

# Особенности зёрненно-субзёрненной структуры сплава $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$ после мегапластической деформации методом абс прессования и последующего отжига

К. В. Круковский, А. И. Лотков, В. Н. Гришков,  
А. А. Гусаренко, Д. И. Бобров

Методом дифракции обратно рассеянных электронов исследованы особенности зёрненно-субзёрненной структуры сплава  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  (ат. %) после мегапластической деформации методомковки с переменной осидеформирования (абс прессования) при 573 К и последующего отжига. Показано, что наилучшее детектирование картин зёрненно-субзёрненной структуры сплава  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  после заданной ему истинной деформации  $\epsilon = 9,55$  и отжига при 773 К в течение 2 ч наблюдается в зонах без мартенситного рельефа на поверхности образцов. Наиболее чёткие картины дифракции обратно рассеянных электронов наблюдаются в центральной части зёрен, а с удалением от центра зерна качество линий Кикучи ухудшается. Расчёт по эквивалентному диаметру зерна показал, что средняя величина зерна равна  $0,203 \pm 0,053$  мкм. Зёрна имеют в основном форму в виде эллипса с соотношением осей 0,48. Зёрна вытянутой формы вдоль их длины имеют дискретно-непрерывную разориентацию кристаллической структуры, которая может достигать 5 градусов на 1 мкм.

**Ключевые слова:** никелид титана, изотермическое абс прессование, дифракция обратно рассеянных электронов, зёрненно-субзёрненной структура.

DOI: 10.30791/1028-978X-2023-12-59-70

## Введение

Известно, что сплавы на основе никелида титана проявляют термоупругие мартенситные превращения (МП), которые являются основой эффектов памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности, и эти эффекты используются в технике и медицине [1 – 11]. Последнее десятилетие сплавы с субмикро- и нанокристаллической структурами, которые получают методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [12 – 16], представляют особый интерес, как с точки зрения фундаментальных и прикладных исследований, так и разработки различных устройств. Это обусловлено значимым увеличением пределов текучести и прочности этих сплавов при сохранении удовлетворительной пластичности, что важно при конструировании микро- и наноразмерных хирургических инстру-

ментов, роботов и сердечно-сосудистых имплантатов нового поколения [9]. Наиболее подходящими для этих целей являются двойные сплавы на основе никелида титана с избыточным содержанием атомов Ni относительно эквиатомного состава. Образцы сплавов на основе TiNi с субмикро- и нанокристаллической структурами (СМК и НК) получают такими методами, как абс прессование [17, 18] и равноканально-угловое прессование (РКУП) [12, 19 – 21]. Влияние РКУП на величину зёрен-субзёрен в сплавах на основе TiNi при 623 – 773 К исследовано в [22 – 34], а абс прессования в [17, 18, 35, 36]. Исследование механических свойств, а также проявлений ЭПФ и сверхупругости в зависимости от средней величины зерна в этих сплавах после РКУП проведены в [22 – 34], а после абс прессования в [35 – 40]. Было установлено, что при средней величине зёрен-субзёрен

250 – 300 нм образцы сплавов достигают предела прочности до 1200 МПа при пластичности около 50 %. Такая прочность СМК и НК материалов обусловлена, прежде всего, высокой плотностью дислокаций ( $\rho_d$ ) и большой протяжённостью неравновесных малоугловых и большеугловых границ [12]. В [12, 41 – 44] показано, что плотность дислокаций в металлах и сплавах после ИПД варьируется от  $10^{14}$  до  $10^{16}$  м<sup>-2</sup>. Хорошо известно, что  $\rho_d \sim 10^{18}$  м<sup>-2</sup> является предельной плотностью дислокаций, при которой кристаллическая решётка ещё может существовать. В [45] показано, что после восьми проходов РКУП при 723 К плотность дислокаций в сплаве Ti<sub>49,2</sub>Ni<sub>50,8</sub> (ат. %) увеличивается от  $0,5 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup> в крупнозернистом состоянии до  $5,3 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup> в СМК состоянии. В [46] после abc прессования при 573 К образцов сплава Ti<sub>49,2</sub>Ni<sub>50,8</sub> (ат. %) с заданной величиной истинной деформации  $e = 9,55 \rho_d$  увеличилась от  $10^{14}$  м<sup>-2</sup> в исходном крупнозернистом состоянии до  $2 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup> при средней величине зёрен-субзёрен 0,13 мкм. После ИПД отжига образцов при температурах, при которых скорость роста зёрен-субзёрен в результате развития процессов возврата мала, могут понизить степень неравновесности СМК и НК структуры в этих образцах. Это может облегчить исследование особенностей сформированной зёренно-субзёренной структуры. Однако в предшествующий период исследования сплавов на основе TiNi с СМК и НК структурами после отжигов были направлены, в основном, на изучение изменений механических свойств, а также ЭПФ и сверхэластичности, которые обусловлены изменением средней величины зёрен-субзёрен [47 – 51]. Исследований особенностей строения зёренно-субзёренной структуры после ИПД в сплавах на основе никелида титана крайне мало. В [52] образцы сплава Ti<sub>49,5</sub>Ni<sub>50,5</sub> (ат. %) были подвергнуты холодной прокатке до величины деформации 39 % включительно. После этого в [52] были проведены кратковременные изохронные отжиги образцов длительностью 10 мин в интервале температур 573 – 723 К, было установлено, что средняя величина зёрен-субзёрен возросла с 10 до 47 нм, а плотность дислокаций при этом понизилась от  $6,7 \cdot 10^{15}$  до  $1,1 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup>. В целом, для формирования физических представлений о процессах эволюции зёренно-субзёренной структуры в СМК и НК сплавах на основе TiNi при повышенных температурах после ИПД и моделирования этих процессов необходимы дальнейшие исследования, результаты которых важны и для практического применения этих интеллектуальных материалов.

Цель настоящей работы — исследование особенностей зёренно-субзёренной структуры сплава Ti<sub>49,8</sub>Ni<sub>50,2</sub> (ат. %) после мегапластической деформации методом ковки с переменной оси деформирования при 573 К и последующего отжига методом автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов.

## Материалы и методы эксперимента

Исследования проведены на сплаве Ti<sub>49,8</sub>Ni<sub>50,2</sub> (ат. %) производства ООО “Промышленный центр МАТЭК-СПФ” (Москва, Россия). Выбор состава сплава обусловлен тем, что он обладает повышенной пластичностью, что давало возможность задать образцам большую величину деформации методом ковки с переменной оси деформирования при пониженных температурах. Прутки сплава диаметром 20 мм были разрезаны на заготовки длиной 25 мм, которые затем были помещены в печь и при 1073 К, выдержаны в течение 10 мин. После этого заготовки были обжаты под прессом в трёх взаимно перпендикулярных направлениях для получения кубических образцов с длиной стороны куба 20 мм. Далее эти образцы подвергали ковке с переменной оси деформирования при 573 К с помощью гидравлического пресса МИС-6000К (МИСиС, Москва). Подготовленные образцы помещали в прессформу для осуществления процесса abc прессования и выдерживали в печи при температуре 573 К в течение 10 мин. Затем прессформу с образцом помещали на гидравлический пресс и образец сжимали со скоростью  $0,16 – 0,18$  с<sup>-1</sup>. Понижение температуры образцов в конце каждого акта сжатия не превышало 10 К. Каждый цикл abc прессования состоял из деформации сжатия образцов в трёх взаимно перпендикулярных направлениях. После каждого акта сжатия образец извлекали из прессформы и, не охлаждая, вновь размещали в прессформе таким образом, чтобы обеспечить проведение деформации образца в перпендикулярном направлении относительно направления предыдущей деформации. Перед каждым циклом деформации образца прессформу с образцом подогрели до температуры 573 К. Истинная деформация образцов, однократно спрессованных в одном направлении, составляла от  $e \approx 0,15$  до  $e \approx 0,30$ . Величина истинной деформации образцов составила  $e = 9,55$ . После abc прессования был проведён отжиг образцов два раза по 1 ч при 773 К в атмосфере гелия.

Микроструктуру образцов сплава исследовали на оборудовании ЦКП “НАНОТЕХ” ИФПМ СО РАН с помощью растрового электронного микро-

скопа Arpeo 2 S с приставкой для исследования дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ) EDAX Velocity Super. Для обработки спектров дифракции обратно рассеянных электронов использовали программное обеспечение EDAX OIM Analysis V8.60. Для получения картин зеренно-субзеренной структуры методом ДОЭ использовали карты с различной цветовой кодировкой: Inverse Pole Figure; Image Quality; Grain Shape Aspect Ratio; Grain Orientation Spread. Образцы для исследования микроструктуры вырезали с помощью электроразрядной машины. После вырезки образцы представляли собой пластины с размерами  $10 \times 15 \times 1,2$  мм<sup>3</sup>. Предварительная обработка поверхности образцов включала механическую шлифовку с помощью шлифовально-полировальной машины Saphir 350 (Audit Diagnostics, Business & Technology Park, Carrigtwohill, Co. Cork, Ireland) с использованием абразивной бумаги на основе карбида кремния с постепенным уменьшением зернистости до 1200. Качество поверхности образцов доводили шлифованием на алмазной пасте дисперсностью 3 мкм до зеркального блеска с шероховатостью  $Ra \leq 0,1$  мкм. Финальную подготовку поверхности образцов проводили методом электролитической полировки в электролите состава: 3 ч  $\text{CH}_3\text{COOH}$  + 1 ч  $\text{HClO}_4$ ; толщина удаленного слоя поверхности образцов была больше толщины наклепанного слоя, образующегося в результате механической шлифовки.

## Результаты и обсуждение

В сплаве данного состава при комнатной температуре в зависимости от предшествующей термомеханической обработки могут наблюдаться высокотемпературная B2 фаза (ОЦК решётка, упорядоченная по типу CsCl), мартенситные фазы B19' (орторомбическая решётка с моноклинным искажением) и R (ромбоэдрическая структура). Из результатов исследований методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа [39, 53] следует, что в образцах после abc прессования с заданной величиной истинной деформации  $e = 9,55$  присутствует некоторое количество R-фазы и фазы B19'. В связи с этим в данной работе, используя программное обеспечение, было проведено дополнительное сканирование полученных карт с добавлением указанных выше фаз. Вероятность присутствия в образцах определённой фазы оценивается программным обеспечением доверительным индексом CI (Confidence Index). Из результатов индексирования картин дифракции обратно рассеянных электронов от образцов следует,

что наибольший средний доверительный индекс имеет фаза B2 —  $CI = 0,203$ , для B19' —  $CI = 0,05$ , а для R он имеет наименьшее значение —  $CI = 0,02$ . Таким образом, сопоставление экспериментальных линий Кикучи с картинками дифракции для разных фаз из базы данных программного обеспечения микроскопа показало, что наилучшее совпадение этих картин Кикучи наблюдается для B2 фазы.

Исследование образцов сразу после задания им величины истинной деформации  $e = 9,55$  и после отжига при 673 К и 773 К в течение 1 ч показало, что получение картин зеренно-субзеренной структуры методом ДОЭ затруднено или невозможно. Оказалось, что даже после отжига при 773 К в течение 1 ч количество детектированных точек на карте было менее 20 % от площади сканирования поверхности образцов. Низкий процент детектирования точек сканирования в нашем случае может быть связан с высокой плотностью дефектов кристаллического строения в образцах сразу после abc прессования. Возможности для исследования зеренно-субзеренной структуры в этих образцах осложняются ещё и тем, что средняя величина этих зерен-субзерен после заданной образцам истинной деформации  $e = 9,55$  при 573 К, которая определена методом просвечивающей электронной микроскопии, равна около 130 нм [53]. При этом плотность дислокаций, которая была определена в работе [46] методом рентгеноструктурного анализа, равна  $2,2 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup>. Кроме того, на поверхности образцов наблюдаются участки с рельефом, который характерен для мелкодисперсной мартенситной фазы, что тоже приводит к размытию и искажению линий Кикучи. Вместе с тем на поверхности образцов были обнаружены довольно обширные области, где нет характерного для мартенситной фазы рельефа на поверхности образцов (рис. 1а, 1б). В этих областях наблюдалось наилучшее детектирование картин, получаемых методом ДОЭ, что свидетельствует о том, что плохое детектирование определённых участков образцов может быть связано не только с высокой плотностью дефектов кристаллической структуры, но и с присутствием мелкодисперсной мартенситной фазы, размеры доменов (ламелей) которой меньше предела пространственного разрешения метода ДОЭ.

Из карты качества картин дифракции обратно рассеянных электронов (рис. 1с, 1д) также следует, что наилучшее качество данных картин, а значит и наилучшее детектирование картин зеренно-субзеренной структуры, наблюдается в зонах без мартенситного рельефа на поверхности образцов (рис. 1б). На карте качества картин дифракции об-

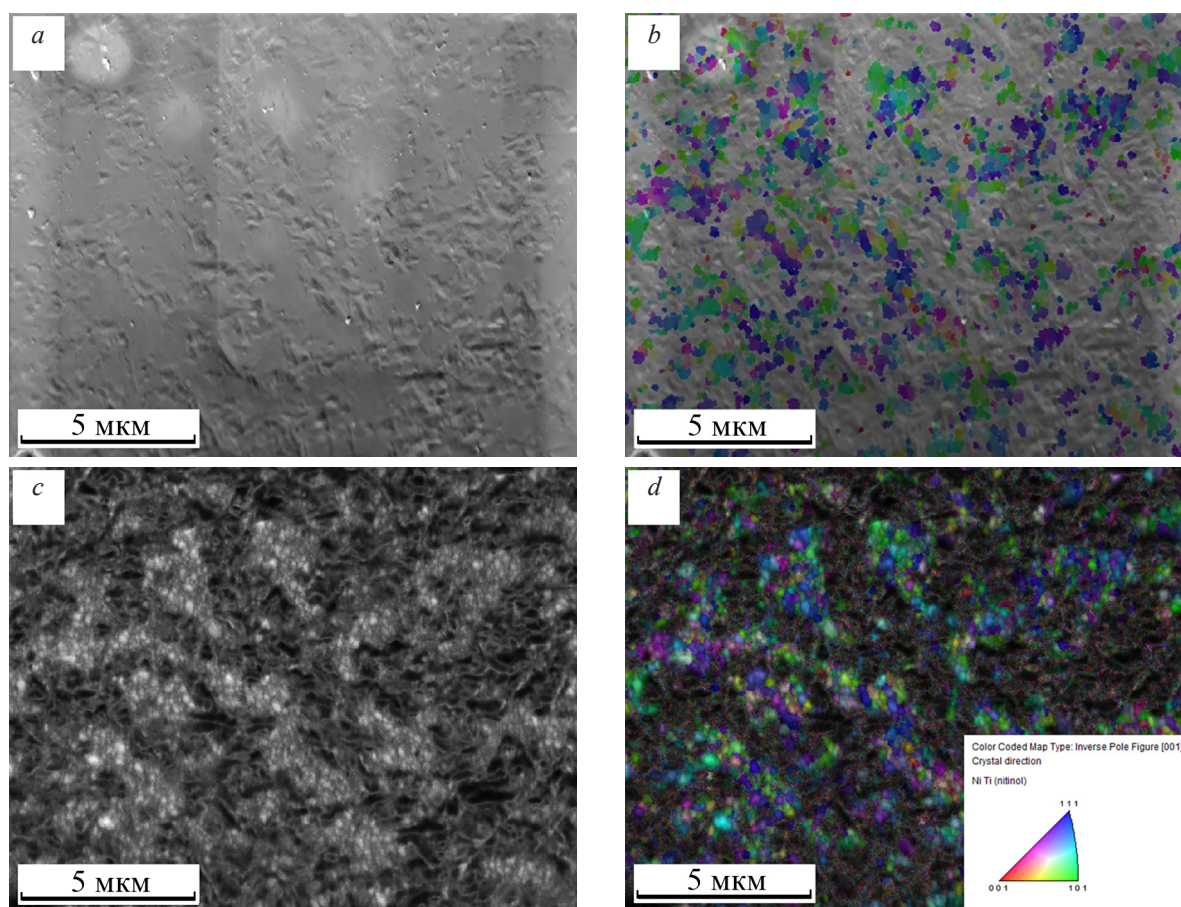


Рис. 1. СЭМ изображения с ДОЭ: *a* — область сканирования образцов; *b* — поверхность образцов с наложенной на неё ориентационной картой в соответствии с обратной полюсной фигурой (вставка на *d*); *c* — карта качества картин дифракции; *d* — карта качества картин дифракции с наложенной на неё ориентационной картой.

Fig. 1. SEM images of the samples with EBSD method: *a* — scanning area of the surface of the samples; *b* — surface of the samples with an orientation map superimposed on it in accordance with the inverse pole figure (inset on *d*); *c* — map of the quality of diffraction patterns; *d* — map of the quality of diffraction patterns with an orientation map superimposed on it.

ратно рассеянных электронов этим областям соответствуют более светлые участки (рис. 1 *c*).

С целью уменьшения количества дефектов кристаллической структуры был проведён дополнительный отжиг образцов при 773 К в течение 1 ч. Это привело к тому, что на поверхности образцов не наблюдался характерный для мартенситной фазы рельеф (рис. 2*a*), а относительная доля детектированной поверхности существенно увеличилась и составила не менее 40 % от всей площади карты.

Из анализа карты качества картин дифракции (рис. 2*c*) следует, что наилучшее детектирование этих картин происходит в центральной части зёрен (чем светлее точка на карте качества картин дифракции, тем выше качество линий Кикучи в данной точке сканирования), а с удалением от центра зерна детектирование спектров дифракции обратно рас-

сеянных электронов ухудшается. Это может быть связано с более высокой плотностью дефектов

Так как область взаимодействия электронного луча с окружающим материалом (глубина ~ 50 нм, диаметр этой области всегда больше диаметра пучка) в нашем случае может быть сопоставима с размерами зёрен, то фактор влияния границ зёрен на качество картин дифракции при приближении электронного луча к границе зерна начинает играть важную роль: в каких-то точках сканирования в область взаимодействия электронов с окружающим материалом могут попадать границы от нескольких зёрен. Для крупнозернистых материалов этот эффект незначителен, так как размеры зёрен на порядки больше зоны взаимодействия электронов с образцом и объёмная доля границ зёрен невелика по сравнению с образцами после авс прессования.

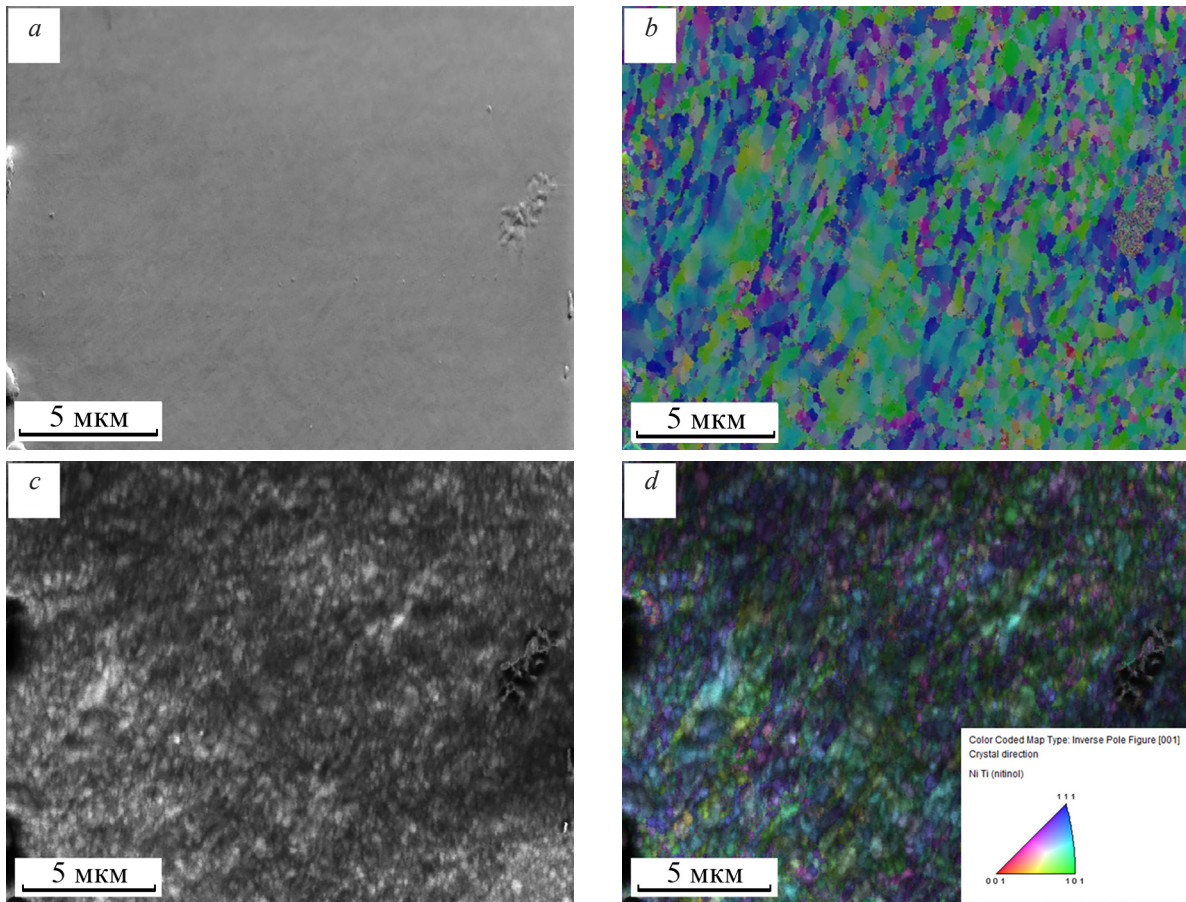


Рис. 2. СЭМ с ДОО образцов, отожженных при 773 К в течение 2 ч: *a* — область сканирования; *b* — область сканирования с наложенной на неё ориентационной картой в соответствии с обратной полюсной фигурой; *c* — карта качества картин дифракции; *d* — карта качества картин дифракции с наложенной на неё ориентационной картой.

Fig. 2. SEM image with DOE method of samples annealing at 773 K for 2 hours: *a* — scan area; *b* — scanning area with an orientation map superimposed on it in accordance with the inverse polar figure; *c* — map of the quality of diffraction patterns; *d* — map of the quality of diffraction patterns with an orientation map superimposed on it.

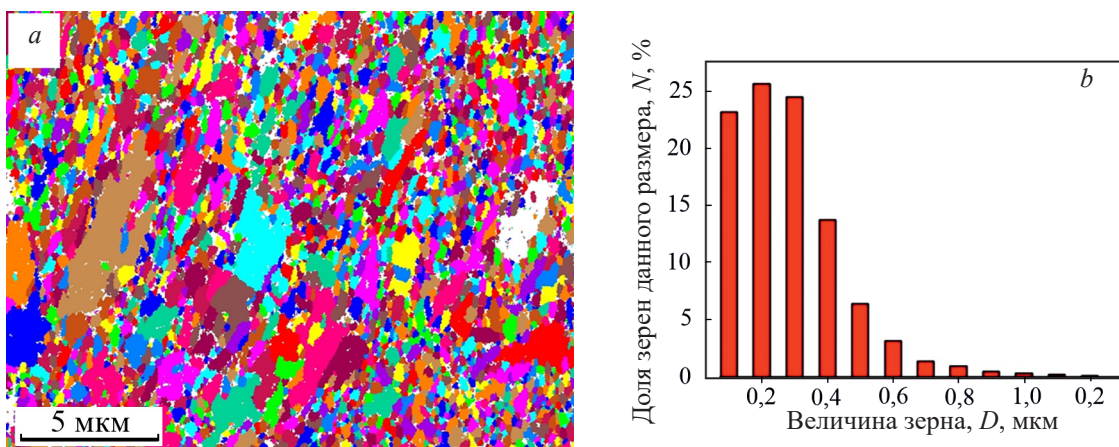


Рис. 3. Карта, на которой каждое зерно отмечено цветом (*a*); усреднённая гистограмма распределения относительного количества зёрен в зависимости от величины зёрен для всех карт, полученных на образце (*b*).

Fig. 3. Color coded map with each grain marked with a unique color (*a*); average histogram of the distribution of the relative number of grains depending on the size of the grains for all maps obtained on a given sample (*b*).

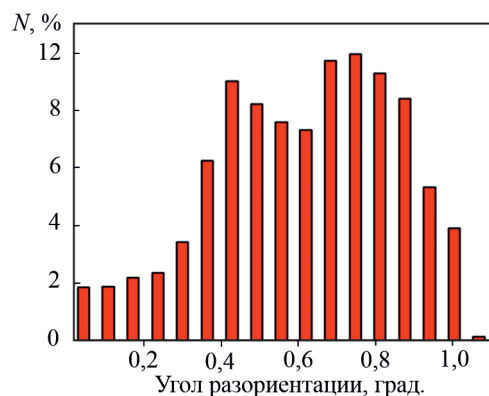


Рис. 4. Гистограмма распределения относительного количества зёрен в зависимости от величины угла их разориентации.

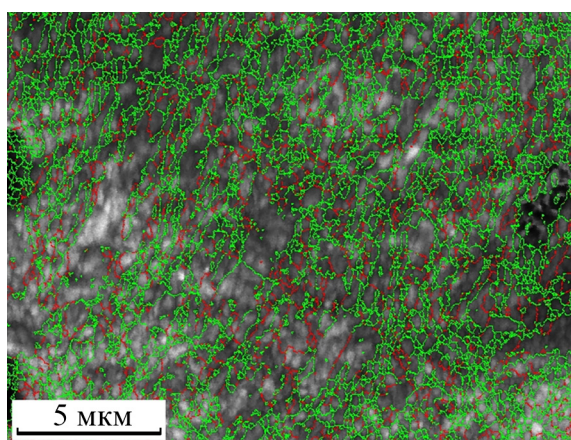
Fig. 4. Histogram of the distribution of the relative number of grains depending on the angle of their misorientation.

Несмотря на сравнительно невысокий уровень качества детектирования спектров дифракции обратно рассеянных электронов, полученные результаты позволили провести некоторый анализ зёрно-субзёрной структуры в исследуемых об-

разцах. Средний размер зёрен был определён методом по эквивалентному диаметру зерна. На рис. 3 представлена карта с цветовым кодом, показывающая зёрна, каждому из которых присвоен уникальный цвет и гистограмма распределения зёрен по размерам; средняя величина зерна составила  $0,203 \pm 0,053$  мкм.

Анализ границ зёрен в образцах показал, что зёрна преимущественно имеют большеугловую разориентацию. На рис. 4 показана гистограмма распределения относительного количества зёрен в зависимости от величины угла их разориентации.

На рис. 5 приведена карта качества картин дифракции обратно рассеянных электронов с выделенными на ней границами зёрен и субзёрен. Необходимо отметить, что под зерном подразумевается область, которую программное обеспечение определяет как отдельное зерно: данная область имеет замкнутую границу. Красным цветом отмечены границы от 2 до 15 градусов разориентации зёрен, зелёным — от 16 до 65 градусов. Соотношение протяжённости межзёрненных большеугловых границ к малоугловым составляет для всех карт примерно 5:1 (без учёта субграниц внутри зёрен).

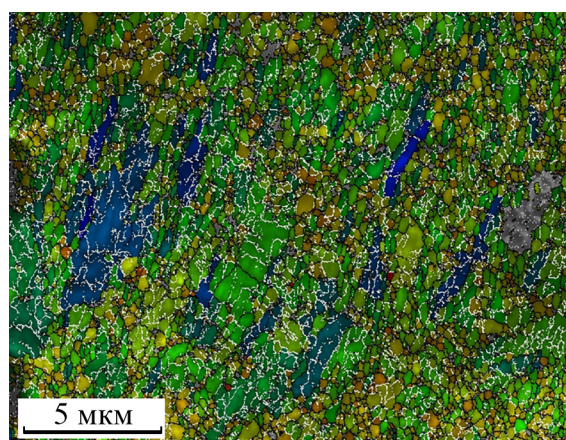


Boundaries: Rotation Angle					
	Min	Max	Fraction	Number	Length
—	2°	15°	0.219	27237	629.01 microns
—	16°	65°	0.762	94577	2.18 mm

\*For statistics - any pair of indexed points with misorientation exceeding 1° or differing in phase is considered a boundary (total number = 124176, total length = 2.87 mm)

Рис. 5. Карта качества картин дифракции с наложенными на неё границами зёрен.

Fig. 5. Map of the quality of diffraction patterns with grain boundaries superimposed on it.

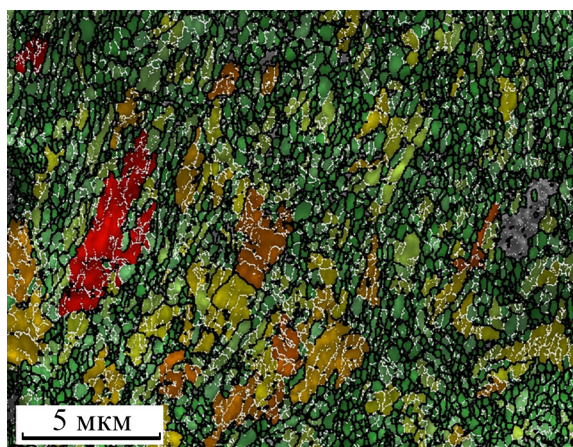


Color Coded Map Type: Grain Shape Aspect Ratio				
	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
—	0.136501	0.943421	0.926	0.926

Boundaries: Grain	
Number	Length
124176	2.87 mm

Рис. 6. Карта качества картин дифракции с наложенными на неё границами зёрен и цветовым кодом, обозначающим соотношения осей эллипса, описанного вокруг зерна.

Fig. 6. Map of the quality of diffraction patterns with grain boundaries superimposed on it and a color code indicating the ratio of the axes of the ellipse described around the grain.



Color Coded Map Type: Grain Orientation Spread

Min	Max	Fraction	Partition
0	11.3691	0.926	0.926

Boundaries: Rotation Angle

Min	Max	Fraction	Number	Length
3°	14°	0.131	52476	1.21 mm
15°	65°	0.781	96939	2.24 mm

\*For statistics - any pair of indexed points with misorientation exceeding 1° or differing in phase is considered a boundary (total number = 401220, total length = 9.27 mm)

Рис. 7. Карта качества картин дифракции с наложенными на неё границами зёрен и цветовым кодом, обозначающим разориентацию отдельных участков внутри зерна.

Fig. 7. Map of the quality of diffraction patterns with grain boundaries superimposed on it and a color code indicating the misorientation of individual sections within the grain.

Анализ картин зёренно-субзёренной структуры показал, что зёрна имеют в основном одинаковую форму в виде эллипса с соотношением осей 0,48. Вместе с тем необходимо отметить, что встре-

чаются зёрна вытянутой формы, внутренняя структура которых фрагментирована (рис. 6). Видно, что цветовая кодировка карты меняется от синего до оранжевого цвета и показывает величину отношения малой оси эллипса, описанного вокруг данного зерна, к главной оси этого эллипса: если зерно синего цвета, то оно максимально вытянуто, а если оранжевого цвета, то максимально приближено к форме круга. На этом рисунке белым цветом помечены малоугловые границы в диапазоне от 2 до 15 градусов, чёрным цветом большеугловые границы в диапазоне от 16 до 65 градусов. Из рис. 6 видно также, что чем больше вытянуто зерно, тем больше оно в своём объёме имеет субграниц; в свою очередь, зёрна с относительно высоким отношением малой оси эллипса к главной оси, то есть более равноосные, практически не имеют в своём объёме субграниц.

На рис. 7 приведена карта с цветовым кодом, показывающим разориентацию кристаллической структуры участков зерна от точки к точке сканирования электронным лучом внутри зерна относительно средней ориентации зерна. Из рис. 7 видно, что цветовая кодировка карты внутри зерна меняется от светло-зелёного цвета (минимальное значение) до красного цвета (максимальное значение) и показывает отклонение между ориентацией области кристаллической структуры каждой точки сканирования зерна и средней ориентацией данного зерна. Другими словами, если зерно красного цвета, то разориентировка кристаллической структуры участков зерна между точками сканирования внутри зерна дискретно-непрерывная, а если светло-зелёного цвета, то отдельные области кристаллической структуры в зерне ориентированы максимально одинаково.

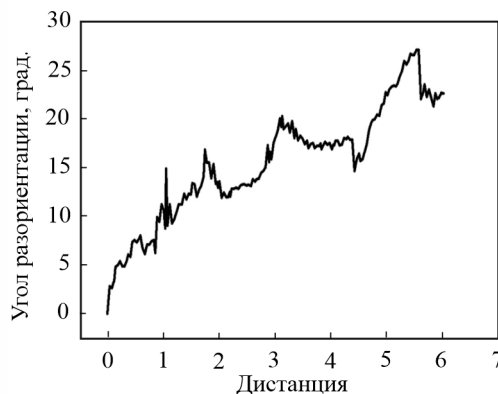
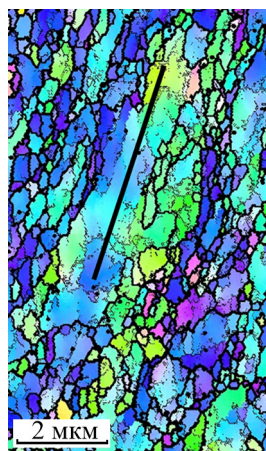


Рис. 8. Профиль разориентаций вдоль произвольно проведенной прямой.

Fig. 8. Misorientation profile along an arbitrarily drawn straight line.

На этом рис. 7 белым цветом помечены малоугловые границы зёрен в диапазоне от 3 до 14 градусов, чёрным цветом — большеугловые границы в диапазоне от 15 до 65 градусов.

Характерным является то, что наибольшая разориентация отдельных участков кристаллической структуры внутри зёрен наблюдается именно в больших фрагментированных зёрнах: на рис. 7 они имеют цвет красного оттенка. Внутри одного из этих вытянутых фрагментированных зёрен вдоль произвольно проведённой линии были произведены измерения разориентации кристаллической структуры от точки к точке сканирования (рис. 8). Из рисунка видно, что данные зёрна вдоль их длины имеют дискретно-непрерывную разориентацию кристаллической структуры, которая может достигать 30 градусов между начальной и конечной точками измерения, что соответствует 5 градусам на 1 микрометр. По всей видимости, это связано с наличием в таких зёрнах незамкнутых стенок дислокаций, то есть дисклинаций. Очевидно, что резкие изменения на кривой непрерывной разориентации кристаллической структуры внутри зерна связаны с пересечением субграниц внутри зерна линией, которая была проведена произвольно внутри зерна.

## Выводы

Анализ качества картин дифракции обратно рассеянных электронов показал, что наилучшее детектирование картин зёренно-субзёренной структуры сплава  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  после заданной ему истинной деформации  $e = 9,55$  и отжига при 773 К в течение 2 ч наблюдается в зонах без мартенситного рельефа на поверхности образцов. Относительная доля детектированной поверхности составила не менее 40 % от всей площади карты.

Обнаружено, что наиболее чёткие картины дифракции обратно рассеянных электронов наблюдаются в центральной части зёрен, а с удалением от центра зерна качество линий Кикучи ухудшается.

Установлено, что средняя величина зерна равна  $0,203 \pm 0,053$  мкм. Зёрна, в основном, имеют форму эллипса с соотношением осей 0,48; такие зёрна практически не имеют в своём объёме субграниц. Вместе с тем встречаются зёрна вытянутой формы, внутренняя структура которых фрагментирована, и чем более вытянуто зерно, тем больше оно в своём объёме имеет субграниц; эти зёрна вдоль их длины имеют дискретно-непрерывную разориентацию кристаллической структуры, которая может достигать 5 градусов на 1 мкм. Соотношение протяжённости межзёренных большеугловых границ

к малоугловым составляет для всех карт примерно 5:1 (без учёта субграниц внутри зёрен).

*Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект номер FWRW-2021-0004.*

## Литература

1. Huang W. On the selection of shape memory alloys for actuators. *Materials and Design*, 2002, v. 23, no. 1, pp. 11 – 19, [https://www.doi.org/10.1016/S0261-3069\(01\)00039-5](https://www.doi.org/10.1016/S0261-3069(01)00039-5).
2. Saadat S., Salichs J., Noori M., Hou Z., Davoodi H., Baron I., Suzuki Y., Masuda A. An overview of vibration and seismic applications of NiTi shape memory alloy. *Smart Materials and Structures*, 2002, v. 11, no. 2, pp. 218 – 229, <https://www.doi.org/10.1088/0964-1726/11/2/305>.
3. Morgan N.B. Medical shape memory alloy applications — the market and its products. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, v. 378, pp. 16 – 23, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.326>.
4. Chau E.T.F., Chau C.M., Allen D.M., Hora J., Webster J.R. A technical and economic appraisal of shape memory alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, v. 438, pp. 589 – 592, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.201>.
5. Hartl D.J., Lagoudas D.C. Aerospace applications of shape memory alloys. *Journal of Aerospace Engineering*, 2007, v. 221, no. 4, pp. 535 – 552, <https://doi.org/10.1243/09544100JAERO211>.
6. Williams E., Elahinia M.H. An automotive SMA mirror actuator: modeling, design, and experimental evaluation. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2008, v. 19, no. 12, pp. 1425 – 1434, <https://doi.org/10.1177/1045389X07087328>.
7. Predki W., Knopik A., Bauer B. Engineering applications of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, v. 481, pp. 598 – 601, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.195>.
8. Yamauchi J.K., Ohkata I., Tsuchiya K., Miyazaki S. *Shape memory and superelastic alloys: Applications and technologies*. Woodhead Publishing, 2011, 232 p.
9. Jani M., Leary M., Subic A., Gibson M.A. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, 2014, v. 56, pp. 1078 – 1113. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>.
10. Wadood A. Brief overview on nitinol as biomaterial. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2016, art. 4173138, <http://dx.doi.org/10.1155/2016/4173138>.
11. O'Brien B., Weafer F.M., Bruzzi M.S. Shape memory alloys for use in medicine. *Comprehensive Biomaterials*, 2017, v. 1, pp. 50 – 78, <https://www.doi.org/10.1016/b978-0-08-055294-1.00014-3>.



12. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk nanostructured materials: Fundamentals and applications. New Jersey, Wiley & Sons, 2014, 450 p., <https://www.doi.org/10.1002/9781118742679>.
13. Segal V.M., Beyerlein I.J., Tome C.N., Chuvil'deev V.N., Kopylov V.I. Fundamentals and Engineering of Severe Plastic Deformation. New York, Nova Science Publishers Inc., 2010, 542 p.
14. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of TiNi-based shape memory alloys. Progress in Materials Science, 2005, v. 50, pp. 511 – 678, <https://doi:10.1016/j.pmatsci.2004.10.001>.
15. Pelton A.R., Russell S.M., DiCello J. The physical metallurgy of nitinol for medical applications. JOM, 2003, v. 55, pp. 33 – 37, <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0243-3>.
16. Elahinia M.H., Hashemi M., Tabesh M., Bhaduri S.B. Manufacturing and processing of NiTi implants: A review. Progress in Materials Science, 2012, v. 57, no.5, pp. 911 – 946, <https://doi:10.1016/j.pmatsci.2011.11.001>.
17. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Kashin O.A., Baturin A.A., Zhapova D.Yu., Timkin V.N. Mechanisms of microstructure evolution in TiNi-based alloys under warm deformation and its effect on martensite transformations. Materials Science Foundations, 2015, v. 81 – 82, pp. 245 – 259, <https://www.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSFo.81-82.245>.
18. Shamsolhodaei A., Zarei-Hanzaki A., Moghaddam M. Structural and functional properties of a semi equiatomic NiTi shape memory alloy processed by multi-axial forging. Materials Science and Engineering: A, 2017, v. 700, pp. 1 – 9, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.011>.
19. Zhang X., Song J., Huang C., Xia B., Chen B., Sun X., Xie C. Microstructures evolution and phase transformation behaviors of Ni-rich TiNi shape memory alloys after equal channel angular extrusion. Journal of Alloys and Compounds, 2011, v. 509, no. 6, pp. 3006 – 3012. <https://www.doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.11.189>.
20. Shahmir H., Nili-Ahmadabadi M., Mansouri-Arani M., Langdon T.G. The processing of NiTi shape memory alloys by equal-channel angular pressing at room temperature. Materials Science and Engineering: A, 2013, v. 576, pp. 178 – 184, <https://www.doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.001>.
21. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. Progress in Materials Science, 2006, v. 51, pp. 881 – 981. <https://www.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>.
22. Prokoshkin S. D., Belousov M. N., Abramov V. Ya., Korotitskii A. V. et. al. Creation of submicrocrystalline structure and improvement of functional properties of shape memory alloys of the Ti – Ni – Fe system with the help of ECAP. Metal Science and Heat Treatment, 2007, v. 49, pp. 51 – 56. <https://www.doi.org/10.1007/s11041-007-0009-6>.
23. Shahmir H., Nili-Ahmadabadi M., Langdon T. G. Shape memory effect of NiTi alloy processed by equal-channel angular pressing followed by post deformation annealing. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2014, v. 63, art. 012111, <https://www.doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012111>.
24. Lukyanov A., Gunderov D., Prokofiev E., Churakova A., Pushin V. Peculiarities of the mechanical behavior of ultrafinegrained and nanocrystalline Ti<sub>49,4</sub>Ni<sub>50,6</sub> alloy produced by severe plastic deformation. Conference Proceedings, 21<sup>st</sup> International Conference on Metallurgy and Materials, Metal 2012, Brno, May 23-25 2012, pp. 1335 – 1341, <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=23961730>.
25. Лотков А.И., Батурин А.А., Гришков В.Н., Копылов В.И., Тимкин В.Н. Влияние равноканально-углового прессования на измельчение зерна и неупругие свойства сплавов на основе никелида титана. Известия высших учебных заведений. Чёрная металлургия, 2014, т. 57, № 12, с. 50 – 55. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2014-12-50-55>.
- Lotkov A.I., Baturin A.A., Grishkov V.N., Kopylov V.I., Timkin V.N. Vliyaniye ravnokanal'no-uglovogo pressovaniya na izmel'cheniye zerna i neuprugkiye svoystva splavov na osnove nikelida titana [Influence of equal-channel angular pressing on grain refinement and inelastic properties of TiNi-based alloys]. Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenij. Chernaya Metallurgiya [Izvestiya. Ferrous Metallurgy], 2014, v. 57, no.12, pp. 50 – 55. (In Russ.).
26. Pushin V.G., Valiev R.Z., Zhu U.T., Gunderov D.V., Kourov N.I., Kuntsevich T.E., Uksusnikov A.N., Yurchenko L.I. Effect of severe plastic deformation on the behavior of Ti-Ni shape memory alloys. Materials Transaction, 2006, v. 47, pp. 694 – 697, <https://www.doi.org/10.2320/matertrans.47.694>.
27. Fan Z., Song J., Zhang X., Xie C. Phase transformations and super-elasticity of a Ni-rich TiNi alloy with ultrafine-grained structure. Materials Science Forum, 2010, v. 667 – 669, pp. 1137 – 1142, <https://www.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.1137>.
28. Zhang D., Guo B., Tong Y., Tian B., Li L., Zheng Y., Gunderov D.V., Valiev R.Z. Effect of annealing temperature on martensitic transformation of Ti<sub>49,2</sub>Ni<sub>50,8</sub> alloy processed by equal channel angular pressing. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2016, v. 26, pp. 448 – 455, [https://www.doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64133-X](https://www.doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64133-X).
29. Karaman I., Kulkarni A.V., Luo Z.P. Transformation behaviour and unusual twinning in a NiTi shape memory alloy ausformed using equal channel angular extrusion. Philosophical Magazine, 2005, v. 85, no. 16, pp. 1729 – 1745, <https://www.doi.org/10.1080/14786430412331331961>.
30. Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Trubitsyna I.B., Belousov M.N. et. al. Structure and properties of Ti-Ni-based alloys after equal-channel angular pressing and high pressure torsion. Materials Science and

- Engineering: A, 2008, v. 481 – 482, pp. 119 – 122, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.157>.
31. Prokofyev E., Gunderov D., Prokoshkin S., Valiev R. Microstructure, mechanical and functional properties of NiTi alloys processed by ECAP technique. ESOMAT, 2009, Prague, September 7 – 11 2009, art. 06028, <https://www.doi.org/10.1051/esomat/200906028>.
  32. Zhang Y., Jiang S. The mechanism of inhomogeneous grain refinement in a NiTiFe shape memory alloy subjected to single-pass equal-channel angular extrusion. Metals, 2017, v. 7, art. 400. <https://doi.org/10.3390/met7100400>.
  33. Churakova A., Yudahina A., Kayumova E., Tolstov N. Mechanical behavior and fractographic analysis of a TiNi alloy with various thermomechanical treatment. MATEC Web. Conf., 2019, v. 298, art. 00019. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201929800019>.
  34. Lidia F., Lucas C., Guido V., Andrea K., Heide K., Bernardi H., Otubo J. ECAE processed NiTi shape memory alloy. Materials Research, 2014, v. 17, no. 1, pp. 186 – 190. <https://www.doi.org/10.1590/S1516-14392014005000034>.
  35. Лотков А.И., Гришков В.Н., Дударев Е.Ф., Гирсова Н.В., Табаченко А.Н. Формирование ультрамелкозернистого состояния, мартенситные превращения и неупругие свойства никелида титана после “abc”-прессования. Вопросы материаловедения, 2008, т. 53, № 1, с. 161 – 165.
  - Lotkov A.I., Grishkov V.N., Dudarev Y.F., Girsova N.V., Tabachenko A.N. Formirovaniye ul'tramelkozernistogo sostoyaniya, martensitnyye prevrashcheniya i neuprugiyе svoystva nikelida titana posle “abc”-pressovaniya [Formation of ultrafine grain structure, martensitic transformations and unelastic properties of titanium nickelide after abc-pressing]. Voprosy Materialovedeniya [Questions of Materials science], 2008, v. 53, no. 1, pp. 161 – 165 (in Russ.).
  36. Лотков А.И., Гришков В.Н., Дударев Е.Ф., Коваль Ю.Н., Гирсова Н.В., Кашин О.А., Табаченко А.Н., Фирстов Г.С., Тимкин В.Н., Жапова Д.Ю. Ультрамелкозернистая структура и мартенситные превращения в никелиде титана после теплого abc-прессования. Перспективные материалы, 2011, № 3, с. 98 – 107.
  - Lotkov A.I., Grishkov V.N., Dudarev E.F., Koval Y.N., Girsova N.V. et al. Ultrafine structure and martensitic transformation in titanium nickelide after warm abc pressing. Inorganic Materials: Applied Research, 2011, v. 2, pp. 548 – 555. <https://www.doi.org/10.1134/S2075113311050145>.
  37. Lotkov A.I., Grishkov V.N., Baturin A.A., Dudarev E.F., Zhapova D.Yu., Timkin V.N. The effect of warm deformation by abc-pressing method on mechanical properties of titanium nickelide. Letters on Materials, 2015, v. 5, pp. 170 – 174. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2015-2-170-174>.
  38. Lotkov A., Grishkov V., Zhapova D., Timkin V., Baturin A., Kashin O. Superelasticity and shape memory effect after warm abc-pressing of TiNi-based alloy. Materials Today: Proceedings, 2017, v. 4, pp. 4814 – 4818. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.04.076>.
  39. Kashin O., Krukovskii K., Lotkov A., Grishkov V. Effect of true strains in isothermal abc pressing on mechanical properties of Ti<sub>49.8</sub>Ni<sub>50.2</sub> alloy. Metals, 2020, v. 10, no. 10, art. 1313. <https://doi.org/10.3390/met10101313>.
  40. Li Z., Cheng X., Shang G.Q. Effects of heat treatment and ECAE process on transformation behaviors of TiNi shape memory alloy. Materials Letters, 2005, v. 59, pp. 705 – 709. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.08.039>.
  41. Gubicza J., Balogh L., Hellmig R.J., Estrin Y., Ungár T. Dislocation structure and crystallite size in severely deformed copper by X-ray peak profile analysis. Materials Science and Engineering: A, 2005, v. 400 – 401, pp. 334 – 338, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.042>.
  42. Starink M.J., Qiao X.G., Zhang J., Gao N. Predicting grain refinement by cold severe plastic deformation in alloys using volume averaged dislocation generation. Acta Materialia, 2009, v. 57, no. 19, pp. 5796 – 5811, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.08.006>.
  43. Qiao X.G., Starink M.J., Gao N. Hardness inhomogeneity and local strengthening mechanisms of an Al1050 aluminum alloy after one pass of equal channel angular pressing. Materials Science and Engineering: A, 2009, v. 513 – 514, pp. 52 – 58. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.051>.
  44. Chen Y., Gao N., Sha G., Ringer S.P., Starink M.J. Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy. Acta Materialia, 2016, v. 109, pp. 202 – 212. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.050>.
  45. Churakova A., Gunderov D.V. Microstructural and mechanical stability of a Ti-50.8 at.% Ni shape memory alloy achieved by thermal cycling with a large number of cycles. Metals, 2020, v. 10, no.2, art. 227, <https://doi.org/10.3390/met10020227>.
  46. Lotkov A., Grishkov V., Laptev R., Mironov Y., Zhapova D., Girsova N., Gusarenko A., Barmina E., Kashina O. Crystal structure defects in titanium nickelide after abc pressing at lowered temperature. Materials, 2022, v. 15, art. 4298, <https://doi.org/10.3390/ma15124298>.
  47. Prokoshkin S.D., Brailovski V., Inaekyan K.E., Demers V., Khmelevskaya I.Y., Dobatkin S.V., Tatyani E.V. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti-Ni shape memory alloys. Materials Science and Engineering: A, 2008, v. 481 – 482, pp. 114 – 118, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.150>.
  48. Jiang S., Zhang Y., Zhao L., Zheng Y. Influence of annealing on NiTi shape memory alloy subjected to severe plastic deformation. Intermetallics, 2013, v. 32, pp. 344 – 351, <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.07.025>.
  49. Ahadi A., Sun Q. Effects of grain size on the rate-dependent thermomechanical responses of

- nanostructured superelastic NiTi. *Acta Materialia*, 2014, v. 76, pp. 186 – 197, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.007>.
50. Yan B., Jiang S., Sun D., Wang M., Yu J., Zhang Y. Martensite twin formation and mechanical properties of B2 austenite NiTi shape memory alloy undergoing severe plastic deformation and subsequent annealing. *Materials Characterization*, 2021, v. 178, art. 111273, <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111273>.
51. Polyakova K.A., Komarov V.S. Effect of annealing temperature and time on martensitic transformation temperatures and mechanical properties of the Ti–50.7 at % Ni shape memory alloy. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 2021, v. 62, pp. 531 – 538, doi:10.3103/S1067821221050114.
52. Shi X.B., Guo F.M., Zhang J.S., Ding H.L., Cui L.S. Grain size effect on stress hysteresis of nanocrystalline NiTi alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, v. 688 (Part B), pp. 62 – 68, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.168>.
53. Kashin O., Lotkov A., Grishkov V., Krukovskii K., Zhapova D., Mironov Y., Girsova N., Kashina O. and Barmina E. Effect of abc pressing at 573 K on the microstructure and martensite transformation temperatures in Ti<sub>49,8</sub>Ni<sub>50,2</sub> (at. %). *Metals*, 2021, v. 11, art. 1145, <https://doi.org/10.3390/met11071145>.

*Статья поступила в редакцию — 23.03.2023 г.  
после доработки — 18.05.2023 г.  
принята к публикации — 19.05.2023 г.*

**Круковский Константин Витальевич** — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии Наук (634055, Томск, проспект Академический, 2/4), кандидат технических наук, научный сотрудник, специалист в области нано- и микроструктур, сплавов с памятью формы, модификации поверхности, E-mail: kvk@ispms.ru.

**Лотков Александр Иванович** — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии Наук (634055, Томск, проспект Академический, 2/4), доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, специалист в области физики фазовых превращений, металлостроения сплавов с эффектом памяти формы, наноструктурного материаловедения, физики поверхности и тонких пленок. E-mail: lotkov@ispms.ru.

**Гришков Виктор Николаевич** — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии Наук (634055, Томск, проспект Академический, 2/4), кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, специалист в области фазовых превращений в металлах и сплавах, металлостроения сплавов с эффектом памяти формы. E-mail: grish@ispms.ru.

**Гусаренко Ангелина Андреевна** — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии Наук (634055, Томск, проспект Академический, 2/4), младший научный сотрудник. E-mail: aag@ispms.ru.

**Бобров Дмитрий Иванович** — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской Академии Наук (634055, Томск, проспект Академический, 2/4), ведущий инженер. E-mail: Chromium76@gmail.com.

## Features of the grain-subgrain structure of $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ alloy after megaplastic deformation by abc pressing and subsequent annealing

К. В. Круковский, А. И. Лотков, В. Н. Гришков, А. А. Гусаренко, Д. И. Бобров

The features of the grain-subgrain structure of  $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$  (at. %) alloy after megaplastic deformation by multi-axial forging at 573 K and subsequent annealing were investigated by the method of backscattered electron diffraction. It is shown that the best detection of the patterns of the grain-subgrain structure of the  $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$  alloy after a given true deformation  $\epsilon = 9.55$  and annealing at 773 K for 2 hours, it is observed in areas without martensitic relief on the surface of the samples. It was found that the clearest diffraction patterns of backscattered electrons are observed in the central part of the grains, and with distance from the center of the grain, the quality of the Kikuchi lines deteriorates. The calculation of the equivalent grain diameter showed that the average grain size is  $0.203 \pm 0.053$  microns. The grains have mainly an ellipse shape with an axis ratio of 0.48. Elongated grains along their length have a discrete-continuous disorientation of the crystal structure, which can reach 5 degrees per 1 micrometer.

**Keywords:** titanium nickelide; isothermal abc pressing; electron backscatter diffraction; grain-subgrain structure.

---

**Krukovskii Konstantin** — Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4, Academicheskii prospect, Tomsk, 634021), PhD in Engineering, research associate, specialist in the field of nano- and microstructures, shape memory alloys, surface modification. E-mail: kvk@ispms.ru.

**Lotkov Aleksandr** — Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4, Academicheskii prospect, Tomsk, 634021), Doctor of Science in Physics and Mathematics, professor, chief research associate, specialist in the field of physics of phase transformations, metal science of shape memory alloys, nanostructured materials science, surface and thin film physics. E-mail: lotkov@ispms.ru.

**Grishkov Victor** — Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4, Academicheskii prospect, Tomsk, 634021), PhD in Physics and Mathematics, leading research associate, specialist in the field of phase transformations in metals and alloys, metal science of shape memory alloys. E-mail: grish@ispms.ru.

**Gusarenko Angelina** — Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4, Academicheskii prospect, Tomsk, 634021), junior research associate, specialist in the field of metal science of shape memory alloys. E-mail: aag@ispms.ru.

**Bobrov Dmitrii** — Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4, Academicheskii prospect, Tomsk, 634021), leading engineer. E-mail: Chromium76@gmail.com.