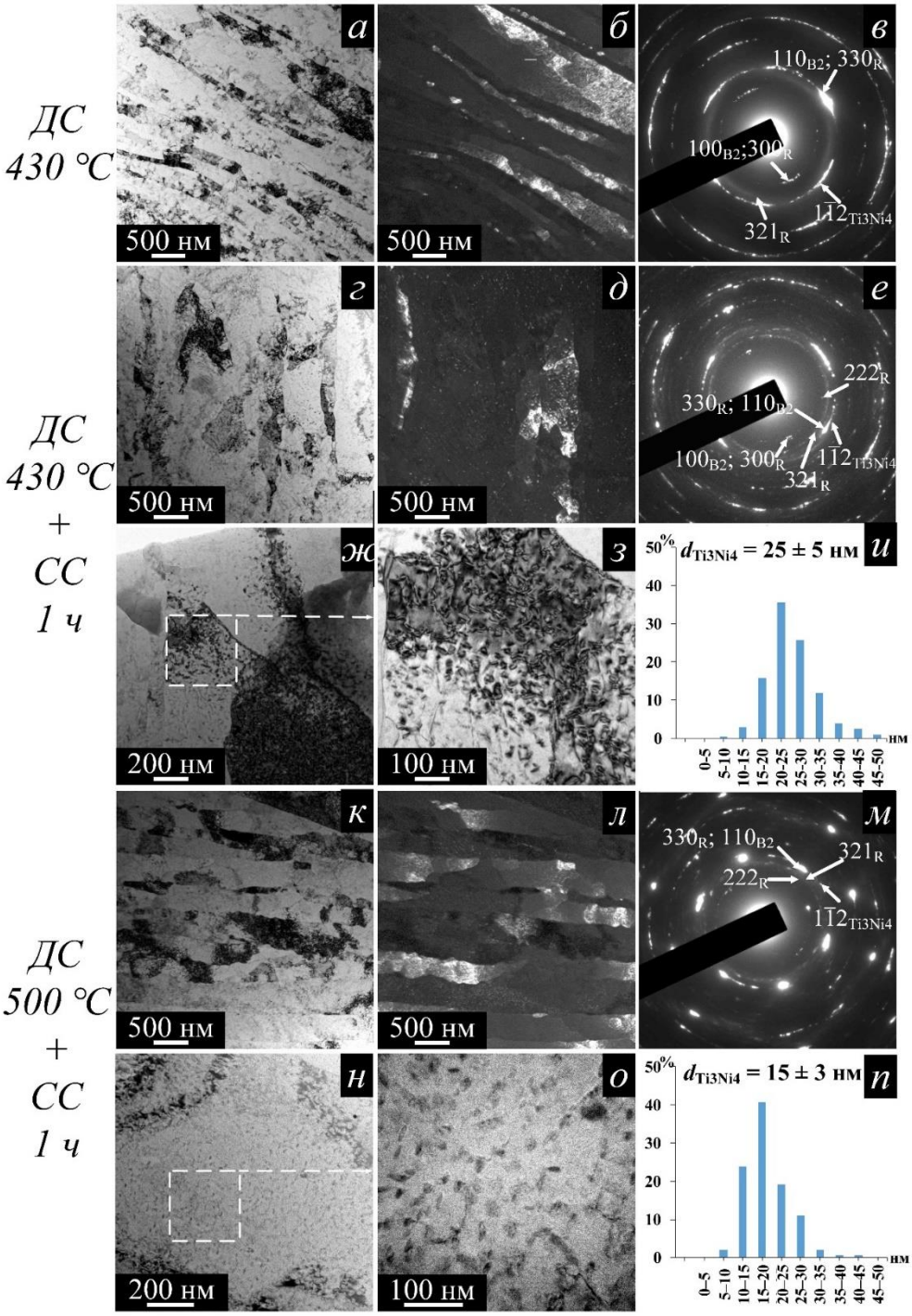

Рисунок 7 – Снимки ПЭМ образцов после ДС, ДС + СС: а-в – ДС 430 °С; г-и – ДС 430 °С + СС 1 ч; к-п – ДС 430 °С + СС 1 ч. Светлопольные изображения (а, г, ж, з, к, н, о); темнопольные изображения (б, д, л); дифракционные картины (в, е, м); гистограммы распределения частиц Ti_3Ni_4 по размерам (и, п)

Анализ результатов измерения твердости показал, что в исходном состоянии после КО твердость принимает минимальное значение 213 ± 7 ед. HV. Проведение деформации сжатием сопровождается сильно выраженным деформационным упрочнением материала, что наблюдалось по увеличению значений твердости. В зависимости от степени истинной накопленной деформации при одинаковой температуре ее проведения, разница в значениях твердости незначительна и находится в пределах статистической ошибки. На основании этого следует, что уже при накоплении e = 0,5 происходит достижение установившейся стадии деформации. Зависимость твердости СПФ Ti-Ni от температуры ДС имеет

немонотонный характер, поскольку с повышением температуры ДС наблюдалось плавное снижение твердости (рисунок 8, а). Так, в области температур ДС 300-350 °С значения твердости плавно снижались, а при более высоких температурах ДС (430-500 °С) зафиксировано резкое падение твердости в среднем на 40 ед. HV. Наблюдаемое явление обусловлено усилением интенсивности протекания процессов динамической полигонизации при повышении температуры деформации. Помимо этого, в интервале температур 430-500 °С активно протекает процесс ДС, сопровождающийся выделением мелкодисперсных частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4, что приводит к обезникеливанию матрицы B2-фазы, и соответсвующему повышению температур МП. Вследствие этого упругая составляющая восстановления формы отпечатка индентора и абсолютное значение твердости снижаются.

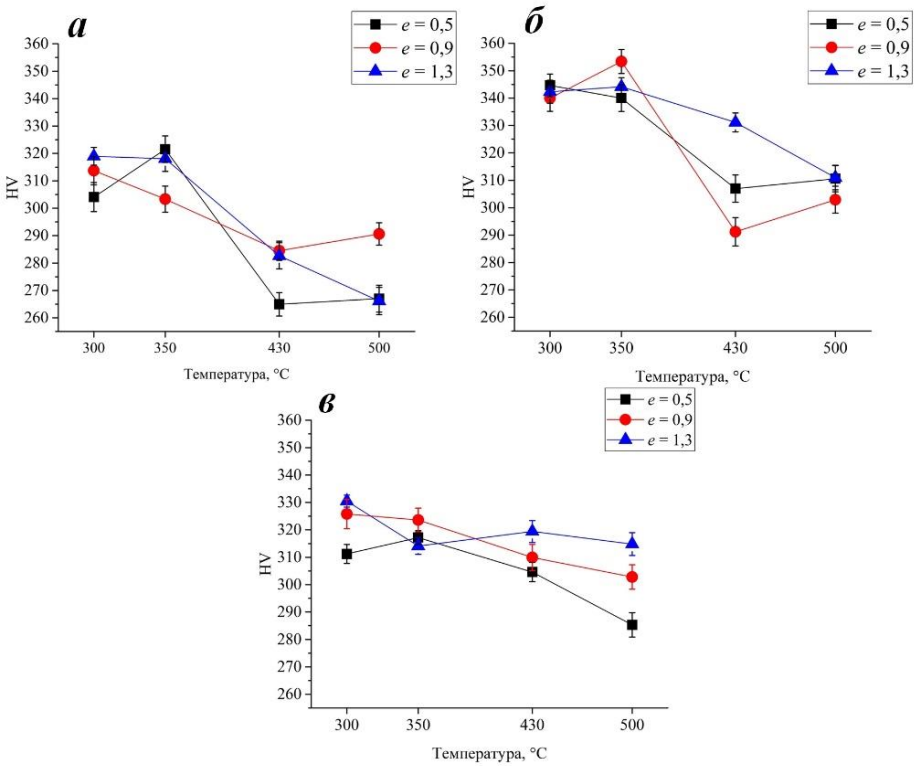

Рисунок 8 – Результаты измерения твердости

С целью разграничения вкладов статического и динамического структурообразования был проведен кратковременный отжиг в течение 15 минут при температурах 300-500 °С с закалкой в воде, имитирующий процессы СС при нагреве СПФ Ti-Ni перед деформацией сжатием. По результатам проведенного анализа было показано, что проведение деформации приводит к дополнительному стимулированию выделения частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 в процессе старения.

Представленные выше результаты были получены на сплаве, находящемся в рекристаллизованном состоянии после КО. Стоит учитывать, что в зависимости от исходного структурного состояния СПФ Ti-Ni, а также размера и объемной доли избыточной фазы Ti_3Ni_4, его деформационное поведение и кинетика протекания МП могут сильно отличаться. На основании этого в данной главе также были проведены исследования формирования структурно-фазового состояния после холодной деформации сжатием в различных исходных состояниях. При рассмотрении кривых течения можно наблюдать, что их тип значительно различается в зависимости от исходного структурного состояния СПФ Ti-Ni. Максимальные значения сопротивления деформации сжатием состаренных образцов

достигают 2185-2240 МПа, что более чем на 500 МПа больше в сравнении с состоянием после КО.

Одной из специальных характеристик СПФ Ti-Ni, определяющих ресурс формовосстановления является разница между фазовым и дислокационным пределом текучести (Δσ). Чем данное значение выше, тем большую деформацию сплав способен восстановить. В наиболее состаренном состоянии (СС, 5 ч) эта величина принимает максимальное значение 1406 МПа, в то время как в сплаве после КО Δσ составляет 378 МПа. Из чего следует вывод, что образование в структуре сплава частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 способствует увеличению способности сплава восстанавливать форму.

Систематизируя результаты экспериментов, представленных в Главе 3 можно сделать вывод, что протекающие процессы динамического и последующего статического деформационного старения в интервале температур 300-500 °С способны оказывать существенное влияние на структурно-фазовое состояние и комплекс свойств стареющего СПФ Ti-Ni за счет выделений частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4. Обнаружено, что наиболее интенсивно процессы динамического деформационного старения протекают при температурах 430-500 °С, следовательно при проведении деформации предпочтение следует отдавать именно данным температурам. Также при проведении ИПД по различным схемам целесообразно, наряду с исследованием влияния режимов деформации оценить влияние предварительного статического старения на формирование конечного структурно-фазового состояния образцов стареющего СПФ Ti-Ni.

Глава 4. Влияние ИПД кручением стержня на формирование структурно-фазового состояния и комплекса свойств СПФ Ti-Ni

В данной главе представлены результаты исследования особенностей формирования структурно-фазового состояния и комплекса свойств стареющего СПФ Ti-Ni после интенсивной пластической деформации (ИПД) по схеме кручения стержня в широком интервале температур. На этапе предварительных исследований была показана возможность применения данной схемы ИПД для формирования ультрамелкозернистого состояния в нестареющем СПФ Ti-Ni околоэквиатомного состава. ИПД кручением объёмных образцов стареющих СПФ Ti-Ni ранее не проводилось. Также в данной главе изучено влияние статического старения на формирование структурно-фазового состояния в результате предварительного СС и ПДО при 430 ℃ в течение 1 часа.

По результатам электрономикроскопических исследований было выявлено, что в результате проведения ИПД кручением при 500 ℃ зафиксировано значительное измельчение зеренной структуры сплава до 315 ± 10 нм (рисунок 9, а-в), по сравнению с исходным состоянием после КО (30 ± 5 мкм). Сформированная после данного режима ТМО микроструктура преимущественно представлена зернами B2-фазы внутри которых наблюдается большое количество субзеренных границ, что свидетельствует об эволюции субструктурного состояния после деформации кручением.

Анализ микродифракционных картин (рисунок 9, в) после деформации кручением (500 ℃, e = 4,3) показал наличие ярких рефлексов фаз B2-аустенита, R-фазы, а также следов фазы Ti_3Ni_4. Стоит отметить, что при большем увеличении на некоторых участках исследуемого образца удалось визуально обнаружить довольно крупные частицы фазы Ti_3Ni_4 со средним размером равным 25 ± 2 нм. Наличие данных частиц свидетельствует об активном протекании процесса ДС в ходе деформации кручением при температуре 500 ℃.

Понижение температуры ИПД кручением до 450 ℃ приводит к снижению интенсивности протекания релаксационных процессов динамической полигонизации, что способствует повышению плотности дислокаций (оценочно до 10^{11} $см^{-2}$). Сформированная смешанная микроструктура в данном случае представлена неоднородными зернами B2-фазы в сочетании с параллельно ориентированными кристаллами R-фазы и B19`-мартенсита (рисунок 9, г-и), а также деформационными полосами шириной 100-300 нм,

образование которых стимулировано высоким уровнем внутренних напряжений в материале. При этом средний размер структурных элементов практически не изменился и составлял 297 ± 9 нм (в сравнении с 315 ± 10 нм после ИПД кручением при 500 °С).

По результатам анализа вклада исходного структурного состояния следует отметить, что частицы фазы Ti_3Ni_4 образовавшиеся в ходе предварительного СС повышают эффективность измельчения структурных элементов в процессе ИПД, что приводит к формированию более однородной и мелкодисперсной структуры (рисунок 9, к-м). Средний размер структурных элементов, сформированных по данному режиму ТМО, составил 186 ± 4 нм в сравнении с (297 ± 9 нм) в образце, не подвергнутом предварительному СС. Формирование более мелкодисперсной структуры обусловлено сдерживанием миграции зеренных и субзеренных границ частицами фазы Ti_3Ni_4. Несмотря на продолжительное протекание предварительного СС, визуально частиц данной фазы на светлопольных и темнопольных изображениях не наблюдалось.

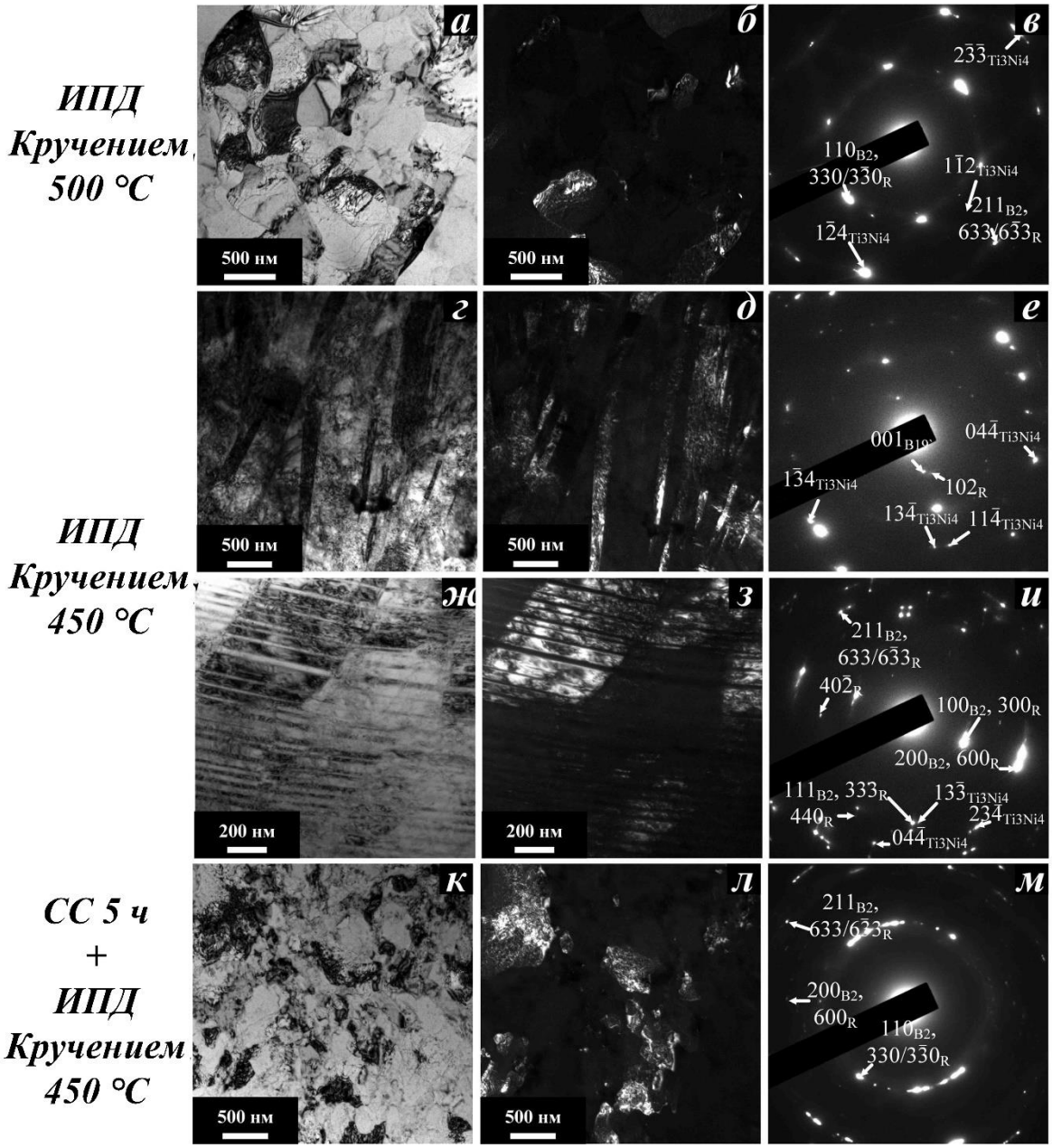

Рисунок 9 – Снимки ПЭМ образцов после ИПД кручением при 500 °С (а-в), 450 °С (г-и) и СС 5 ч + 450 °С (к-м). Светлопольные изображения (а, г, ж, к); темнопольные изображения (б, д, з, л); дифракционные картины (в, е, и, м)

В таблице 2 представлены результаты измерения твердости и полностью обратимой деформации (ε_{rt}) исследуемых образцов СПФ Ti-Ni после ИПД кручением.

Таблица 2 – Твердость и полностью обратимая деформация (ε_{rt}) СПФ Ti-Ni после ИПД кручением

ТМО	ИПД кручением	ИПД кручением + ПДО	ИПД кручением
	Твердость, ед. HV	Твердость, ед. HV	ε_{rt}, (%)
КО	218 ± 5	–	4,0 ± 0,2
ИПД кручением 700 ℃	266 ± 6	306 ± 8	6,4 ± 0,2
ИПД кручением 600 ℃	272 ± 5	305 ± 8	7,8 ± 0,2
ИПД кручением 500 ℃	290 ± 8	309 ± 8	9,7 ± 0,2
ИПД кручением 450 ℃	290 ± 8	315 ± 9	10,2 ± 0,2
СС 5 ч + ИПД кручением 450℃	307 ± 6	305 ± 9	10,4 ± 0,2
ИПД кручением 400 ℃	305 ± 12	307 ± 8	8,5 ± 0,2

В рекристаллизованном состоянии после КО значения твердости и ε_{rt} принимали минимальные значения и составляли 218 ± 5 ед. HV и 4,0 ± 0,2 % соответственно. Несмотря на протекающие при 700 ℃ процессы динамического разупрочнения ИПД кручением при данной температуре приводит к повышению твердости на 50 ед. HV и ε_{rt} на 2,2 %. С понижением температуры деформации вклад деформационного упрочнения материала усиливается, что можно наблюдать по постепенному увеличению значений твердости и полностью обратимой деформации (таблица 2). По мере снижения температуры деформации кручением процесс ДС вносит вклад в повышение значений твердости, в ходе которого происходит обеднение матрицы никелем, повышение характеристических температур МП и увеличение доли сверхупругого восстановления формы отпечатка индентора. В связи с чем, максимальные значения твердости и полностью обратимой деформации были достигнуты в образце после предварительного СС и ИПД кручением при 450 ℃. Проведение ПДО приводит к увеличению и выравниванию значений твердости во всех исследуемых образцах за счет дисперсионного твердения материала, вызванного выделением и ростом частиц фазы Ti_3Ni_4. Наибольший рост твердости образцов посредством проведения ПДО наблюдался в образцах, подвергнутых ИПД кручением при высоких температурах (600-700 ℃). По всей видимости, вклад дисперсионного твердения материала в более крупнозернистой микроструктуре, сформированной при высоких температурах деформации выше, чем в ультрамелкозернистом состоянии, достигнутым в ходе ИПД кручением при более низких температурах. Максимальные значения полностью обратимой деформации ε_{rt} были достигнуты в образцах после деформации при 450 ℃ в различном исходном состоянии и составляли 10,2-10,4 ± 0,2 %. При этом более высокое значение ε_{rt} = 10,4 ± 0,2 % было достигнуто в заготовке после предварительного СС в течение 5 часов, что повторно доказывает целесообразность проведения предварительного СС, с целью выделения частиц фазы Ti_3Ni_4 для дополнительного повышения уровня функциональных свойств.

Глава 5. Влияние квазинепрерывного РКУП на структуру и свойства стареющего СПФ Ti-Ni в различных исходных состояниях

Как было показано в Главе 4, реализация ИПД кручением в широком интервале температур с накоплением больших степеней деформаций (в том числе в различных исходных состояниях) не позволяет сформировать наноструктурное состояние в объемных образцах стареющего СПФ Ti-Ni. Таким образом в Главе 5 представлены результаты

исследований формирования структуры и свойств стареющего СПФ Ti-Ni в различном исходном состоянии после предварительного СС при температуре 450 ℃ в течение 1 и 5 часов, последующей ИПД по схеме КН РКУП (3 прохода, 110º) при температуре 450 ℃ и последеформационного отжига (ПДО) при температуре 430 ℃ в течение 1 часа.

Анализ светлопольных, темнопольных изображений и картин дифракции отраженных электронов образцов СПФ Ti-Ni после предварительного СС и КН РКУП (рисунок 10, а-г) показал, что проведение 3 проходов КН РКУП приводит к сильному измельчению структурных элементов сплава до значений 92 ± 5 нм (СС 1 ч + КН РКУП) и 115 ± 7 нм (СС 5 ч + КН РКУП).

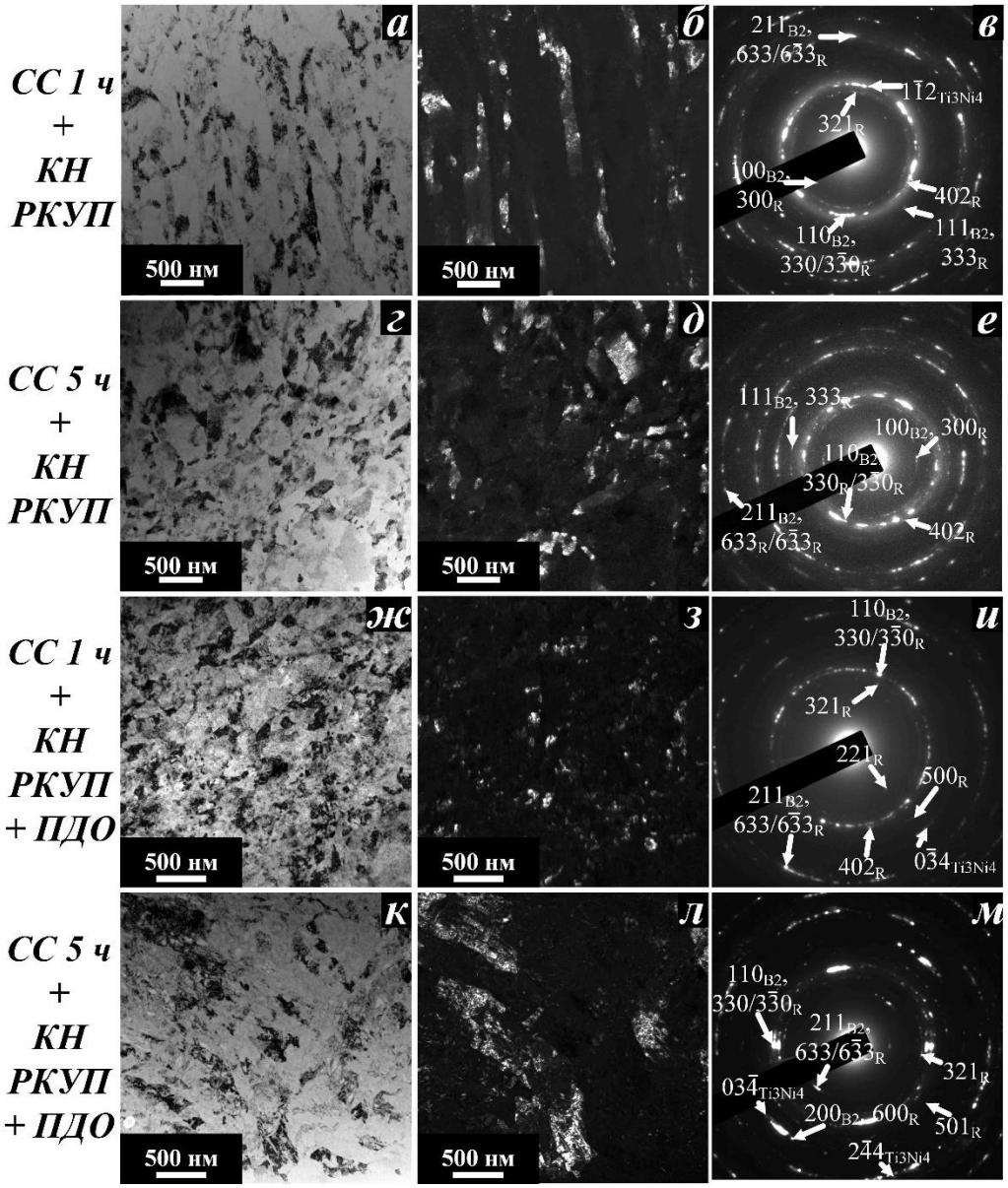

Рисунок 10 – Снимки ПЭМ образцов после КН РКУП по различным режимам. Светлопольные изображения (а, г, ж, к); темнопольные изображения (б, д, з, л); дифракционные картины (в, е, и, м)

Поскольку размер и объемная доля частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 после предварительного СС в течение 1 часа меньше, чем после старения длительностью 5 часов, можно сделать вывод, что более мелкие частицы фазы Ti_3Ni_4 выделившиеся в ходе предварительного СС в течение 1 часа обеспечивают большее сдерживание миграции границ зерен в процессе ИПД. Таким образом происходит формирование более

мелкозернистой микроструктуры СПФ Ti-Ni, в то время как более крупные частицы фазы Ti_3Ni_4 образовавшиеся после СС в течение 5 часов, в меньшей степени способствуют препятствованию измельчения зерна в процессе КН РКУП.

Наблюдаемые закономерности формирования структурно-фазового состояния после КН РКУП в различных исходных состояниях СПФ Ti-Ni сопоставимы. Основными фазами после данного режима ТМО являются В2-аустенит и R-фаза. Принимая во внимание тот факт, что в зависимости от длительности предварительного СС размер и объемная доля выделяющихся частиц избыточной фазы Ti_3Ni_4 отличаются и их можно обнаружить методом ПЭМ. На светлопольных и темнопольных изображениях тонкой структуры исследуемых образцов, частиц фазы Ti_3Ni_4 не обнаружено, что может быть обусловлено их очень малым размером (3-5 нм) вследствие сильной фрагментации после 3 проходов КН РКУП.

Примечательно, что в отдельных областях исследуемых образцов после КН РКУП можно наблюдать участки со структурными элементами субмикронного размера, характеризующиеся высокой плотностью дислокаций, которые не перераспределены на участки границ зерен и субзерен. Данный факт свидетельствует о том, что процессы динамической полигонизации и/или рекристаллизации, протекающие в ходе КН РКУП, еще не были завершены. А участки начала образования и последующего роста частиц Ti_3Ni_4 также становятся приоритетными зонами начала протекания рекристаллизации.

Проведение ПДО после КН РКУП приводит к перераспределению дислокаций, что способствует формированию более однородной зеренной структуры. Это подтверждается отсутствием субмикрокристаллических областей с высокой плотностью дислокаций на снимках ПЭМ. При этом фазовый состав исследуемых образцов не изменился и преимущественно состоит из зерен В2-аустенита и мартенситоподобных кристаллов R-фазы, а также частиц фазы Ti_3Ni_4 (рисунок 10, ж-м).

Анализ размерных характеристик по светлопольным изображениям показывает, что ПДО не приводит к существенному изменению среднего размера структурных элементов – рассчитанные значения не выходят за пределы доверительного интервала. Так, для образца, подвергнутого предварительному СС в течение 1 часа и КН РКУП + ПДО средний размер структурных элементов составляет 115 ± 7 нм (рисунок 10, ж), а в образце после более длительного предварительного СС (рисунок 10, к) – 103 ± 6 нм.

Полученные результаты показывают, что проведение комбинированной ТМО, включающей предварительное СС, ИПД по схеме КН РКУП и ПДО способствует формированию однородной нанозеренной микроструктуры в объемных заготовках стареющего СПФ Ti-Ni. Помимо этого, было продемонстрировано, что частицы фазы Ti_3Ni_4, способствуют сдерживанию миграции границ зерен. Это обеспечивает формирование более мелкодисперсной микроструктуры. При этом частицы меньшего размера (после СС 1 ч), обеспечивают более эффективное сдерживание миграции межзеренных границ, по сравнению с более крупными частицами фазы Ti_3Ni_4 (после СС 5 ч).

Результаты анализа температур МП методом ДСК образцов СПФ Ti-Ni после КН РКУП и ПДО представлены на рисунке 11. После 3 проходов КН РКУП предварительно состаренного в течение 1 часа образца СПФ Ti-Ni наблюдается сильное снижение температуры $M_к$ до значений ниже -100 °С (рисунок 11, г), а после СС 5 ч + КН РКУП до -95 °С. Следует также отметить, что после ИПД наблюдается значительное увеличение температурного диапазона между B2→R и R→B19` превращениями. Наблюдаемое явление обусловлено деформационным упрочнением материала вследствие проведения КН РКУП и увеличении дефектов кристаллической решетки, которые препятствуют образованию B19`-мартенсита в процессе МП.

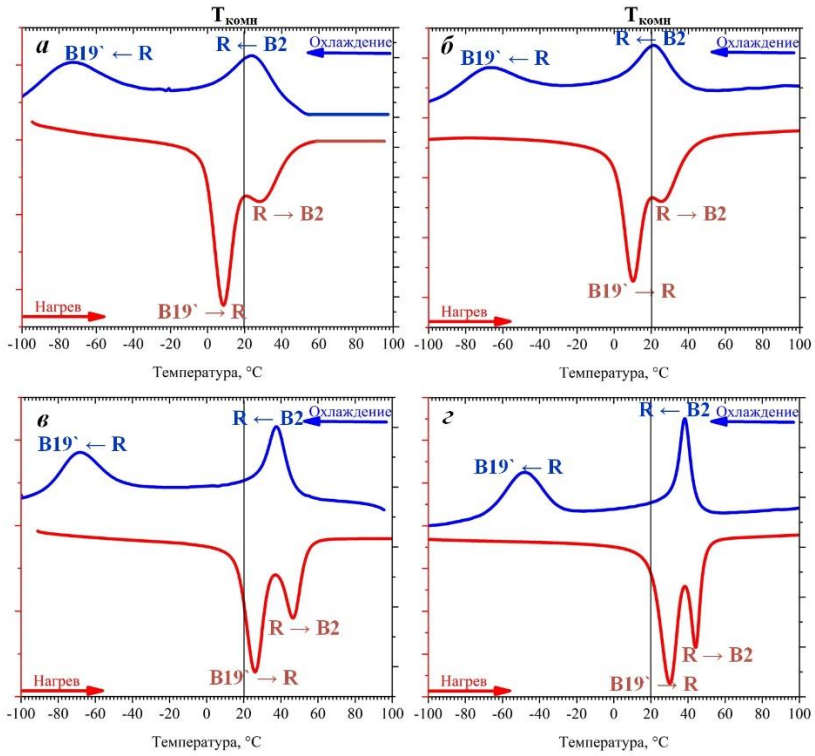

Рисунок 11 – Калориметрические кривые образцов после ТМО: а – (СС 450 °С, 1 ч) + КН РКУП; б – (СС 450 °С, 5 ч) + КН РКУП; в – (СС 450 °С, 1 ч) + КН РКУП + ПДО; г – (СС 450 °С, 5 ч) + КН РКУП + ПДО

ПДО в течение 1 часа приводит к повышению температур как прямого, так обратного МП, и к обособлению калориметрических пиков, соответствующих превращению через R-фазу. После комбинированной ТМО, включающей предварительное СС, КН РКУП и ПДО, температуры восстановления формы находятся в интервале близком к температурам человеческого организма.

Таким образом анализ результатов ДСК показывает, что проведение ТМО по исследуемым режимам вызывает изменение стадийности протекания МП. А проведение ПДО приводит к приближению температуры восстановления формы к температурам 35-40 °С.

Комплекс механических и функциональных свойств исследуемых образцов СПФ Ti-Ni, сформированных в результате комбинированной ТМО, оценивали путем проведения испытаний на растяжение, трехточечный изгиб и измерения твердости. По диаграммам деформации при растяжении (рисунок 12) были определены численные значения следующих параметров: предела прочности ($\sigma_в$), фазового ($\sigma_ф$) и дислокационного ($\sigma_д$) пределов текучести, и относительного удлинения до разрушения (δ). Рассчитанные значения этих параметров, а также твердости и максимальной полностью обратимой деформации (ε_{rt}), приведены в сводной таблице 3.

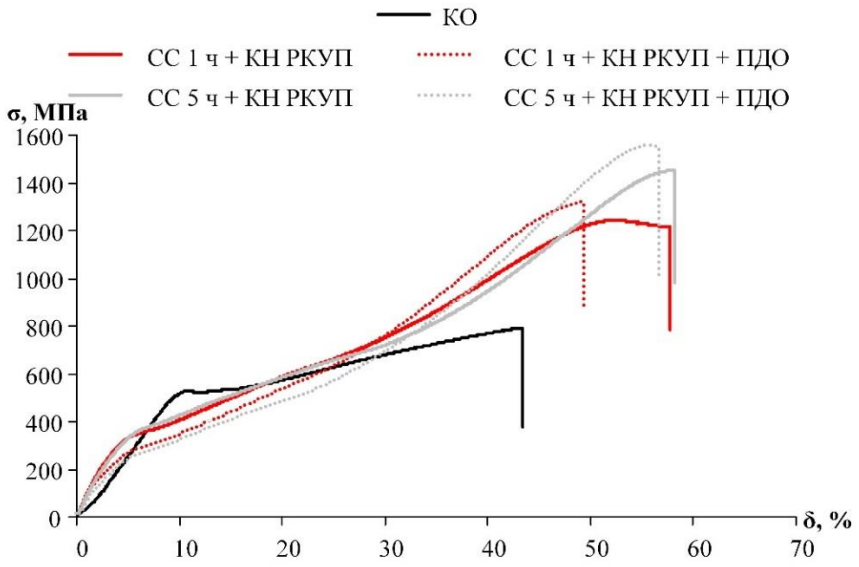

Рисунок 12 – Диаграммы деформации исследуемых образцов после всех режимов ТМО

Таблица 3. – Прочностные и функциональные характеристики СПФ Ti-Ni после комбинированной ТМО включающей КН РКУП

Режим ТМО	$\sigma_в$ МПа	$\sigma_ф$, МПа	$\sigma_д$, МПа	$\Delta\sigma$, МПа	δ, %	HV	ε_{rt}, (%)
КО	795	505	670	165	30	214 ± 7	4,0 ± 0,2
СС 1 ч + КН РКУП	1250	200	1170	970	45	298 ± 9	11,1 ± 0,2
СС 1 ч + КН РКУП + ПДО 1 ч	1320	130	1225	1095	36	298 ± 9	11,3 ± 0,2
СС 5 ч + КН РКУП	1453	175	1355	1180	42	285 ± 8	11,2 ± 0,2
СС 5 ч + КН РКУП + ПДО 1 ч	1562	120	1410	1290	39	286 ± 8	11,6 ± 0,2

Проведение КН РКУП после предварительного СС образцов СПФ Ti-Ni приводит к сильному увеличению твердости по сравнению с исходным состоянием после КО. Наиболее высокие значения твердости были зафиксированы в образцах, подвергнутых ТМО по режимам СС 1 ч + КН РКУП и ПДО (298 ± 9 ед. HV). Для образца после 5 часового СС и КН РКУП твердость несколько ниже (285 ± 8 ед. HV) (таблица 2). Рост значений твердости исследуемых образцов обусловлен вкладом дисперсионного твердения материала вследствие выделения частиц фазы Ti_3Ni_4, а также деформационным упрочнением в процессе КН РКУП. ПДО в течение 1 часа не приводит к изменению твердости исследуемых образцов.

По результатам испытаний на растяжение (рисунок 12, таблица 3) установлено, что наименьший уровень механических свойств наблюдается в крупнозернистом состоянии после КО. Проведение предварительного СС и КН РКУП приводит к значительному повышению механических свойств сплава: предел прочности $\sigma_в$ увеличивается с 795 МПа (КО) до 1250 МПа (СС 1 ч + КН РКУП), а разность между дислокационными и фазовым пределами текучести $\Delta\sigma$ повышается с 165 до 970 МПа. Стоит отметить, что исходного структурного состояния СПФ Ti-Ni на механические свойства сплава после КН РКУП. В наиболее состаренном состоянии значения $\sigma_в$ и $\Delta\sigma$ выше на 203 и 120 МПа соответственно по сравнению с образцом после СС 1 ч + КН РКУП. ПДО в течение 1 часа приводит к дополнительному увеличению механических свойств материала в среднем на 100 МПа (таблица 3).

Способность сплава восстанавливать первоначальную форму также повышается в результате КН РКУП, что наблюдается по увеличению значений максимальной полностью обратимой деформации (ε_{rt}) (таблица 3). После КО, эта характеристика принимает минимальное значение (4,0 ± 0,2 %), что характерно для рекристаллизованного СПФ Ti-Ni. Проведение КН РКУП в сочетании с предварительным СС приводит к кратному повышению способности формовосстановления сплава до ε_{rt} = 11,1 ± 0,2 %. Максимальные значения прочностных и функциональных характеристик были достигнуты после ТМО по режиму СС 5 ч + КН РКУП + ПДО 1 ч. Проведение ПДО в течение 1 часа сохраняет высокие значения ε_{rt} на уровне ~ 11 %.

На основании анализа результатов исследований, охватывающих деформацию сжатием в интервале температур 300-500 °С (Глава 3), интенсивную пластическую деформацию кручением (Глава 4) и равноканальное угловое прессование в квазинепрерывном режиме (Глава 5) можно заключить, что все поставленные цели и задачи настоящей работы были достигнуты.

Исследование особенностей и закономерностей формирования структурно-фазового состояния и свойств в стареющих СПФ Ti-Ni в процессе ДС и СС позволило определить наиболее благоприятную температуру проведения деформации (430-500 °С) с точки зрения формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, а также последующего выделения и роста частиц фазы Ti_3Ni_4 в процессе статического старения. В работе показана возможность проведения ИПД кручением с накоплением значительных степеней деформации (e = 4,3) без разрушения стержневой заготовки стареющего СПФ Ti-Ni и формированием УМЗ структуры B2-аустенита, обеспечивающей повышенный уровень

функциональных свойств. Установлено, что предварительное статическое старение оказывает влияние на формирование конечного структурно-фазового состояния образцов стареющего СПФ Ti-Ni в результате как умеренной, так и интенсивной пластической деформаций. Формирование нанокристаллической структуры в объемной заготовке стареющего СПФ Ti-Ni с повышенным комплексом механических и функциональных свойств стало возможно в результате применения комбинированной ТМО, включающей предварительное статическое старение и ИПД по схеме КН РКУП.

Таким образом, общие рекомендации по ТМО объёмных образцов стареющего СПФ Ti-Ni с целью значительного измельчения структуры и повышения комплекса свойств заключаются в проведении предварительного статического старения заготовок и интенсивной пластической деформации при температуре 430-500 °С.

Выводы

1. Исследовано влияние процессов динамического и статического деформационного старения на структуру и свойства стареющего СПФ Ti-50,8 ат. %Ni. Установлено, что основным фактором, оказывающим влияние на структурно-фазовое состояние и свойства СПФ Ti-Ni, является температура деформации, а степень деформации, при наличии установившейся стадии деформации, в пределах этой стадии (e = 0,5-1,3) имеет второстепенное значение.
2. При выборе режима проведения деформации предпочтение следует отдавать температурам в интервале 430-500 °С, где происходит более интенсивное выделение наноразмерных когерентных частиц фазы Ti_3Ni_4. Деформация сжатием со степенью e = 0,9 при 430 °С формирует более дефектную структуру по сравнению с деформацией при 500 °С. Повышение температуры динамического старения В2-фазы с 300 до 500 °С способствует значительному расширению температурных интервалов прямого и обратного мартенситных превращений, а также изменению стадийности мартенситных превращений.
3. Насыщение матрицы частицами фазы Ti_3Ni_4 при статическом старении достигается быстрее в образцах, деформированных при температуре 500 °С, чем при 430 °С. Деформация в интервале температур 300-500 °С не приводит к исчерпанию ресурса старения. Последующее статическое старение в течение 1 и 10 часов при 430 °С приводит к дальнейшему выделению и росту частиц фазы Ti_3Ni_4, приводящим к изменению свойств СПФ Ti-Ni, что открывает дополнительные возможности их регулирования.
4. Опробована новая для стареющего СПФ Ti-Ni схема ИПД кручением объемных стержневых образцов. Определена нижняя критическая температура деформации, приводящая к разрушению заготовок СПФ Ti-Ni после 2 полных оборотов: 400 ºС. Температура деформации кручением 450 ºС и выше позволяет осуществить 14 полных оборотов заготовки без ее разрушения и накопить истинную деформацию e = 4,3. Средний размер структурных элементов в результате деформации при 450-500 ºС и e = 4,3 составляет около 300 нм, что приводит к значительному повышению твердости (с 218 до 290-307 ед.HV) и максимальной полностью обратимой деформации (с 4,0 до 9,7-10,4 %) по сравнению с КО.
5. РКУП в квазинепрерывном режиме (КН РКУП) стареющего СПФ Ti-Ni в различных исходных состояниях и ПДО приводит к значительному измельчению структурных элементов до размера характерного для нанокристаллической структуры 115 ± 7 нм после предварительного статического старения в течение 1 ч и 103 ± 6 нм после предварительного статического старения в течение 5 ч.
6. Предварительное статическое старение оказывает влияние на формирование конечного структурно-фазового состояния образцов стареющего СПФ Ti-Ni в результате как умеренной, так и интенсивной пластической деформаций. Предварительное статическое старение в течение 5 часов при 450 °С приводит к формированию более мелкодисперсной структуры после деформации по схемам ИПД кручением и КН РКУП.

7. Формирование наноструктурного состояния методом КН РКУП в объемных заготовках стареющего СПФ Ti-Ni приводит к значительному повышению предела прочности (с 795 до 1562 МПа) и полностью обратимой деформации $Ɛ_{rt}$ (с 4 до 11,6 %) по сравнению с КО, что сопоставимо с лучшими значениями свойств, получаемыми в наноструктурных СПФ Ti-Ni.

8. По результатам проведенных исследований особенностей формирования структурно-фазового состояния и свойств стареющего СПФ Ti-Ni получен Патент РФ на изобретение, зарегистрировано 3 ноу-хау, и разработаны рекомендации по оптимизации параметров технологии для получения заготовок стареющего СПФ Ti-Ni с повышенным комплексом механических и функциональных свойств, использованные в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

Перечень основных публикаций по результатам диссертации:

1. V. Komarov, **V. Cherkasov**, R. Karelin, W. Cai, I. Khmelevskaya, V. Andreev, U. Prahl, V. Yusupov, C. Yang, S. Prokoshkin Dynamic and Post-Deformation Static Aging as an Integrated Approach to Thermomechanical Processing of TiNi Shape Memory Alloys // Journal of Manufacturing and Materials Processing, 10(8) (2026), 278.
2. V. Komarov, R. Karelin, **V. Cherkasov**, I. Postnikov, G. Korpala, I. Khmelevskaya, S. Prokoshkin Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Severe Torsion Deformation // Procedia Structural Integrity. 69 (2025) 76-79.
3. V.S. Komarov, **V.V. Cherkasov**, R.D. Karelin, A.A. Osokin, V.A. Andreev, I.Yu. Khmelevskaya, V.S. Yusupuv, S.D. Prokoshkin Study of the Effect of Cold Deformation on the Structural-Phase State and Properties of Titanium Nickelide in Various Initial States. Inorg. Mater. Appl. Res**.** *17* (2026)**,** 922–930. В. С. Комаров, В. В. Черкасов, Р. Д. Карелин, А. А. Осокин, В. А. Андреев, И. Ю. Хмелевская, В. С. Юсупов, С. Д. Прокошкин Исследование виляния холодной деформации на структурно-фазовое состояние и свойства никелида титана в различных исходных состояниях // ФХОМ, 6 (2025), 59-68.
4. V. Komarov, R. Karelin, **V. Cherkasov**, V. Yusupov, Gr. Korpala, R. Kawalla, U. Prahl, S. Prokoshkin Effect of severe torsion deformation on structure and properties of titanium-nickel shape memory alloy // Metals, 13(6) (2023), 1099.
5. R. Karelin, V. Komarov, **V. Cherkasov**, I. Khmelevskaya, V. Andreev, V. Yusupov, S. Prokoshkin Structure and Properties of NiTi Shape Memory Alloy after Quasi-continuous E.C.A.P. in Various Aged States // Metals, 13(11) (2023), 1829.

Результаты интеллектуальной деятельности:

1. Способ получения объемных образцов никелида титана с нанокристаллической структурой: пат. 2841569 Рос. Федерация: C22F1/10 C22F1/18 B21J5/00 B82Y40/00 / Черкасов В.В., Карелин Р.Д., Комаров В.С., Хмелевская И.Ю., Андреев В.А., Юсупов В.С., Прокошкин С.Д. заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» - №2024125036; заявл. 27.08.24; опубл. 09.06.25, Бюл. №16. – 6 с. (ВАК)
2. Способ повышения прочностных характеристик СПФ TiNi путем воздействия комбинированной термомеханической обработки, ноу-хау №16-787-2025 ОИС от 13 ноября 2025, Черкасов В.В., Комаров В.С., Хмелевская И.Ю., Карелин Р.Д.
3. Способ повышения комплекса свойств заэквиатомного сплава на основе никелида титана по схеме РКУП в оболочке, ноу-хау №15-787-2025 ОИС от 13 ноября 2025, Карелин Р.Д., Черкасов В.В., Хмелевская И.Ю., Комаров В.С.
4. Способ комбинированной термомеханической обработки никелида титана для повышения твердости, ноу-хау № 05-787-2024 ОИС от 27 июля 2024, Черкасов В.В., Комаров В.С., Карелин Р.Д., Хмелевская И.Ю., Прокошкин С.Д.

Другие публикации

1. Effect of Equal Channel Angular Pressing in Core-Shell Mode on the Structure and Properties of Nickel-Enriched Titanium Nickelide Shape Memory Alloy. Journal of alloys and compounds 2025, V. 1044, 184590. R. Karelin, V. Komarov, I. Khmelevskaya, **V. Cherkasov**, V. Andreev V. Yusupov, S. Prokoshkin.
2. Production of rods and sheets from TiNiHf alloy with high-temperature shape memory effect by longitudinal rolling and rotary forging methods. Obrabotka metallov, 2025, V.27, №3, pp. 37-49. R. Karelin, V. Komarov, **V. Cherkasov**, A. Osokin, K. Sergienko, V. Yusupov, V. Andreev // Получение прутков и полос из сплава TiNiHf с высокотемпературным эффектом памяти формы методами продольной прокатки и ротационной ковки. Обработка металлов. 2025, Т.23, №3, с. 37-49. Р. Карелин, В. Комаров, **В. Черкасов**, А. Осокин, К. Сергиенко, В. Юсупов, В. Андреев.
3. Production and plugging of TiNi SMA tube shell on a screw rolling mill. Non-ferrous metals, 2024, №2, pp. 95-101. R.D. Karelin, V.S. Komarov, **V.V. Cherkasov**, V.A. Andreev.
4. Деформационное поведение и свойства прутков никелида титана после горячей винтовой прокатки. Прокатное производство. 2024. № 23. В. А. Андреев, Р. Д. Карелин, В. С. Комаров, М. П. Куприков, М. М. Скрипаленко, **В. В. Черкасов**, Н. В. Лайшева, В. С. Юсупов.
5. Evolution of Structure and Properties of Nickel-Enriched NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Bi-Axial Deformation. Materials, 2023, 16(2), 511. V. Komarov, R. Karelin, I. Khmelevskaya, **V. Cherkasov**, V. Yusupov, Gr. Korpala, R. Kawalla, U. Prahl, S. Prokoshkin.
6. Production, Mechanical and Functional Properties of Long-Length TiNiHf Rods with High-Temperature Shape Memory Effect. Materials, 2023, 16(2), 615. R. Karelin, V. Komarov, **V. Cherkasov**, V. Yusupov, S. Prokoshkin, V. Andreev.
7. Влияние режимов ротационной ковки и последеформационной термической обработки на механические и функциональные свойства никелида титана. Металлург. 2023. №12, С.87. В.А. Андреев, Р.Д. Карелин, В.С. Комаров, **В.В. Черкасов**, Н.А. Дормидонтов, Н.В. Лайшева, В.С. Юсупов.
8. Deformability of TiNiHf shape memory alloy under rolling with pulsed current. Obrabotka Metallov, 2022, 24(3), pp. 66–75. V. Stolyarov, V. Andreev, R. Karelin, U. Ugurchiev, **V. Cherkasov**, V. Komarov, V. Yusupov. // Деформационная способность сплава с памятью формы TiNiHf при прокатке с импульсным током. Обработка металлов, 2022, № 24(3), 66-75. В.В. Столяров, В.А. Андреев, Р.Д. Карелин, У. Угурчиев, **В.В. Черкасов**, В.С. Комаров, В.С. Юсупов.
9. Effect of temperature-deformation regimes of equal channel angular pressing in core-shell mode on the structure and properties of near-equiatomic titanium nickelide shape memory alloy. Journal of Alloys and Compounds. 2024, 1005, 176071. R Karelin, V Komarov, I Khmelevskaya, **V Cherkasov**, V Andreev, V Yusupov, S Prokoshkin.
10. Получение полос из сплава TiNiHf с высокотемпературным эффектом памяти формы. Деформация и разрушение материалов. 2025. Р.Д. Карелин, В.С. Комаров, **В.В. Черкасов**, У.Х. Угурчиев, А.И. Огарков, В.С. Юсупов, В.В. Столяров, В.А. Андреев.