

DOI: <https://doi.org/10.30898/1684-1719.2022.11.4>

УДК: 539

ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ТИПА «ОЖЕРЕЛЬЕ» МЕТОДОМ КОВКИ В СПЛАВАХ ГЕЙСЛЕРА СИСТЕМЫ NI-MN-GA-SI КАК СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Мусабиров И.И.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН
450001, Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39

Статья поступила в редакцию 18 ноября 2022 г.

Аннотация. Стандартная методика выплавки сплавов Гейслера подразумевает плавку в аргонно-дуговой печи на медном водоохлаждаемом тигле. В результате интенсивной кристаллизации слитка в структуре формируются крупные вытянутые кристаллы. Деформационно-термическая обработка такой структуры является малоэффективной, поскольку по границам крупных кристаллов в результате внутренних напряжений и мартенситного превращения формируются микротрещины, по которым затем при обработке происходит развитие трещин и разрушение заготовки. Показано, что дополнительная термическая обработка методом вакуумной индукционной переплавки позволяет устранить этот эффект. В результате такой обработки в сплавах сформирована равноосная зерненная микроструктура с размером зерен порядка 200 мкм. Однако в результате переплавки в кварцевом тигле в объем слитка диффундируют атомы кремния. Его содержание варьируется в интервале 1-2% в зависимости от длительности выдержки в расплавленном состоянии. Энерго-дисперсионный анализ показывает равномерное распределение кремния, без формирования дополнительных фаз. Таким образом получены сплавы следующих составов: $Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7}$, $Ni_{56.2}Mn_{18.8}Ga_{23.2}Si_{1.8}$, $Ni_{57.4}Mn_{18.2}Ga_{22.7}Si_{1.7}$.

$\text{Ni}_{56.5}\text{Mn}_{20.1}\text{Ga}_{22.3}\text{Si}_{1.2}$. Методом всесторонней изотермической ковки при 950-973 К и истинной степенью деформации $\epsilon=1,9...3,9$ в сплавах сформирована частично-рекристаллизованная структура типа «ожерелье». В ней исходные крупные зерна размером 100-200 мкм окружены прослойкой мелкозернистой структуры. Толщина прослойки на периферии заготовки составляет порядка 5 зерен. В самом центре деформируемой заготовки доля мелкозернистой структуры может преобладать над крупнозернистой структурой. Исследование циклической и усталостной прочности выполнено методом трехточечного изгиба при циклических испытаниях в интервале температур мартенситного превращения на примере сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ в исходном состоянии и сплава $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$ в кованном состоянии. Показано, что микроструктура типа «ожерелье» по сравнению с равноосной микроструктурой демонстрирует двукратное преимущество циклической прочности и пятикратное преимущество усталостной прочности.

Ключевые слова: сплавы Гейслера, Ni-Mn-Ga-Si, всесторонняя изотермическая ковка, микроструктура «ожерелье», мартенсит, циклическая прочность, усталостная прочность, трехточечный изгиб.

Финансирование: Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН.

Автор для переписки: Мусабилов Ирек Ильфирович, irekmusabirov@mail.ru

Введение

Сплавы Гейслера на базе системы Ni-Mn привлекают внимание исследователей благодаря наличию таких эффектов как магнитоуправляемые деформации [1-7], магнитокалорический эффект [8-12], эластокалорический эффект [13-18] и др. Все эффекты потенциально могут найти свое практическое применение в различных областях жизнедеятельности человека. Величины функциональных эффектов достаточны для практического применения материалов, однако высокая хрупкость образцов в исходном литом состоянии препятствует их использованию [19]. Исследования образцов в форме лент

показывают, что они не такие хрупкие как литые образцы. Повышенные механические свойства лент быстрой закалки продемонстрированы в ряде работ [20, 21]. Как показано они демонстрируют повышенную циклическую прочность по сравнению с литым состоянием сплавов. При этом большую величину обратимой деформации образцы испытывают в свободном ненагруженном состоянии. При этом, как в литом состоянии, так и в лентах, величина магнитокалорического эффекта по параметру изменения магнитной энтропии ΔS_M , определяемая через уравнение Максвелла и серию кривых намагничивания при различной температуре, оказывается в тех же пределах что и для литого состояния. В различных системах сплавов на базе Ni-Mn эти величины в большинстве имеют значения 10-30 Дж/кг \times К (средняя порядка 20 Дж/кг \times К) в магнитных полях 2-5 Тл [22-24]. Есть работы с исключительно большими величинами до 40 Дж/кг \times К [25].

В данной работе рассматривается способ повышения механических свойств поликристаллических сплавов посредством деформационно-термической обработки методом всесторонней изотермическойковки. Плюсом данного метода является получение объемной заготовки с регламентированной структурой. Из такой заготовки можно вырезать рабочий элемент необходимой формы и размера для конечного устройства. При этом как показывают исследования прочности таких материалов они демонстрируют кратное их повышения по сравнению с литым состоянием [26].

1. Материал и методика

В качестве материала исследований была выбрана система сплавов Ni-Mn-Ga. Данная система хорошо изучена с точки зрения исходного литого состояния. Это облегчает сравнение вновь полученных данных для деформированного состояния с данными литого состояния. Сплавы выплавлены из элементов Ni, Mn и Ga высокой чистоты методом аргонно-дуговой плавки. Слитки имели массу порядка 100 гр. для получения заготовки удобной для дальнейшей деформационно-термической обработки.

Аттестация микроструктуры выполнена с помощью растрового электронного микроскопа Mira 3 LMN (Tescan) в режиме ориентационного контраста при комнатной температуре образцов. Он позволяет достаточно быстро выполнить оценку параметров зеренной и мартенситной структуры с большой площади образца, находящегося при комнатной температуре. Шлиф для исследований подготовлен полировкой абразивным способом с финишной электрополировкой в электролите 10%HCl - 90%С₄Н₁₀О. Элементный анализ выполнен на растровом электронном микроскопе Vega 3 SBH (Tescan) с датчиком энерго-дисперсионного анализа x-Act (Oxford Instruments).

Ковка выполнена на машине сложного нагружения Schenck Trebel RMC 100. Поэтапные осадки заготовки на 35-40% выполнены при температуре 950 К или 700°C и скорости деформации 0.2 мм/мин. Схема деформации содержала в себе ряд последовательных этапов осадки в различной последовательности направлений. Поскольку при комнатной температуре сплавы сильно хрупкие, возникло предположение что просто повышение температуры не повысит пластичность материала. Однако в области фазового превращения L₂₁↔B₂ она может быть достаточной. Как показали исследования методом дифференциально-сканирующей калориметрии данное фазовое превращение протекает в интервале температур 873-973 К в зависимости от состава сплава. Поэтому температура деформации была выбрана в области интервала превращения.

Механические свойства сплавов оценивались измерениями циклической и усталостной прочности методом трехточечного изгиба в области протекания мартенситного превращения. Для исследования кривых гистерезиса превращения при переменной температуре и различных уровнях напряжений из слитка были вырезаны образцы размерами 10 мм × 0.5 мм × 2.5 мм.

2. Результаты и обсуждение

2.1. Микроструктура сплавов в литом состоянии

Чаще всего выплавка сплавов Гейслера выполняется методом аргонно-дуговой плавки (АДП) на медном водоохлаждаемом тигле. Такой метод оказывает существенное влияние на формирующуюся микроструктуру литого сплава. В процессе выплавки выполняется многократная процедура переворота слитка и повторное его расплавление. В конце каждой процедуры в том числе последней, после отключения дуги слиток интенсивно кристаллизуется от его дна. Быстрое прохождение интервала кристаллизации с одной стороны может способствовать формированию неравновесной структуры, с другой стороны в структуре формируются крупные вытянутые кристаллы. Эти два аспекта могут исключать друг друга. Сплавы Гейслера склонны формировать равновесную структуру, но с вытянутыми кристаллами. На рис. 1 показана микроструктура в режиме ориентационного контраста сплава $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{19}\text{Ga}_{25}\text{Cu}_6$ после АДП.

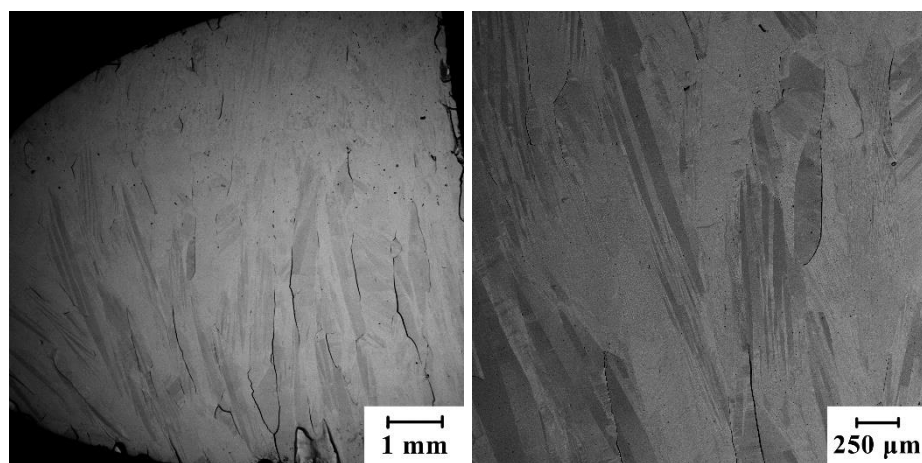


Рис. 1. Микроструктура в режиме ориентационного контраста сплава $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{19}\text{Ga}_{25}\text{Cu}_6$ после аргонно-дуговой выплавки

Как видно из макроскопического изображения, в структуре наблюдаются полосы мартенсита, простирающиеся практически на всю высоту слитка. В структуре присутствуют вертикальные трещины, формирующиеся по границам вытянутых кристаллов. Не все области шлифа представлены мартенситной структурой. Это говорит о том, что при комнатной температуре в сплаве

сосуществуют и мартенситная и аустенитная фазы. В процессе подготовки шлифа, постоянное изменение температуры образца приводит к формированию и росту крупных трещин в образце, что в конечном счете приводит к его разрушению. Такая микроструктура не пригодна для деформационно-термической обработки, поскольку в процессе деформации по границам крупных кристаллов будет происходить разрушение образца.

2.2. Формирование регламентированной микроструктуры сплава для последующей деформационно-термической обработки

Для получения регламентированной микроструктуры, пригодной для деформационно-термической обработки слитки сплава подвергались дополнительной термической обработке. После многократной переплавки методом АДП, расплав заливался в кварцевый тигель. Несмотря на то, что тигель кварцевый и то, что он предварительно разогревался до высокой температуры (~900 К) кристаллизация все равно протекает недостаточно медленно. В закристаллизованной структуре обнаруживаются макропоры. Полученный слиток сплава в форме цилиндра далее переплавлялся индукционным способом в вакууме в новом кварцевом тигле. Вакуум создавался форвакуумным насосом без промежуточных продувок инертным газом. Переплавка в вакууме способствовала дегазации расплава. Газ может накапливаться в процессе выплавки в атмосфере аргона. Отдельных исследований газонасыщения в сплаве до и после вакуумной переплавки не проводилось. Доведя сплав до расплава тигель медленно выводился из рабочей области индуктора вниз для медленной кристаллизации от нижней части слитка. В результате такой термической обработки в структуре сплава формируется равноосная зеренная структура с размером зерен 100-200 мкм. Крупные трещины или микропоры в структуре не наблюдаются. Единственным недостатком термической обработки является диффузия атомов кремния из материала тигля. Анализ микроструктуры с помощью растровой электронной микроскопии и энерго-дисперсионный анализ элементного состава показывают, что распределение кремния в объеме

равномерное, без образования дополнительных фаз. В большинстве своем при таком способе получения сплавов происходит улетучивание в вакууме атомов Mn и одновременно диффузное увеличение атомов Si. Можно заключить, что получаемая система характеризуется составом, в котором атомы Mn замещаются атомами Si. Как показывают предыдущие наши исследования аналогичных сплавов системы Ni-Mn-Ga-Si, приготовленных данным способом, такое замещение приводит к снижению температуры мартенситного превращения [27-30]. Аналогичное влияние он оказывает и в таких системах сплавов как Ni-Mn-In, где замещение атомов Mn атомами Si приводит к снижению T_M [31]. Но, например замещение атомов Sn атомами Si в системе Ni-Mn-Sn приводит к росту T_M [24].

Таким образом, в целях данной работы, исходному состоянию сплавов соответствует выплавка аргонно-дуговым методом и последующая вакуумная индукционная переплавка (ВИП). При этом экспериментальные результаты будут относиться к системе сплавов Ni-Mn-Ga-Si, а не Ni-Mn-Ga. На рис. 2 представлено изображение микроструктуры сплавов после термической обработки методом ВИП. Изображения получены для сплавов, имеющих различную температуру мартенситного превращения. Поэтому некоторые сплавы при комнатной температуре находятся в аустенитной фазе (рис. 2 (а)), в других фазовое превращение протекает выше комнатной температуры и при комнатной температуре наблюдается мартенситная структура (рис. 2 (b, c, d)). Как видно из рисунка в сплаве $Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7}$, находящемся в аустенитном состоянии, в структуре наблюдаются равноосные зерна размером около 200 мкм. В остальных сплавах наблюдаются контрастные полосы, соответствующие мартенситным двойникам. На фоне двойниковой структуры возможно различить зерна, содержащие 1-2 крупных одинаково направленных групп мартенситных пластин. Размер зерен так же составляет около 200 мкм. Таким образом, равноосная микроструктура, сформированная дополнительной вакуумной индукционной переплавкой, подходит для последующей деформационно-термической обработки.

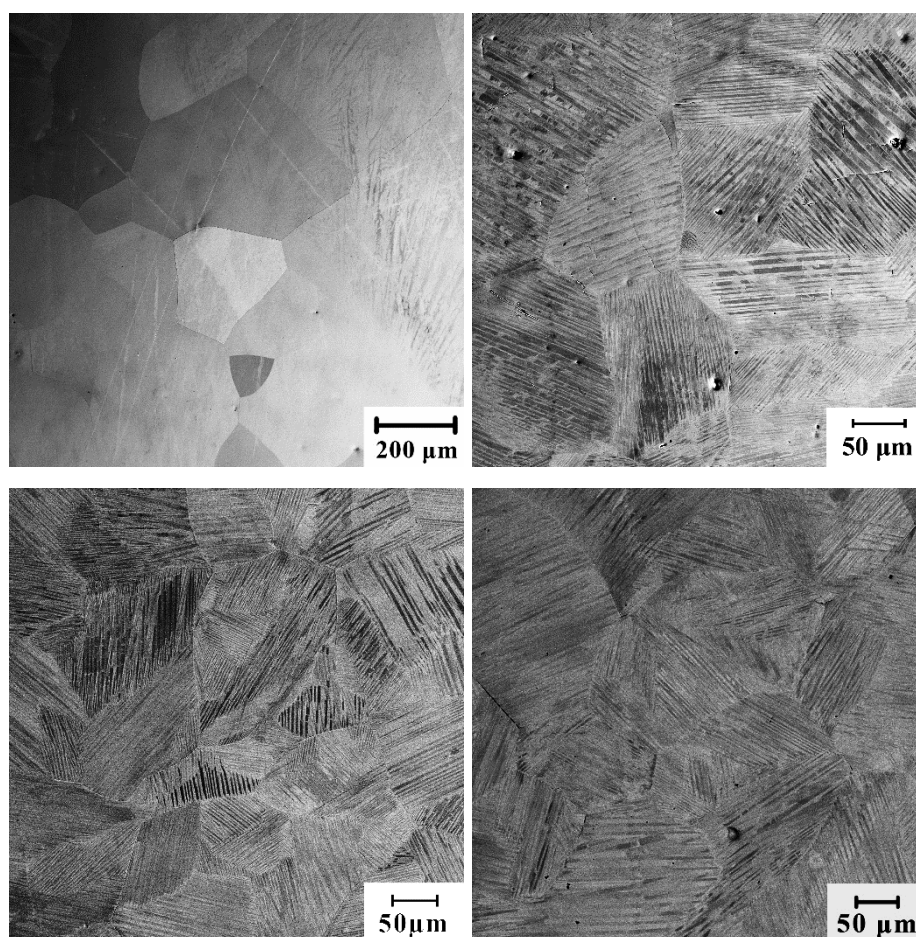


Рис. 2. Микроструктура в режиме ориентационного контраста для сплавов после вакуумной индукционной переплавки. а – $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$, б – $\text{Ni}_{56.2}\text{Mn}_{18.8}\text{Ga}_{23.2}\text{Si}_{1.8}$, в – $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$, д – $\text{Ni}_{56.5}\text{Mn}_{20.1}\text{Ga}_{22.3}\text{Si}_{1.2}$

2.3. Микроструктура сплавов послековки

Микроструктура сплавов после деформационно-термической обработки методом всесторонней изотермическойковки представлена на рис. 3. Для сплавов разных составов она имеет общий характер вне зависимости от степени деформации. В результате последовательных осадок при температуре 700°C по границам зерен происходит накопление дефектов и в процессе динамической рекристаллизации формируются новые зерна. В целом такая частично рекристаллизованная микроструктура является структурой типа «ожерелье». В ней исходные крупные зерна размером порядка 100 мкм окружены прослойкой мелкозернистой структуры. Доля мелкозернистой структуры меняется от периферии к центру деформируемой заготовки. В центральной части ее доля преобладает.

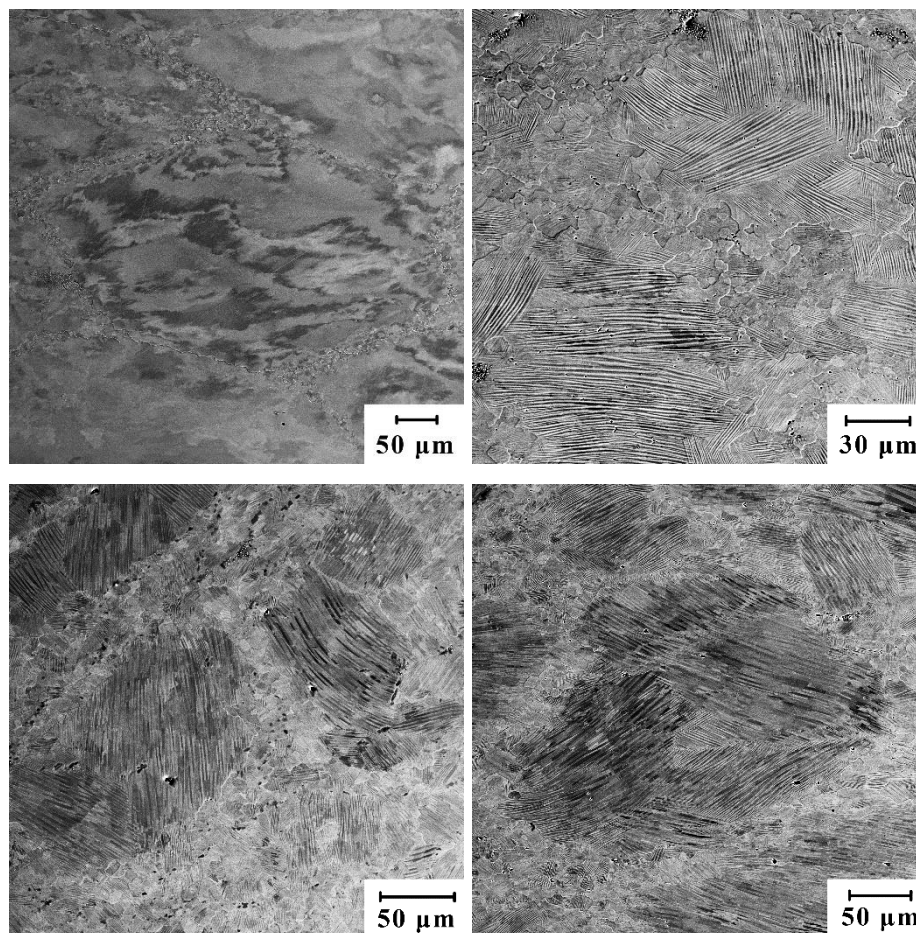


Рис. 3. Микроструктура в режиме ориентационного контраста для сплавов послековки при 680-700°C. а – $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$, б – $\text{Ni}_{56.2}\text{Mn}_{18.8}\text{Ga}_{23.2}\text{Si}_{1.8}$, в – $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$, д – $\text{Ni}_{56.5}\text{Mn}_{20.1}\text{Ga}_{22.3}\text{Si}_{1.2}$

В сплавах находящихся в аустенитном состоянии в теле крупных зерен наблюдается размытый контраст. Он говорит о наличии малоугловых разориентировок. Подтверждением этого является анализ методом ДОРЭ (EBSD в английской интерпретации). Для аустенитного состояния сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ был выполнен анализ участка шлифа размером $360\ \mu\text{m} \times 160\ \mu\text{m}$ с шагом сканирования $0,4\ \mu\text{m}$ (рис. 4 (а)). Карта ориентировок подтверждает анализ в режиме ориентационного контраста, где показана микроструктура типа «ожерелье». В структуре видна крупная область одной ориентировки, окруженная мелкозернистой структурой с различной ориентацией.

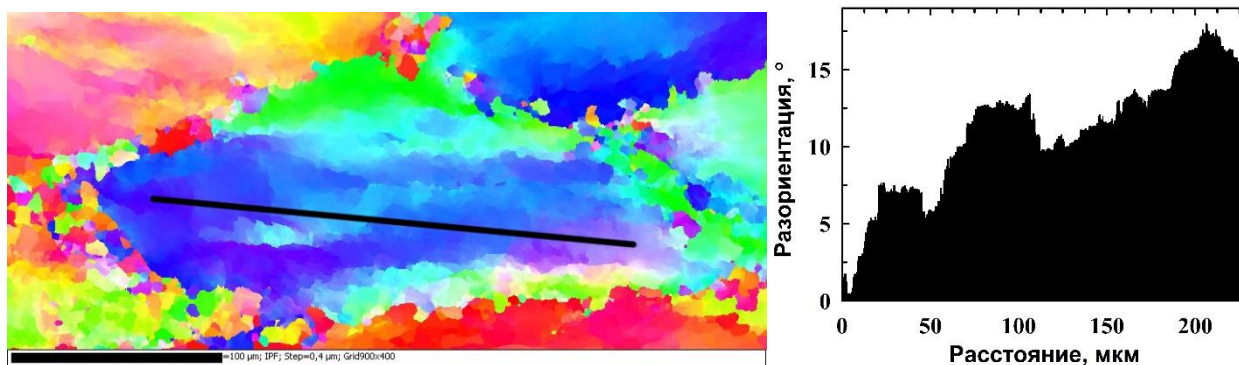


Рис. 4. Карта ориентировок (а) и спектр разориентировок по профилю (б) сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ после ВИК при 700°C

В теле крупного зерна проведен профиль ориентировок, который графически представлен на рис. 4 (б). Разориентация последующих точек начиная от начала профиля достигает 15° , что подтверждает наличие субструктуры. Таким образом, в результате ВИК в теле крупных зерен сформирована субструктура и определенный уровень внутренних напряжений. Как показано в ранних работах наличие внутренних напряжений преимущественной ориентации положительно сказывается на уровне анизотропии термического расширения и на магнитодеформации в сплаве в области мартенситного превращения [32, 33].

Таким образом, в результате деформационно-термической обработки сплавов системы Ni-Mn-Ga-Si методом всесторонней изотермическойковки при $950\text{-}973\text{ K}$ и истинной степенью деформации $\epsilon=1,9\text{...}3,9$ формируется микроструктура типа «ожерелье», в которой исходные крупные зерна окружены прослойкой рекристаллизованной мелкозернистой структуры.

2.4. Механические свойства сплава в исходном состоянии

Методом трехточечного изгиба исследована деформация образца под действием приложенной нагрузки в температурной области протекания мартенситного превращения. Иными словами, при выполнении циклических измерений определена величина изгибной деформации (ϵ), циклическая (σ_{cr}) и усталостная прочности. Первоначально, для определения уровня прикладываемых напряжений при циклических испытаниях проведено

исследование термомеханических свойств при различных усилиях (σ), вызывающих постоянно действующие напряжения в образце (циклическая прочность). Протокол измерений заключался в следующей последовательности действий. В аустенитной фазе к образцу прикладывалось определенное усилие, после чего выполнялся термоцикл (переход в мартенситную фазу и обратно). После каждого термоцикла величина прикладываемого усилия увеличивалась и затем образец снова проходил следующий термоцикл и так до разрушения образца. Такие кривые гистерезиса термоупругого превращения позволяют определить величину обратимой деформации при формовозврате под нагрузкой, характеристические температуры фазовых превращений и их смещение под действием напряжений. На рис. 5 (а) показаны зависимости деформации от температуры и нагрузки для исходного состояния сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$. Максимальная обратимая деформация ε_r образца составила 2% под нагрузкой $\sigma_{cr}=380$ МПа. Характеристические температуры превращений образца при минимальной нагрузке 50 МПа имеют следующие значения: $M_S=197$ К, $M_F=190$ К, $A_S=193$ К и $A_F=200$ К. Максимальная ширина температурного интервала превращения составила 10 К при напряжении 380 МПа. При напряжении 430 МПа в процессе обратного термоупругого мартенситного превращения образец разрушился без видимой пластической деформации, т.е. хрупко. На рис. 5 (b) приведены кривые усталости в условиях термоциклирования под различной нагрузкой (усталостная прочность). При нагрузке 100 МПа разрушения образца после порядка 1350 циклов не произошло. Эксперимент был остановлен. При больших нагрузках наблюдалось разрушение образца при достижении меньшего количества циклов.

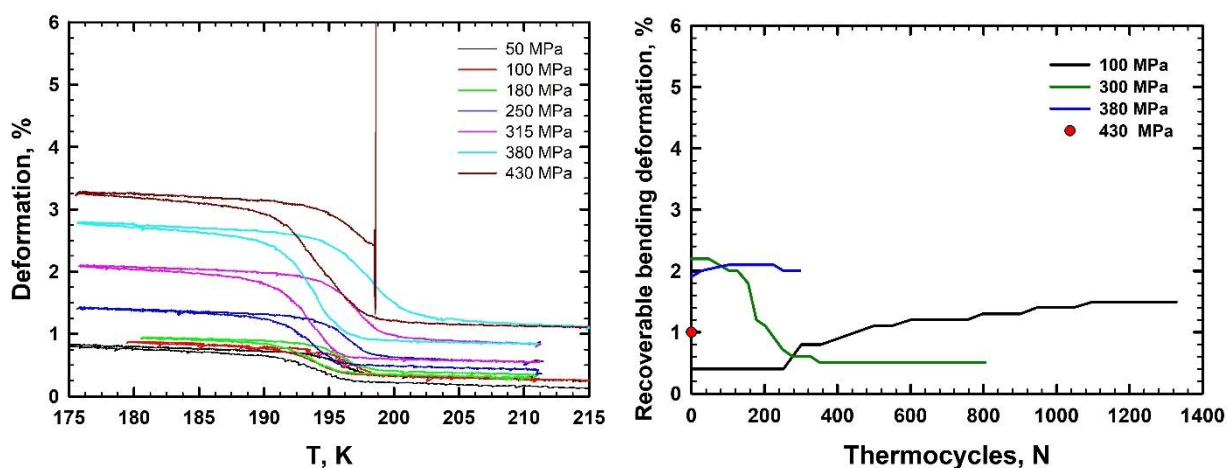


Рис. 5. Зависимость изгибной деформации образца от температуры и напряжений (а) и зависимость обратимой деформации от количества термоциклов (б) для сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ в исходном состоянии

Стоит отметить отличие в поведении величины обратимой деформации.

При малой величине нагрузки (100 МПа) она после некоторой термотренировки возрастает с 0,5% до 1,4%. При 300 МПа она, наоборот, после тренировки спадает с 2,1% до 0,5%. При 380 МПа возможно не выполнено достаточное количество термоциклов тренировки. При 430 МПа образец разрушился за несколько циклов.

2.5. Механические свойства сплава в кованном состоянии

Исследование циклической и усталостной прочности для кованного состояния сплава выполнено на другом сплаве аналогичного состава ($\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$). Изменение в составе сплава сказывается на характеристических температурах мартенситного превращения. Они смещаются в область высоких температур. Как показано на рис. 6 (а) в кованном состоянии образец разрушается при напряжениях 890 МПа. При этом ϵ_r образца составила 3,1% под нагрузкой $\sigma_{cr}=860$ МПа, то есть в кованном состоянии величины обратимой деформации и критического напряжения выше примерно в 2 раза по сравнению со сплавом $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ в исходном состоянии. Как и в случае исходного состояния разрушение образца происходит в процессе обратного мартенситного превращения.

Существенное повышение свойств демонстрирует и усталостная прочность кованого сплава (рис. 6 (b)). Первоначальная величина усилия на образец выбрана 550 МПа, что примерно половина σ_{cr} . Как показал эксперимент образец выдержал без разрушения почти 1500 циклов. Величина обратимой деформации росла от 5% до 5,5%, а затем после термотренировки упала до 4,5%. По достижении предельного количества циклов она монотонно увеличивалась. Увеличение усилия на образец до 650 МПа и 750 МПа, привело к разрушению образца при 700 и 20 циклах фазового превращения, соответственно. Стоит заметить, что при относительно средней величине напряжений (650 МПа) величина обратимой деформации после термотренировки резко возросла с 2% до 5%. Таким образом, в кованом состоянии без разрушения образец выдерживает 1500 циклов с усилием 550 МПа, что в примерно 5 раз больше, чем в литом состоянии сплава $Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7}$. Можно утверждать, что циклическая усталость кованого состояния сплава $Ni_{57.4}Mn_{18.2}Ga_{22.7}Si_{1.7}$ больше в 5 раз чем литого состояния сплава $Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7}$.

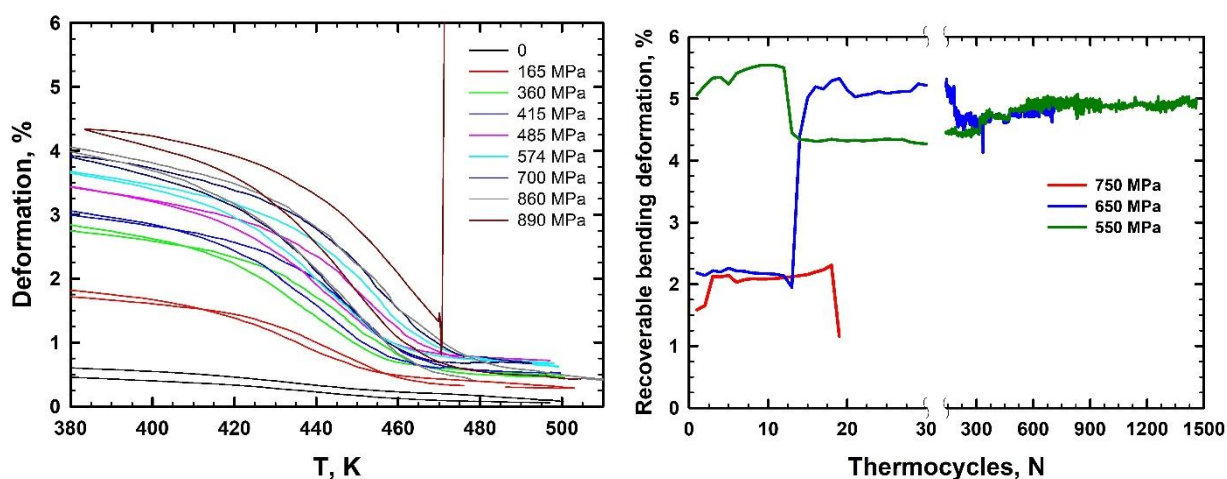


Рис. 6. Зависимость изгибной деформации образца от температуры и напряжений (a) и зависимость обратимой деформации от количества термоциклов (b) для сплава $Ni_{57.4}Mn_{18.2}Ga_{22.7}Si_{1.7}$ в кованом состоянии

Заключение

Микроструктура сплавов Гейслера системы Ni-Mn-Ga выплавленных методом аргонно-дуговой плавки имеет существенную особенность – практически на всю высоту слитка простираются вытянутые кристаллы шириной около 500 мкм. При нахождении образца в области мартенситного превращения или в процессе термоциклирования через температурный интервал превращения по границам кристаллов формируется крупная трещина, вызванная напряжениями фазового превращения, и которая в конечном итоге приводит к разрушению образца. Деформационно-термическая обработка слитков с такой микроструктурой не представляется возможной. С целью формирования оптимальной микроструктуры выполнена дополнительная термическая обработка слитка посредством вакуумной индукционной переплавки в кварцевом тигле. В результате формируется равноосная зеренная структура с размером зерен порядка 200 мкм. Однако в процессе переплавки в сплав попадают атомы кремния. Они растворяются равномерно без образования дополнительных фаз. Таким образом, дальнейшая работа проведена с системой сплавов Ni-Mn-Ga-Si. В результате деформационно-термической обработки методом всесторонней изотермическойковки при 950-973 К и истинной степени деформации $\epsilon=1,9...3,9$ и фрагментации зеренной структуры формируется частично-рекристаллизованная структура типа «ожерелье» с исходными крупными зернами, окруженными прослойкой мелкозернистой структуры.

Исследование термомеханических свойств выполнено на двух сплавах системы Ni-Mn-Ga-Si, один из которых в исходном состоянии, другой послековки. Использование двух разных составов обусловлено несколькими факторами. Во-первых, трудоемкостью получения большого слитка сплава, из которого можно оставить часть в исходном состоянии, другую часть отправить на ДТО. При этом части должны быть размером чтобы из них можно было получить серию образцов для циклических испытаний. Во-вторых, на данный момент нет возможности получить два слитка сплава одного и того же состава

ввиду неконтролируемости улетучивания марганца в процессе вакуумной переплавки. В-третьих – длительность экспериментов по циклике, которые могут длиться несколько недель. Таким образом, в исходном состоянии использован сплав $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$, в кованном $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$. Анализ термомеханических свойств методом трехточечного изгиба показывает, что кованное состояние превосходит исходное по всем параметрам. Показано, что циклическая прочность кованного состояния в 2 раза выше исходного, а усталостная прочность выше в 5 раз. Образец сплава в кованном состоянии выдерживает 1500 циклов мартенситного превращения при приложении к нему усилия в 550 МПа. В то время как исходное может претерпеть данное количество циклов только при усилии 100 МПа.

Таким образом, ковка сплавов системы Ni-Mn-Ga-Si приводит к формированию частично-рекристаллизованной микроструктуры типа «ожерелье», которая способствует кратному повышению циклической и усталостной прочности.

Финансирование: Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН.

Благодарности: Исследования выполнены на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием Института проблем сверхпластичности металлов РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

1. Pagounis E., Szczerba M.J., Chulist R., Laufenberg M. Large magnetic field-induced work output in a NiMnGa seven-layered modulated martensite. *Appl. Phys. Lett.* 2015. V.107. №15. P.152407. <https://doi.org/10.1063/1.4933303>
2. Sozinov A., Lanska N., Soroka A., Zou W. 12% magnetic field-induced strain in Ni-Mn-Ga-based non-modulated martensite. *Appl. Phys. Lett.* 2013. V.102. №2. P.021902. <https://doi.org/10.1063/1.4775677>

3. Chulist R., Pagounis E., Czaja P., Schell N., Brokmeier H. New Insights into the Intermartensitic Transformation and Over 11% Magnetic Field-Induced Strain in 14 m Ni–Mn–Ga Martensite. *Adv. Eng. Mater.* 2021. V.23. P.2100131. <https://doi.org/10.1002/adem.202100131>
4. Zhou Z., Wu P., Ma G., Yang B., Li Z., Zhou T., Wang D., Du Y. Large reversible magnetic-field-induced strain in a trained Ni_{49.5}Mn₂₈Ga_{22.5} polycrystalline alloy. *Journal of Alloys and Compounds.* 2019. V.792. P.399-404. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.038>
5. Mendonca A.A., Jurado J.F., Stuard S.J., Silva L.E.L., Eslava G.G., Cohen L.F., Ghivelder L., Gomes A.M., Giant magnetic-field-induced strain in Ni₂MnGa-based polycrystal. *Journal of Alloys and Compounds.* 2018. V.738. P.509-514. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.12.197>
6. Gaitzsch U., Potschke M., Roth S., Rellinghaus B., Schultz L. A 1% magnetostrain in polycrystalline 5M Ni–Mn–Ga. *Acta Mater.* 2009. V.57. P.365-370. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.017>
7. Li Z., Li Z., Yang B., He X., Gan W., Zhang Y., Li Z., Zhang Y., Esling C., Zhao X., Zuo L. Over 2% magnetic-field-induced strain in a polycrystalline Ni₅₀Mn_{28.5}Ga_{21.5} alloy prepared by directional solidification. *Materials Science & Engineering A.* 2020. V.780. P.139170. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139170>
8. Cheng P., Zhang G., Li Z., Yang B., Zhang Z., Wang D., Du Y. Combining magnetocaloric and elastocaloric effects to achieve a broad refrigeration temperature region in Ni₄₃Mn₄₁Co₅Sn₁₁ alloy. *J. Magn. Magn. Mater.* 2022. V.550. P.169082. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2022.169082>
9. Калетина Ю.В., Герасимов Е.Г., Терентьев П.Б., Калетин А.Ю. Мартенситное превращение, магнитотранспортные свойства и магнитокалорический эффект в сплавах Ni_{47-x}Mn_{42+x}In₁₁ (0 ≤ x ≤ 2). *Физика твердого тела.* 2021. Т.63. №4. С.521-526. <http://doi.org/10.21883/FTT.2021.04.50719.184>

10. Gamzatov A., Batdalov A.B., Khizriev Sh.K., Aliev A.M., Khanov L.N., Yen N.H., Dan N.H., Zhou H., Yu S.-C., Kim D.-H.. Phase transitions, thermal, electrical, and magnetocaloric properties of $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{37-x}\text{Al}_x\text{Sn}_{13}$ ($x=2, 4$) ribbon samples. *J. Alloys Compd.* 2022. V.842. P.155783. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155783>
11. Dey S., Roy R.K., Mallick A. B., Mitra A., Panda A.K. Influence of rapid solidification on magnetostructural and magnetocaloric effect in $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{23}$ alloy. *Materials Today Communications.* 2018. V.17. P.140-143. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.09.001>
12. Koshkid'ko Yu.S., Dilmieva E.T., Kamantsev A.P., Cwik J., Rogacki K., Mashirov A.V., Khovaylo V.V., Salazar Mejia C., Zagrebin M.A., Sokolovskiy V.V., Buchelnikov V.D., Ari-Gur P., Bhale P., Shavrov V.G., Koledov V.V. Magnetocaloric effect and magnetic phase diagram of Ni-Mn-Ga Heusler alloy in steady and pulsed magnetic fields. *J. Alloys Compd.* 2022. V.904. P.164051. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164051>
13. Li D., Li Z., Yang J., Li Z., Yang B., Yan H., Wang D., Hou L., Li X., Zhang Y., Esling C., Zhao X., Zuo L. Large elastocaloric effect driven by stress-induced two-step structural transformation in a directionally solidified $\text{Ni}_{55}\text{Mn}_{18}\text{Ga}_{27}$ alloy. *Scripta Mater.* 2019. V.163. P.116-120. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.01.014>
14. Shen Y., Sun W., Wei Z.Y., Shen Q., Zhang Y.F., Liu J. Orientation dependent elastocaloric effect in directionally solidified Ni-Mn-Sn alloys. *Scripta Mater.* 2019. V.163. P.14-18. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.12.026>
15. Chen J., Lei L., Fang G. Elastocaloric cooling of shape memory alloys: A review. *Materials Today Communications.* 2021. V.28. P.102706. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102706>
16. Wang J., Yu Q., Xu K., Zhang C., Wu Y., Jiang C. Large room-temperature elastocaloric effect of $\text{Ni}_{57}\text{Mn}_{18}\text{Ga}_{21}\text{In}_4$ alloy undergoing a magnetostructural coupling transition. *Scripta Mater.* 2017. V.130. P.148-151. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.11.024>

17. Guo J., Wei Z., Shlen Y., Zhang Y., Li J., Hou X., Liu J. Low-temperature superelasticity and elastocaloric effect in textured Ni–Mn–Ga–Cu shape memory alloys. *Scripta Mater.* 2020. V.185. P.56-60. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.04.007>
18. Метлов Л.С., Коледов В.В., Шавров В.Г., Морозов Е.В., Техтелев Ю.В., Таскаев С.В. Моделирование эластокалорических эффектов в сплавах Гейслера. *Челябинский физико-математический журнал.* 2020. Т.5. №4-2. С.592-600. <https://doi.org/10.47475/2500-0101-2020-15418>
19. Everhart W., Newkirk J. Mechanical properties of Heusler alloys. *Heliyon.* 2019. V.5. №5. P.e01578. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01578>
20. Пушин В.Г., Марченкова Е.Б., Королев А.В., Коуров Н.И., Белослудцева Е.С., Пушин А.В., Укусников А.Н. Магнитоуправляемые термоупругие мартенситные превращения и свойства мелкозернистого сплава Ni₅₄Mn₂₁Ga₂₅. *Физика твердого тела.* 2017. Т.59. №7. С.1297-1306. <https://doi.org/10.1134/S1063783417070198>
21. Марченкова Е.Б., Пушин В.Г., Казанцев В.А., Королев А.В., Коуров Н.И., Пушин А.В. Особенности термоупругих мартенситных превращений и свойства ультрамелкозернистых сплавов Ni₅₄Mn₂₀Fe₁Ga₂₅, полученных закалкой из расплава. *Физика металлов и металловедение.* 2018. Т.119. №10. С.992-1001. <https://doi.org/10.1134/S0031918X18100095>
22. Yang J., Li Z., Yang B., Yan H., Cong D., Zhao X., Zuo L. Strain manipulation of magnetocaloric effect in a Ni_{39.5}Co_{8.5}Mn₄₂Sn₁₀ melt-spun ribbon. *Scripta Mater.* 2023. V.224. P.115141. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115141>
23. Zhang Y., Ouyang J., Wang X., Tian Y., Ren Z. Magneto-structural transformations and magnetocaloric effect in the Heusler type Ni₄₈Cu₂Mn₃₆Sn_{14-x}Ti_x melt-spun ribbons. *Materials Chemistry and Physics.* 2022. V.290. P.126527. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.126527>
24. Yang J., Li Z., Yang B., Yan H., Cong D., Zhao X., Zuo L. Effects of Co and Si co-doping on magnetostructural transformation and magnetocaloric effect in Ni-

- Mn-Sn based alloys. *J. Alloys Compd.* 2022. V.892. P.162190. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162190>
25. Li Z., Dong S., Li Z., Yang B., Liu F., Sanchez-Valdes C.F., Sanchez Llamazares J.L., Zhang Y., Esling C., Zhao X., Zuo L. Giant low-field magnetocaloric effect in Si alloyed Ni-Co-Mn-In alloys. *Scripta Mater.* 2019. V.159. P.113-118. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.029>
26. Musabirov I.I., Safarov I.M., Galeev R.M., Afonichev D.D., Gaifullin R.Y., Kalashnikov V.S., Dilmieva E.T., Koledov V.V., Taskaev S.V., Mulyukov R.R. Influence of Multi-Axial Isothermal Forging on the Stability of Martensitic Transformation in a Heusler Ni-Mn-Ga Alloy. *Trans. Indian. Inst. Met.* 2021. V.74. P.2481-2489. <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02349-9>
27. Мусаби́ров И.И., Сафаров И.М., Галеев Р.М., Афоничев Д.Д., Коледов В.В., Рудской А.И., Мулюков Р.Р. Пластическая деформация сплава системы Ni-Mn-Ga методом всесторонней изотермическойковки. *Физика и механика материалов.* 2017. Т.33. №1. С.124-136. https://doi.org/10.18720/MPM.3312017_13
28. Мусаби́ров И.И., Сафаров И.М., Галеев Р.М., Гайсин Р.А., Коледов В.В., Мулюков Р.Р. Анизотропия термического расширения поликристаллического сплава системы Ni-Mn-Ga, подвергнутого пластической деформации ковкой. *Физика твердого тела.* 2018. Т.60. №6. С.1051-1057. <https://doi.org/10.1134/S1063783418060240>
29. Musabirov I.I., Galeev R.M., Safarov I.M. Thermal expansion anisotropy formed by extrusion for Ni_{2.26}Mn_{0.80}Ga_{0.89}Si_{0.05} alloy. *J. Magn. Mater.* 2020. V.514. P.167160. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167160>
30. Мусаби́ров И.И., Сафаров И.М., Галеев Р.М., Афоничев Д.Д., Гайфуллин Р.Ю., Коледов В.В., Таскаев С.В., Мулюков Р.Р. Влияние деформации изотермическойковки на мартенситное превращение в сплаве Гейслера системы Ni-Mn-Ga. *Челябинский физико-математический журнал.* 2020. Т.5. №4-2. С.601-611. <https://doi.org/10.47475/2500-0101-2020-15419>

31. Sivaprakash P., Muthu S.E., Infanta J.J., Rajkumar S., Kim I., Arumugam S. Investigation of exchange bias and magnetoresistance in the Si substituted Ni-Mn-In ribbon alloys. *Materials Science and Engineering: B*. 2022. V.286. P.116067. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2022.116067>
32. Мусаби́ров И.И., Мулю́ков Х.Я., Коледов В.В., Шавров В.Г. Термическое расширение сплава $Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}$. *Журнал технической физики*. 2011. Т.81. №3. С.108-111. <https://doi.org/10.1134/S1063784211030145>
33. Мусаби́ров И.И., Мулю́ков Х.Я., Сафаров И.М. Исследование текстуры слитка поликристаллического сплава системы Ni_2MnGa . *Письма о материалах*. 2012. Т.2. №3. С.157-160. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2012-3-157-160>

Для цитирования:

Мусаби́ров И.И. Формирование микроструктуры типа «ожерелье» методомковки в сплавах Гейслера системы Ni-Mn-Ga-Si как способ повышения механических свойств. *Журнал радиоэлектроники* [электронный журнал]. 2022. №11. <https://doi.org/10.30898/1684-1719.2022.11.4>