

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ВРЕМЕНИ ОТЖИГА НА ТЕМПЕРАТУРЫ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Ti–50,7at.%Ni С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

© 2021 г. К.А. Полякова, В.С. Комаров

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 13.05.21 г., доработана 16.05.21 г., подписана в печать 17.05.21 г.

Аннотация: На сплаве с памятью формы Ti–50,7at.%Ni в виде проволоки (после холодной деформации волочением при комнатной температуре) исследовано влияние температуры и времени рекристаллизационного отжига на характеристические температуры мартенситных превращений и механические свойства. Для указанного сплава рассмотрено 6 режимов последеформационного отжига при различных температуре и времени выдержки, в результате которых были получены структуры с различным размером рекристаллизованного зерна. Методом обратнорассеянных электронов (EBSD) был определен его размер и выявлено, что он увеличивается от 2,5 до 9 мкм при повышении как температуры отжига (600–700 °С), так и времени выдержки (0,5–5,0 ч). С помощью дифференциальной сканирующей калориметрии установлены характеристические температуры прямого и обратного мартенситных превращений. Установлено, что в результате роста размера рекристаллизованного зерна в 3 раза происходят снижение температуры начала прямого мартенситного превращения, а также расширение температурного интервала обратного мартенситного превращения. Результаты механических испытаний (на растяжение) при комнатной температуре свидетельствуют, что увеличение размера зерна приводит к уменьшению дислокационного и увеличению фазового пределов текучести. Определено, что дислокационный предел текучести определяется законом Холла–Петча, а фазовый – положением температуры испытания относительно температуры начала (или пика) прямого мартенситного превращения. При рекомендации режима термической обработки конкретных изделий следует учитывать эти два конкурирующих фактора, а также температуры обратного мартенситного превращения, отвечающие за температуры формовосстановления сплава.

Ключевые слова: сплавы с памятью формы Ti–Ni, никелид титана, холодная деформация, последеформационный отжиг, механические свойства, мартенситные превращения.

Полякова К.А. – канд. техн. наук, мл. науч. сотрудник лаборатории «Ультрамелкозернистые металлические материалы» (УМЗМ), доцент кафедры обработки металлов давлением, НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4).
E-mail: vachiyana@yandex.ru.

Комаров В.С. – канд. техн. наук, науч. сотрудник лаборатории, УМЗМ НИТУ «МИСиС».
E-mail: komarov@misis.ru.

Для цитирования: Полякова К.А., Комаров В.С. Влияние температуры и времени отжига на температуры мартенситных превращений и механические свойства сплава Ti–50,7at.%Ni с памятью формы. *Известия вузов. Цветная металлургия.* 2021. Т. 27. No. 4. С. 42–50. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-4-42-50.

Effect of annealing temperature and time on martensitic transformation temperatures and mechanical properties of the Ti–50.7at.%Ni shape memory alloy

K.A. Polyakova, V.S. Komarov

National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Received 13.05.2021, revised 16.05.2021, accepted for publication 17.05.2021

Abstract: The study covers the effect of recrystallization annealing temperature and time on the characteristic temperatures of martensitic transformations and mechanical properties of the Ti–50.7at.%Ni shape memory alloy in the form of wire after cold drawing at room temperature. Six modes of post-deformation annealing with different temperatures and holding times were studied for the alloy to obtain structures with different sizes of recrystallized grains. The recrystallized grain size was determined by electron backscatter diffraction (EBSD). It was shown that the size of recrystallized grains increases from 2.5 to 9 μm, with both an increase in the annealing temperature (600–700 °C) and an increase in the holding time (0.5–5.0 h). The characteristic temperatures of direct and reverse martensitic transformations

were determined using differential scanning calorimetry. It was shown that the threefold growth of the recrystallized grain size reduces the starting temperature of the direct martensitic transformation, and extends the temperature range of the reverse martensitic transformation. The results of mechanical tests (stretching tests) at room temperature showed that an increase in the grain size leads to a decrease in the dislocation yield strength and an increase in the phase yield strength. It was established that the dislocation yield strength obeys the Hall–Petch law, and the phase yield strength is determined by the test temperature position relative to the starting (or peak) temperature of the direct martensitic transformation. Heat treatment modes for specific products should be recommended taking into account these two competing factors, as well as reverse martensitic transformation temperatures determining the alloy strain recovery temperatures.

Keywords: Ti–Ni shape memory alloys, titanium nickelide, cold deformation, post-deformation annealing, mechanical properties, martensitic transformations.

Polyakova K.A. – Cand. Sci. (Eng.), Junior researcher of the Laboratory of ultrafine-grained metallic materials (UFGM), Associate professor of the Department of metal forming, National University of Science and Technology (NUST) «MISIS». E-mail: vachiyana@yandex.ru.

Komarov V.S. – Cand. Sci. (Eng.), Researcher of the Laboratory of UFGM, NUST «MISIS». E-mail: komarov@misis.ru.

For citation: Polyakova K.A., Komarov V.S. Effect of annealing temperature and time on martensitic transformation temperatures and mechanical properties of the Ti–50.7at.%Ni shape memory alloy. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy)*. 2021. Vol. 27. No. 4. P. 42–50 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-4-42-50.

Введение

Сплавы с памятью формы (СПФ) на основе титана являются перспективными материалами для использования в элементах медицинской техники [1–4]. Наиболее популярен из них околоэквиатомный сплав системы Ti–Ni (никелид титана), применяемый в изделиях медицинской аппаратуры [5–9]. Температура срабатывания данных элементов должна соответствовать температуре человеческого тела, и это обеспечивается применением заэквиатомного по никелю сплава состава Ti–50,7at.%Ni.

Известно, что размер зерна исходной фазы (B2-аустенита) влияет на функциональные и механические свойства СПФ Ti–Ni [10–18]. В работе [12] было показано, что в сплаве Ti–50,8at.%Ni после холодного волочения с обжатием 25 % и отжига при $t = 700$ °C с выдержкой от 3 мин до 24 ч температура начала мартенситного превращения практически не изменяется в результате увеличения размера зерна от 5 до 22 мкм, а дополнительное старение при $t = 250$ °C, $\tau = 24$ ч меняет стадию мартенситных превращений. В то же время авторами [13, 14] выявлено, что исходный размер рекристаллизованного зерна в диапазоне 5–15 мкм влияет на распределение частиц фазы Ti_3Ni_4 , кинетику мартенситных превращений, а также функциональные свойства СПФ Ti–50,7at.%Ni.

Недостаток имеющейся информации определил цель настоящего исследования — выяснить, как различные температура и время отжига, а соответственно, и размер рекристаллизованного

зерна B2-аустенита, могут влиять на характеристики мартенситных превращений и механического поведения СПФ системы Ti–Ni.

Методика исследований

Исследовали никелид титана Ti–50,7at.%Ni в виде проволоки диаметром 0,3 мм после холодной деформации при комнатной температуре с истинной (логарифмической) накопленной деформацией $e = 0,6$. Последеформационный отжиг проводили при температурах 600 и 700 °C и времени выдержки в диапазоне $\tau = 0,5+5,0$ ч для получения рекристаллизованного зерна разного размера. Охлаждение после выдержки осуществляли в воде.

Размер зерна определяли методом дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD) с использованием системы TSL-EDAX на сканирующем электронном микроскопе «TESCAN» (Чехия). Образцы были подвергнуты механической шлифовке на бумаге разной зернистости (от P320 до P2500) и последующей электролитической полировке в растворе электролита, состоящего из 30 % азотной кислоты и 70 % метанола. Электрополировку проводили при $t = -20$ °C и напряжении 20 В в течение 30 с. Размер зерна (d) определяли методом секущих с выборкой не менее 300 зерен.

Характеристические температуры мартенситных превращений: M_n , M_p и M_k — начало, пик и окончание прямого мартенситного превращения; A_n , A_p и A_k — начало, пик и окончание обратного

мартенситного превращения, оценивали с помощью дифференциального сканирующего калориметра Mettler Toledo 822e (Швейцария). Скорость нагрева/охлаждения составляла 10 °С/мин.

Испытания на растяжение до разрушения осуществляли на проволочных образцах диаметром 0,3 мм и длиной 100 мм (рабочая часть 50 мм) с использованием универсальной испытательной машины Instron 5966 (Великобритания) со скоростью 2 мм/мин при комнатной температуре.

Результаты и их обсуждение

В ходе холодного волочения с деформацией $e = 0,6$ (обжатие по сечению 45 %) формируется развитая дислокационная субструктура В2-аустенита (рис. 1). На дифракционной картине наблюдается гало, свидетельствующее о частичной аморфизации структуры.

Для формирования рекристаллизованного зерна разного размера были выбраны две температуры отжига ($t_{отж} = 600$ и 700 °С) с различным временем выдержки ($\tau = 0,5 \div 5,0$) (табл. 1).

В результате последеформационного отжига при температурах 600 и 700 °С формируется мелкозернистая рекристаллизованная структура В2-аустенита (рис. 2). Результаты расчетов размера зерна приведены на рис. 3. Из представленных данных видно, что в результате отжига при 600 °С в течение 2 и 5 ч наблюдается незначительный рост размера зерна от 2,7 до 3,0 мкм. В режиме $t_{отж} =$

Таблица 1. Режимы рекристаллизационного отжига

Table 1. Recrystallization annealing modes

$t_{отж}, ^\circ\text{C}$	$\tau, \text{ч}$			
600	–	–	2,0	5,0
700	0,5	1,0	2,0	5,0

$= 600$ °С, $\tau = 2$ ч образовалось небольшое количество мелких зерен размером от 500 нм до 1 мкм (см. рис. 2), и при увеличении выдержки до 5 ч их количество несколько снизилось, но в целом изменения в зеренной структуре незначительны.

При повышении температуры отжига до 700 °С уже при времени выдержки 30 мин средний размер зерна увеличивается в 2 раза — до 5,6 мкм, а при дальнейшем увеличении времени отжига до 1 и 2 ч происходит постепенный рост зерна до 6,2 и 6,5 мкм и практически отсутствуют зерна мельче 1 мкм (рис. 2). В режиме $t_{отж} = 700$ °С, $\tau = 5$ ч размер зерна достигает ~8,6 мкм.

На рис. 4 приведены калориметрические кривые охлаждения сплава никелида титана в результате последеформационного отжига в зависимости от размера рекристаллизованного зерна (d), а в табл. 2 представлены характеристические температуры мартенситных превращений сплава. Во всех случаях, кроме отжига при 600 °С, $\tau = 2$ ч, при охлаждении наблюдается одностадийное В2 → В19'-превращение, а при нагреве — В19' → В2-превращение (рис. 4–6). Превращение

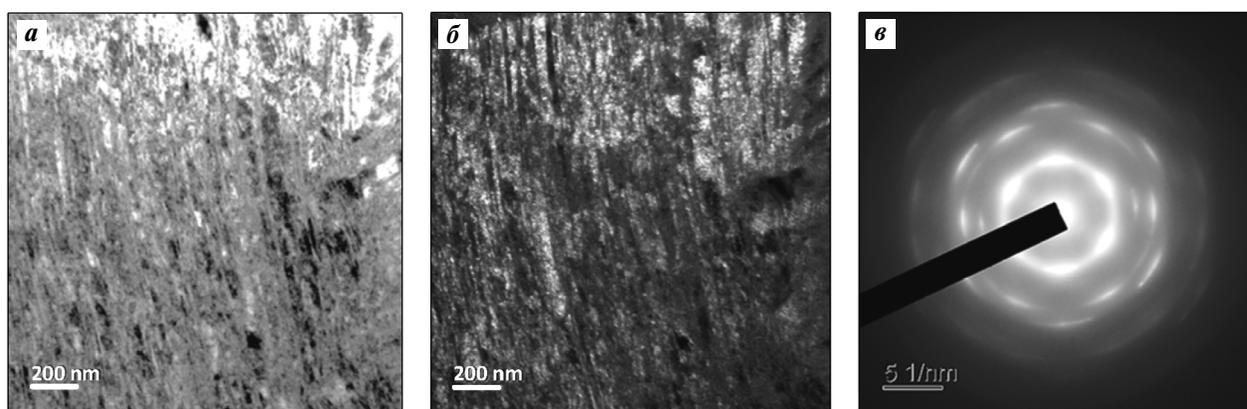


Рис. 1. Исходная микроструктура сплава Ti–50,7ат.%Ni после холодного волочения с истинной (логарифмической) накопленной деформацией $e = 0,6$

a – светлопольное изображение, *б* – темнопольное изображение, *в* – дифракционная картина

Fig. 1. Initial microstructure of the Ti–50.7at.%Ni alloy after cold drawing with true (logarithmic) accumulated strain $e = 0.6$
a – bright-field image, *б* – dark-field image, *в* – diffraction pattern

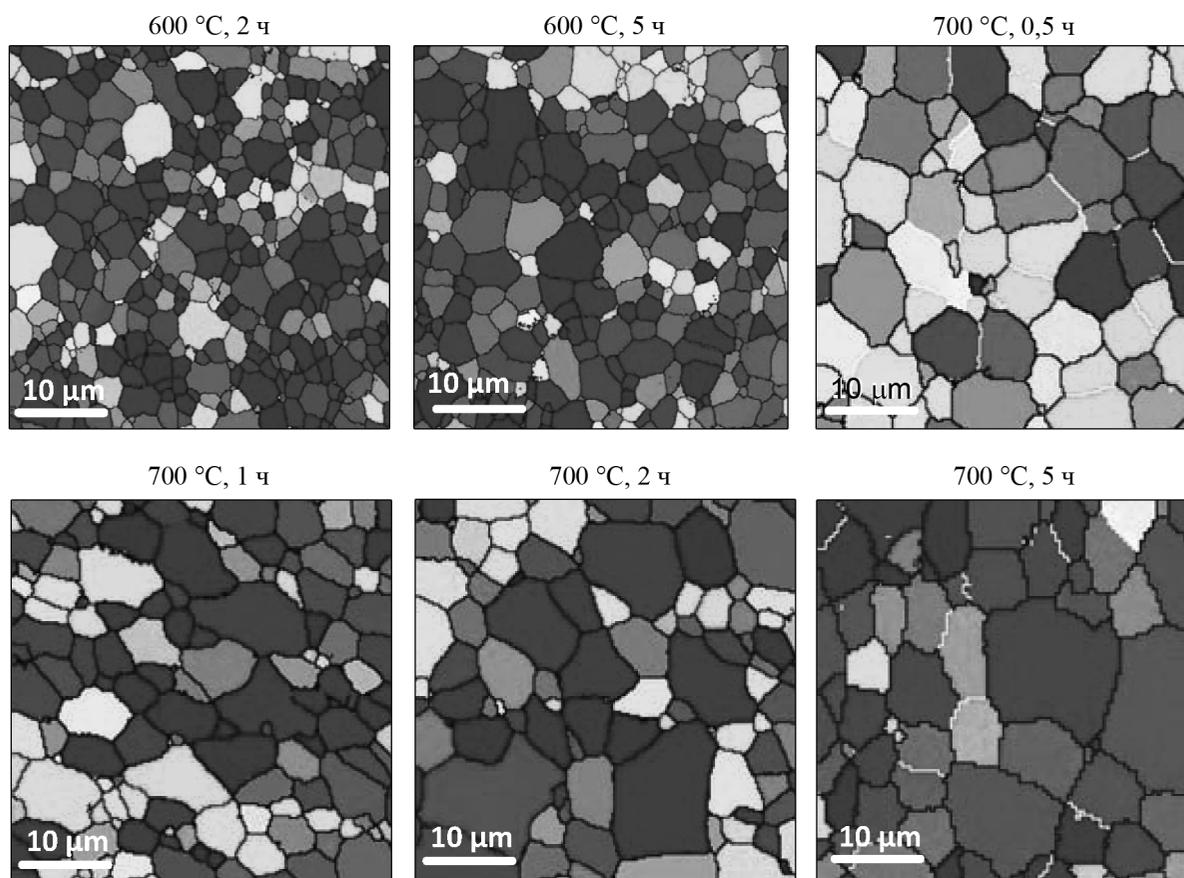


Рис. 2. Структура сплава после холодной деформации волочением и отжига при различных температуре и времени

Fig. 2. Alloy structure after cold deformation by drawing and annealing at different temperatures and times

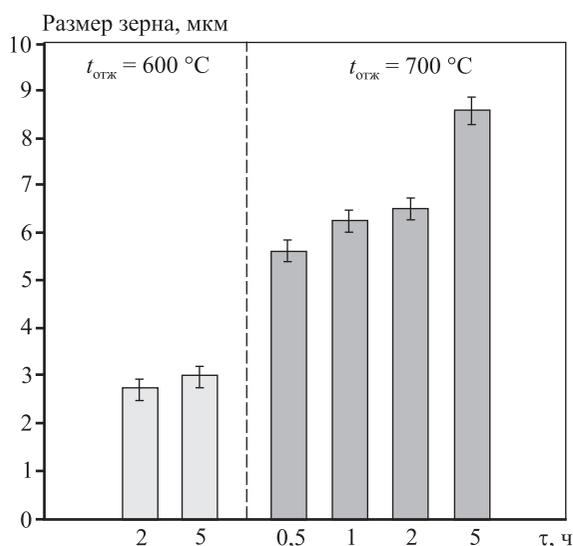


Рис. 3. Диаграмма изменения размера зерна в зависимости от температуры и времени отжига

Fig. 3. Grain size diagram depending on annealing temperature and time

при охлаждении после отжига при $t_{отж} = 600 \text{ }^\circ\text{C}$, $\tau = 2 \text{ ч}$ начинается с образования небольшого количества промежуточной R -фазы, которое быстро (через $5 \text{ }^\circ\text{C}$) сменяется формированием $B19'$ -мартенсита.

На рис. 5 представлены зависимости температур прямого и обратного мартенситных превращений от температуры отжига и времени выдержки.

В результате увеличения времени отжига с 2 до 5 ч при $t_{отж} = 600 \text{ }^\circ\text{C}$ наблюдается повышение температуры начала прямого мартенситного превращения (M_H) с 9 до $16 \text{ }^\circ\text{C}$, а также температуры пика $B2 \rightarrow B19'$ -превращения с 5 до $11 \text{ }^\circ\text{C}$. Температуры начала и окончания обратного мартенситного превращения при этом также возрастают с 20 до $26 \text{ }^\circ\text{C}$ (A_H) и с 36 до $42 \text{ }^\circ\text{C}$ (A_K).

При увеличении выдержки от 0,5 до 5 ч в ходе процесса при $t_{отж} = 700 \text{ }^\circ\text{C}$ наблюдается уменьшение температуры M_H с -21 до $-31 \text{ }^\circ\text{C}$. При этом температура пика $B2 \rightarrow B19'$ -превращения снижа-

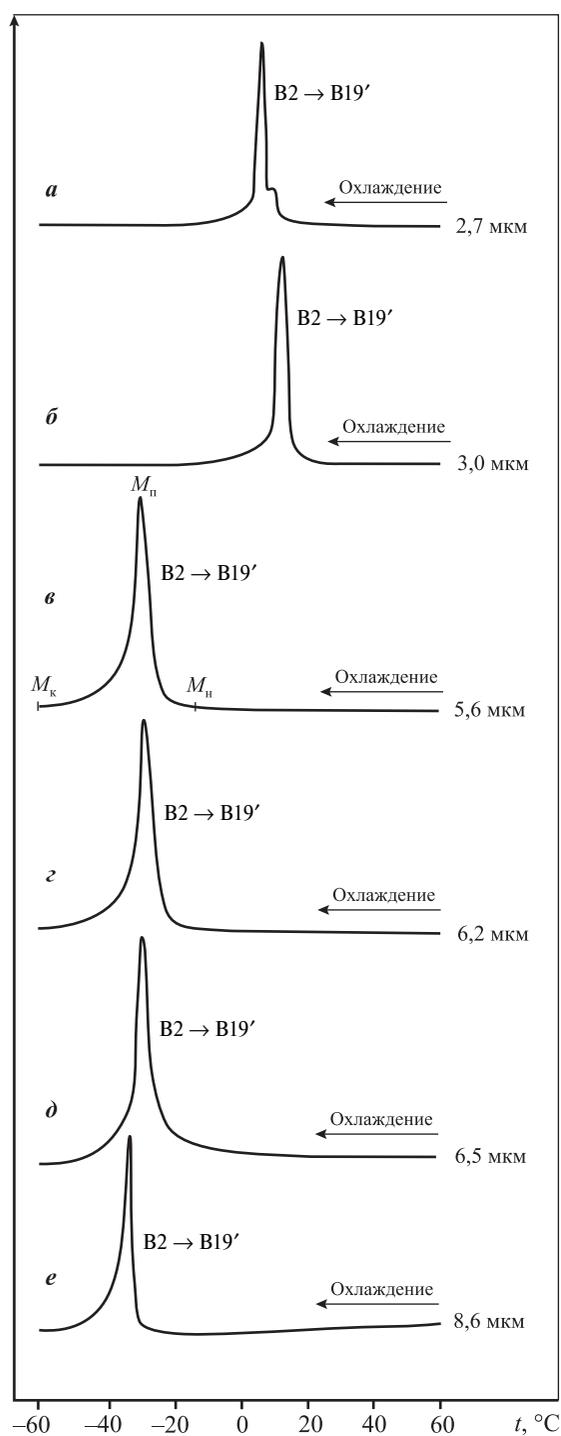


Рис. 4. Кривые охлаждения сплава Ti–50,7at.%Ni после отжига по исследуемым режимам

a – $t_{\text{отж}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ ч}$; *б* – $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ и 5 ч ;
в – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $0,5\text{ ч}$; *г* – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ и 1 ч ; *д* – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ и 2 ч ;
е – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ и 5 ч

Fig. 4. Ti–50.7at.%Ni alloy cooling curves after annealing in studied modes

a – $t_{\text{ann}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ h}$; *б* – $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 5 h ;
в – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 0.5 h ; *г* – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 1 h ; *д* – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 2 h ;
е – $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 5 h

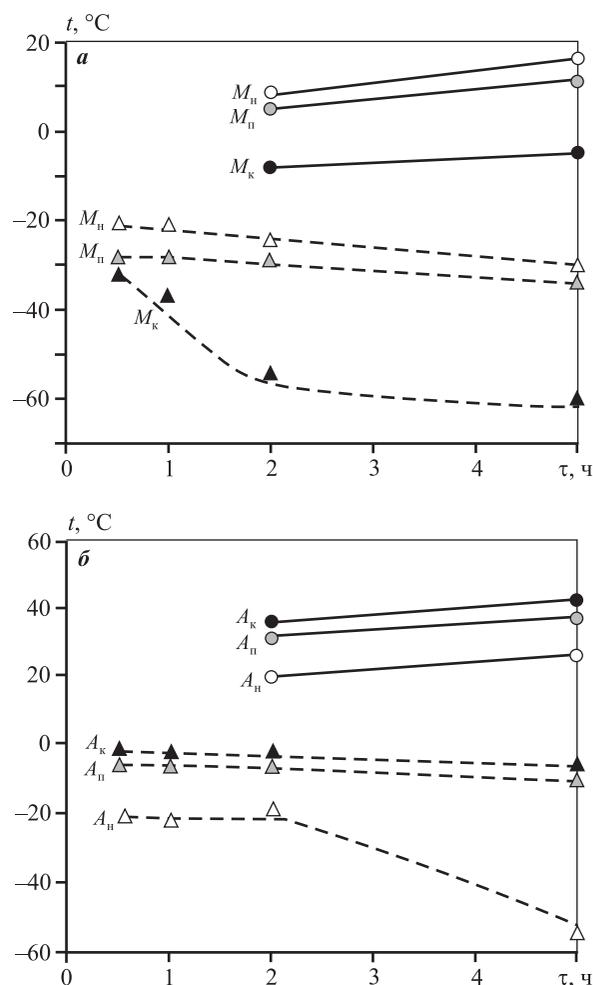


Рис. 5. Зависимость температур прямого (*a*) и обратного (*б*) мартенситных превращений от температуры отжига и времени выдержки $t_{\text{отж}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (сплошные линии), $t_{\text{отж}} = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (штриховые)

Fig. 5. Dependence of direct (*a*) and reverse (*б*) martensitic transformation temperature on annealing temperature and holding time

$t_{\text{ann}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (solid lines), $t_{\text{ann}} = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (dashed lines)

ется от -29 до $-34\text{ }^{\circ}\text{C}$ при $\tau = 5\text{ ч}$. Температура начала обратного мартенситного превращения ($A_{\text{н}}$) падает в область низких значений от -23 до $-56\text{ }^{\circ}\text{C}$ при увеличении τ от 1 до 5 ч , а температура его окончания ($A_{\text{к}}$) не меняется при времени отжига $1-2\text{ ч}$, но снижается до $-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ при выдержке 5 ч .

Таким образом, можно заключить, что размер рекристаллизованного зерна в интервале $d = 2,5 \div 9\text{ мкм}$ влияет на температуры мартенситных превращений. В результате роста размера рекристаллизованного зерна в 2 раза с $2,7$ ($t_{\text{отж}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ ч}$) до $5,5\text{ мкм}$ ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 ч) температура начала

Таблица 2. Характеристические температуры мартенситных превращений в сплаве Ti–50,7ат.%Ni

Table 2. Characteristic temperatures of martensitic transformations in the Ti–50.7at.%Ni alloy

Режим ТО		d, мкм	Температура, °С					
t _{отж} , °С	τ, ч		Охлаждение (B2 → B19')			Нагрев (B19' → B2)		
			M _п	M _н	M _к	A _п	A _н	A _к
600	2	2,7	5	9	–8	32	20	36
600	5	3,0	11	16	–5	37	26	42
700	0,5	5,6	–29	–21	–34	–4	–15	–1
700	1	6,2	–29	–21	–37	–7	–23	–3
700	2	6,5	–29	–26	–54	–7	–19	–3
700	5	8,6	–34	–31	–60	–11	–56	–7

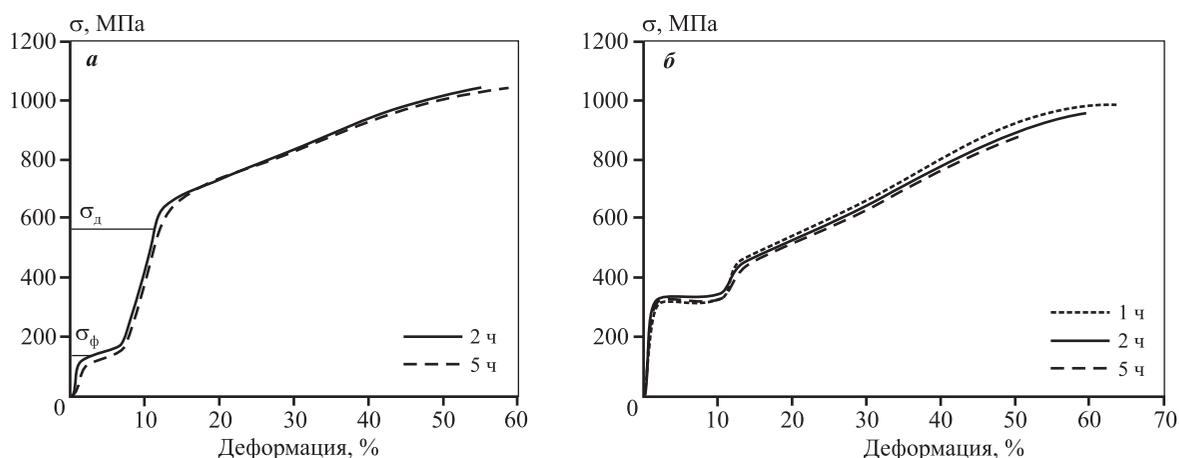


Рис. 6. Кривые напряжения–деформации сплава Ti–50,7ат.%Ni до разрушения при комнатной температуре в зависимости от температуры отжига 600 °С (а), 700 °С (б) и времени выдержки

Fig. 6. Ti–50.7at.%Ni alloy stress-strain curves before failure at room temperature depending on annealing temperature 600 °С (а), 700 °С (б) and holding time

прямого мартенситного превращения снижается с 9 до –21 °С.

На рис. 6 показаны кривые напряжение–деформация после отжига при различных температурах и выдержках.

Влияние последеформационного отжига на характеристики механического поведения сплава Ti–50,7ат.%Ni показано в табл. 3. Из ее данных следует, что при повышении t_{отж} с 600 до 700 °С, τ = 0,5 ч фазовый предел текучести увеличивается, а дислокационный — уменьшается. Если снижение σ_д выглядит естественным, поскольку коррелирует с резким ростом зерна, то повышение σ_ф в этих же условиях, на первый взгляд, противоречит факту укрупнения зерна. Для объяснения различия указанных закономерностей следует иметь в виду, что кроме размера зерна важным фактором,

влияющим на фазовый предел текучести СПФ, является разность между температурой испытания и температурой начала (или пика) прямого мартенситного превращения Δt = t_{исп} – M_п в соответствии с уравнением Клапейрона–Клаузиса: чем она больше, тем выше фазовый предел текучести [19].

Как видно из рис. 7, величина σ_ф линейно растет с увеличением Δt в прямом соответствии с уравнением Клапейрона–Клаузиса. Следовательно, основным фактором, определяющим фазовый предел текучести, является разность между температурами испытания и мартенситного превращения, а второстепенным — размер зерна.

Как видно из рис. 8, зависимость дислокационного предела текучести от размера зерна соответствует закону Холла–Петча (σ_т ~ 1/√d) и линейризуется в координатах σ – 1/√d [20–23].

Таблица 3. Механические свойства* сплава Ti–50,7ат.%Ni

Table 3. Mechanical properties* of the Ti–50.7at.%Ni alloy

Режим ТО		σ_{ϕ} , МПа	$\sigma_{\text{д}}$, МПа	$\Delta\sigma$	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %
$t_{\text{отж}}$, °С	τ , ч					
600	2	105	560	455	1000	57
600	5	90	560	470	1000	61
700	0,5	380	430	50	1100	65
700	1	290	350	60	1000	64
700	2	290	350	60	950	60
700	5	320	350	30	900	52

* Обозначения: σ_{ϕ} – фазовый предел текучести; $\sigma_{\text{д}}$ – дислокационный предел текучести; $\Delta\sigma = \sigma_{\text{д}} - \sigma_{\phi}$ – разность между дислокационным и фазовым пределами текучести, характеризующая степень возможной реализации ресурса обратимой деформации; $\sigma_{\text{в}}$ – предел прочности; δ – относительное удлинение.

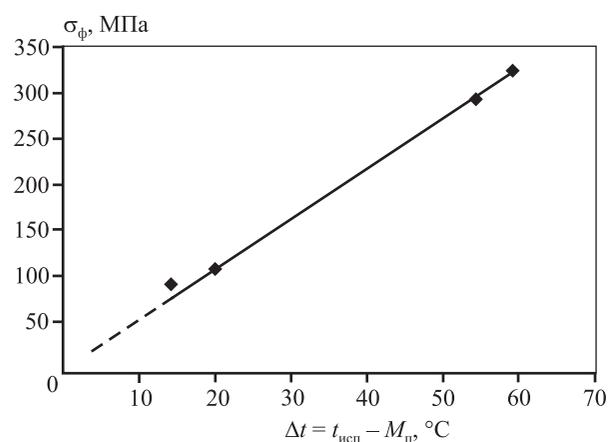


Рис. 7. Зависимость фазового предела текучести сплава Ti–50,7ат.%Ni от разности между температурой испытания и температурой пика прямого мартенситного превращения

Fig. 7. Dependence of Ti–50.7at.%Ni alloy phase yield strength on the difference between test temperature and peak temperature of direct martensitic transformation

Таким образом, полученные результаты позволяют заключить, что при выборе режима термической обработки для получения требуемого уровня механических и функциональных свойств СПФ состава Ti–50,7ат.%Ni следует учитывать 2 конкурирующих фактора, влияющих на дислокационный и фазовый пределы текучести: первый ($\sigma_{\text{д}}$) определяется в основном размером зерна и подчиняется закону Холла–Петча, а второй (σ_{ϕ}) – положением температуры деформации, наводящей эффект памяти формы, относительно температуры начала прямого мартенситного превращения.

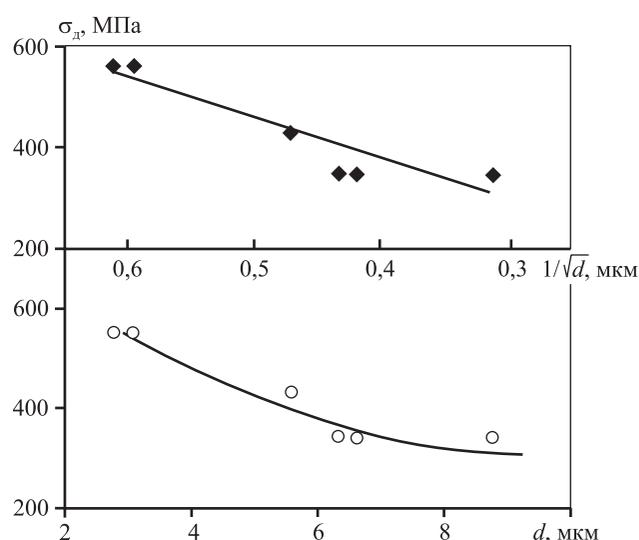


Рис. 8. Зависимость дислокационного предела текучести от размера зерна

Fig. 8. Dependence of dislocation yield strength on grain size

Фазовый предел текучести уменьшается с приближением к температуре M_{H} со стороны как высоких, так и низких температур.

Выводы

1. В сплаве с памятью формы состава Ti–50,7ат.%Ni в результате холодной деформации волочением с истинной (логарифмической) накопленной деформацией $e = 0,6$ и последеформационного отжига при 600–700 °С в течение 0,5–5,0 ч формируется рекристаллизованная структу-

ра В2-аустенита, а размер рекристаллизованных зерен (d) увеличивается от 2,5 до 9 мкм.

2. Размер рекристаллизованного зерна в интервале от 2,5 до 9 мкм влияет на характеристические температуры мартенситных превращений. В результате роста величины d в 3 раза: с 2,7 мкм ($t_{отж} = 600$ °С, $\tau = 2$ ч) до 8,6 мкм (700 °С, 5 ч), температура начала прямого мартенситного превращения снижается с 9 °С до –31 °С. При этом дислокационный предел текучести уменьшается, а фазовый увеличивается.

3. При выборе режима термической обработки для получения требуемого уровня механических и функциональных свойств СПФ состава Ti–50,7at.%Ni следует учитывать, что дислокационный предел текучести определяется в основном размером зерна и подчиняется закону Холла–Петча, а фазовый, в соответствии с уравнением Клапейрона–Клаузиуса, — положением температуры деформации, наводящей эффект памяти формы, относительно температуры начала прямого мартенситного превращения.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №19-79-00365)

Авторы выражают благодарность докт. физ.-мат. наук Н.Н. Ресниной (СПбГУ, г. Санкт-Петербург) за помощь в проведении калориметрических исследований.

Acknowledgments: *The present research has been carried out under financial support the Russian Science Foundation (Project № 19-79-00365).*

The authors are grateful to N.N. Resnina (Dr. Sci.(Phys.- Math.)) for her help in conducting of calorimetric studies.

Литература/References

- Miyazaki S. My experience with Ti–Ni-based and Ti-based shape memory alloys. *Shap. Mem. Super.* 2017. Vol. 3. P. 279–314 DOI:10.1007/s40830-017-0122-3.
- Gunderov D., Prokoshkin S., Churakova A., Sheremetyev V., Ramazanov I. Effect of HPT and accumulative HPT on structure formation and microhardness of the novel Ti₁₈Zr₁₅Nb alloy. *Mater. Lett.* 2021. Vol. 283. Art. 128819. DOI: 10.1016/j.matlet.2020.128819.
- Sheremetyev V., Petrzhik M., Zhukova Y., Kazakbiev A., Arkhipova A., Moisenovich M., Prokoshkin S., Brailovski V. Structural, physical, chemical, and biological surface characterization of thermomechanically treated Ti–Nb-based alloys for bone implants. *J. Biomed. Mater. Res. Pt. B. Appl. Biomater.* 2020. Vol. 108 (3). P. 647–662. DOI: 10.1002/jbm.b.34419.
- Kudryashova A., Sheremetyev V., Lukashevich K., Cheverikin V., Inaekyan K., Galkin S., Prokoshkin S., Brailovski V. Effect of a combined thermomechanical treatment on the microstructure, texture and superelastic properties of Ti–18Zr–14Nb alloy for orthopedic implants. *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 843. Art. 156066. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.156066.
- Ryklina E., Korotitskiy A., Khmelevskaya I., Prokoshkin S., Polyakova K., Kolobova A., Soutorine M., Chernov A. Control of phase transformations and microstructure for optimum realization of one-way and two-way shape memory effects in removable surgical clips. *Mater. Des.* 2017. Vol. 136. P. 174–184. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.09.024.
- Ryklina E.P., Khmelevskaya I.Yu., Prokoshkin S.D., Inaekyan K.E., Ipatkin R.V. Effects of strain aging on two-way shape memory effect in a nickel-titanium alloy for medical application. *Mater. Sci. Eng. A.* 2006. Vol. 438-440. P. 1093–1096.
- Khmelevskaya I.Yu., Ryklina E.P., Prokoshkin S.D., Markossian G.A., Tarutta E.P., Iomdina E.N. A shape memory device for the treatment of high myopia. *Mater. Sci. Eng. A.* 2008. Vol. 481-482 (1-2 C). P. 651–653.
- Komarov V., Khmelevskaya I., Karelin R., Kawalla R., Korpala G., Prael U., Yusupov V., Prokoshkin S. Deformation behavior, structure, and properties of an aging Ti–Ni shape memory alloy after compression deformation in a wide temperature range. *JOM.* 2021. Vol. 73(2). P. 620–629. DOI: 10.1007/s11837-020-04508-7.
- Karelin R.D., Khmelevskaya I.Y., Komarov V.S., Andreev V.A., Perkas M.M., Yusupov V.S., Prokoshkin S.D. Effect of quasi-continuous equal-channel angular pressing on structure and properties of Ti–Ni shape memory alloys. *J. Mater. Eng. Perform.* 2021. Vol. 30 (4). P. 3096–3106. DOI: 10.1007/s11665-021-05625-3.
- Belyaev S., Resnina N., Saveleva A., Glazova D., Pilyugin V. Influence of the grain size on the strain variation on cooling and heating of Ni_{50.2}Ti_{49.8} alloy under stress. *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. Vol. 759. P. 778–784. DOI: 10.1016/j.msea.2019.05.061.
- Belyaev S., Resnina N., Pilyugin V., Glazova D., Zeldovich V., Frolova N. Shape memory effects in Ti–50.2 at% Ni alloy with different grain size. *Mater. Sci. Eng. A.* 2017. Vol. 706. P. 64–70. DOI: 10.1016/j.msea.2017.08.113.
- Wang X., Li, C., Verlinden B., Van Humbeeck J. Effect of grain size on aging microstructure as reflected in the transformation behavior of a low-temperature aged Ti–50.8 at% Ni alloy. *Scripta Mater.* 2013. Vol. 69 (7). P. 545–548. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.06.023.
- Polyakova K.A., Ryklina E.P., Prokoshkin S.D. Effect of grain size and ageing-induced microstructure on functional characteristics of a Ti–50.7at.%Ni alloy. *Shap.*

- Mem. Super.* 2020. Vol. 6 (1). P. 139–147. DOI: 10.1007/s40830-020-00269-z.
14. Ryklina E.P., Polyakova K.A., Tabachkova N.Y., Resnina N.N., Prokoshkin S.D. Effect of B2 austenite grain size and aging time on microstructure and transformation behavior of thermomechanically treated titanium nickelide. *J. Alloys Compd.* 2018. Vol. 764. P. 626–638. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.06.102.
 15. Resnina N., Belyaev S., Pilugin V., Glazova D. Mechanical behavior of nanostructured TiNi shape memory alloy with different grain size. *Mat. Tod.: Proc.* 2017. Vol. 4 (3). P. 4841–4845. DOI: 10.1016/j.matpr.2017.04.081.
 16. Grishkov V.N., Lotkov A.I., Baturin A.A., Cherniavsky A.G., Timkin V.N., Zhapova D.Y. Effect of recrystallization annealing on the inelastic properties of TiNi alloy under bending. *AIP Conf. Proc.* 2016. Vol. 1783. Art. 020067. DOI: 10.1063/1.4966360.
 17. Poletika T.M., Girsova S.L., Lotkov A.I. Ti_3Ni_4 precipitation features in heat-treated grain/subgrain nanostructure in Ni-rich TiNi alloy. *Intermet.* 2020. Vol. 127. Art. 106966. DOI: 10.1016/j.intermet.2020.106966.
 18. Ryklina E.P., Prokoshkin S.D., Chernavina A.A., Perevoshchikova N.N. Investigation on the influence of thermo-mechanical conditions of induction and structure on the shape memory effects in Ti–Ni alloy. *Inorg. Mater.* 2010. Vol.1 (3). P. 188–194. DOI: 10.1134/S2075113310030032.
 19. Otsuka K., Wayman C. Shape memory materials. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
 20. Demers V., Brailovski V., Prokoshkin S.D., Inaekyan K.E. Optimization of the cold rolling processing for continuous manufacturing of nanostructured Ti–Ni shape memory alloys. *J. Mater. Process. Technol.* 2009. Vol. 209. P. 3096–3105. 10.1016/j.jmatprotec.2008.07.016.
 21. Valiev R.Z., Gunderov D.V., Lukyanov A.V., Pushin V.G. Mechanical behavior of nanocrystalline TiNi alloy produced by severe plastic deformation. *J. Mater. Sci.* 2012. Vol. 47. P. 7848–7853. DOI: 10.1007/s10853-012-6579-8.
 22. Gunderov D., Churakova A., Lukyanov A., Prokofiev E., Pushin V., Kreitchberg A., Prokoshkin S. Features of the mechanical behavior of ultrafine-grained and nanostructured TiNi alloys. *Mat. Today: Proc.* 2017. Vol. 4(3). P. 4825–4829. DOI: 10.1016/j.matpr.2017.04.078.
 23. Kashin O., Krukovskii K., Lotkov A., Grishkov V. Effect of true strains in isothermal ABC pressing on mechanical properties of $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ alloy. *Metals.* 2020. Vol.10 (10). Art. 1313. P. 1–13. DOI: 10.3390/met10101313.