

На правах рукописи

АНДРЕЕВ Владимир Александрович

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА
И ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНО-МЕХАНИЧЕСКИХ
СВОЙСТВ ПРОВОЛОКИ ИЗ СПЛАВОВ TiNi
С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**

*Специальность: 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка
металлов*

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2008

Работа выполнена в Государственном образовательном учреждении
высшего профессионального образования
«Новгородский государственный университет имени Ярослава Мудрого» и
в Закрытом акционерном обществе «Промышленный центр МАТЭКС»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Хусаинов Михаил Андреевич

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
Волков Александр Евгеньевич

кандидат технических наук, доцент
Шипша Владимир Григорьевич

Ведущая организация: Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе
(г. Санкт-Петербург)

Защита состоится “ 11 ” декабря 2008 г. в 16-00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 в Государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, химический корпус, ауд. 51.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ГОУ ВПО Санкт-Петербургский государственный политехнический университет.

Автореферат разослан " 06 " ноября 2008 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.229.03
доктор технических наук, профессор

Кондратьев С.Ю.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Разработка и внедрение новых технологий и совершенствование традиционных способов производства сплавов на основе никелида титана и их передела в проволоку, обеспечивающих повышение качественных показателей продукции, во многом определяет эффективное развитие данного направления в промышленности.

В настоящее время проволока из сплавов TiNi находит широкое применение в технике и медицине: самораскрывающиеся космические и наземные антенны, активные (термосиловые) элементы в виде винтовых спиралей в мартенситных двигателях шагового и роторного действия, имплантанты, стенты, фиксаторы в челюстно-лицевой травматологии, корректирующие стержни, штифты, спицы, винты и другие элементы различного назначения. В условиях высокой потребности этих материалов существует проблема производства проволоки с заданными структурно-чувствительными свойствами (обратимая деформация, реактивные напряжения, степень восстановления формы, температурный интервал восстановления формы $A_f - A_s$ и другие параметры). Потребитель материала, как правило, доводит до заданного уровня показатели функциональных свойств самостоятельно, в отрыве от предшествующей обработки. Отсутствует стройная технология производства проволоки от подготовки шихты до готовой продукции с требуемыми свойствами. Не менее важной проблемой остается качество поверхностного слоя получаемой проволоки, определяющей преждевременное разрушение вследствие действия периодически повторяющихся термоциклических и механических нагрузок. Одним из направлений решения этой проблемы является шлифование и полирование проволоки под натяжением на последней операции волочения.

Специфика поведения материалов с памятью формы такова, что при циклировании всегда имеет место термоупругое мартенситное превращение с формированием особой структуры способной к переходу в критическую стадию сразу или после быстрого подрастания трещин под нагрузкой. Феноменологические и термодинамические модели деформирования сплавов с памятью формы завершались лишь построением гистерезисов превращения без описания процессов накопления повреждений и разрушения. Модель Волкова А.Е., построенная на основе знаний о внутренней структуре материала и механизмах деформации, является, в какой-то степени, универсальной. Однако она не отработана на примере конкретного сплава и не согласована с экспериментом. По этой причине в настоящее время ее нельзя использовать для прогнозирования циклической долговечности сплавов с эффектом памяти формы. Наиболее эффективные модели кинетики повреждаемости и разрушения, учитывающие структурное состояние сплава, в литературе не представлены. Нет ясности в способах стабилизации структуры сплава и достижении высоких значений обратимой деформации (неупругой $> 5\%$ и сверхупругой более 6%) с повышенным сопротивлением усталости. Технологические особенности формирования функциональных свойств в заводских условиях в печати не публикуются, а в опубликованных работах показатели свойств памяти формы непредсказуемы вследствие проявления отрицательной памяти, наведенной пластической де-

формацией при волочении.

Анализ выполненных по рассматриваемой тематике работ показал, что пригодная для практического использования технология получения проволоки и ее обработка, повышающая и стабилизирующая функциональные свойства, отсутствует, а функциональные свойства товарной проволоки из сплавов на основе никелида титана мало изучены. Таким образом, создание комплексной методики целенаправленного управления технологическими параметрами плавки и эксплуатационными свойствами сплавов TiNi с памятью формы, базируясь на знании процессов структурообразования при различных технологических и силовых воздействиях, является актуальной не только в научном плане, но и в практическом аспекте.

Данная работа выполнялась по заданию Федерального агентства по образованию на проведение научно-исследовательских работ в соответствии с тематическим планом на 2006–2008 гг.

Цель работы: разработка эффективной технологии производства проволоки из сплавов TiNi с эффектами псевдоупругости и памяти формы, обеспечивающей высокое качество и стабильный уровень функционально-механических свойств готового материала.

Задачи исследования:

1. Анализ современной технологии производства сплавов TiNi с эффектами псевдоупругости и памяти формы и определение наиболее прогрессивного способа производства полуфабрикатов и проволоки высокого качества.

2. Изучение особенностей и установление закономерностей изменения фазового состава и свойств памяти формы сплавов TiNi после многократного деформирования, позволяющих разработать алгоритм управления структурой для достижения высокого уровня функциональных свойств.

3. На основе систематического исследования механического поведения сплавов TiNi в условиях одноосного и сложного нагружения при постоянной и циклически изменяющейся температурах выработка надежного критерия оценки сопротивляемости материала, позволяющего прогнозировать его долговечность при различных схемах циклического нагружения.

4. Разработка режимов обработки проволоки, формирующих ее прямолинейность при высоких значениях псевдоупругости и эффекта памяти формы.

5. Построение физически обоснованной модели механической усталости, описывающей процессы накопления дефектов кристаллического строения в сплаве с эффектами псевдоупругости и памяти формы вплоть до разрушения, и выявление особенностей разрушения при различных схемах нагружения.

Научная новизна:

1. Выполнен систематический анализ влияния термомеханической обработки (ТМО) проволочных образцов на эффекты псевдоупругости и памяти формы сплавов системы TiNi. Показано, что деформирование проволочных образцов под натяжением способствует формированию эффекта псевдоупругости и памяти формы с высокими значениями механических свойств и обратимой деформации при обеспечении ее прямолинейности.

2. Изучены функциональные характеристики сплавов TiNi при различных степенях обжатия. Установлены области деформации, при которых реализуют-

ся наиболее высокие показатели свойств памяти формы.

3. Установлены общие закономерности механического поведения сплавов системы TiNi с псевдоупругими свойствами и эффектом памяти формы при различных схемах механического и термоциклического нагружения. Показано, что независимо от способа нагружения, наблюдаются два этапа изменения свойств памяти формы, характеризующиеся структурно-неустойчивым состоянием и переходом пластически деформированного металла к более устойчивому.

4. На основе микроструктурного подхода разработана физическая модель накопления повреждений и разрушения, учитывающая механические характеристики и температуры мартенситных превращений сплава с эффектом памяти формы. Программа расчета позволяет прогнозировать число циклов до разрушения и вероятные кривые гистерезисов превращения.

5. Предложена и апробирована методика расчета долговечности псевдоупругих сплавов на основе разработанной модели в сопоставлении с результатами экспериментальных исследований. Показано, что расхождение по числу циклов до разрушения между результатами, полученными экспериментально и рассчитанными по модели, не превышает 20%. Программа расчета может быть использована для прогнозирования долговечности при размахе заданной деформации 6–9%.

Достоверность экспериментальных результатов и обоснованность выводов обеспечиваются корректностью постановки задач исследования, комплексным подходом к их решению с использованием современных методов и методик, привлечением статистических методов обработки результатов, анализом литературных данных и критическим сопоставлением установленных в работе закономерностей.

Практическая ценность:

1. Разработан прогрессивный способ получения слитков, прутков и проволоки высокого качества из сплавов системы TiNi с эффектами псевдоупругости и памяти формы. Разработанная технология включает экспериментально изученные и многократно апробированные операции обработки давлением, точением перед ковкой и прокаткой, бесцентровым шлифованием, полированием проволоки и др. Предложенный способ частично защищен изобретением (Патент РФ №2162900 от 10.02.2001).

2. Разработан эффективный режим ТМО сплавов TiNi, обеспечивающий прямолинейность проволоки после волочения и значительный возврат псевдоупругой деформации ($\geq 6\%$). На способ двухстадийной ТМО подана заявка на изобретение (Регистрационный № 2008116338 от 28 апреля 2008 г).

3. Разработан режим термотренинга в перегрузочном цикле с частичными разгрузками (через деформацию 1%), повышающий псевдоупругость и долговечность в 1,5–2,0 раза по сравнению с испытаниями в обычном режиме. Предложенный режим термотренинга может использоваться для ответственных изделий и инструментов в медицине, например, для микрохирургии глаза.

По результатам работы на заводе Промышленного центра «МАТЭКС» внедрена более эффективная технология производства полуфабрикатов и проволоки из сплавов системы TiNi, позволяющая в строгой последовательности выполнять операции обработки слитка давлением до полуфабриката (прутков),

завершая технологический процесс волочением. Новые операции, способствующие повышению качества выпускаемой продукции, гармонично увязаны с промышленной технологической схемой получения проволоки.

Результаты диссертации использованы при разработке технических условий ТУ 18.4290-004-13152881-02 (Проволока из сплава ТН-1) и ТУ 18.4270-005-13152881-05 (Проволока и прутки из сплава ТН-1).

Разработанные и созданные в НовГУ лабораторные стенды для исследования механической и термоциклической долговечности по различным схемам нагружения используются для решения производственных задач, а также в научно-исследовательской и учебной работе.

Личный вклад автора заключается в постановке задач исследования; разработке и внедрении новых видов обработки, вошедших в технологическую цепочку производства проволоки из сплавов TiNi; проведении экспериментов по исследованию функционально-механических свойств в изотермических и циклических условиях нагружения; обработке полученных результатов и формулировании выводов.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Полная и эффективная технологическая схема производства полуфабрикатов и проволоки из сплавов системы TiNi с величиной обратимой деформации памяти формы и псевдоупругости $\geq 6\%$.

2. Экспериментальные результаты и физические представления о влиянии химического состава сплавов исследованной системы, температуры и скорости деформирования, пластической и термической обработки на эффекты псевдоупругости и памяти формы.

3. Режимы термомеханической обработки («прямого» отжига) проволоки (после волочения) в целях обеспечения ее прямолинейности и высоких свойств псевдоупругости и эффекта памяти формы.

4. Экспериментальные результаты механоциклической и термоциклической долговечности исследованных сплавов и полученные на их основе аналитические выражения, устанавливающие взаимосвязь между заданной деформацией (напряжением) и числом циклов до разрушения с учетом состава и структурного состояния сплавов и позволяющие оценивать работоспособность материала.

5. Физическая модель, описывающая накопление деформационных дефектов и разрушение псевдоупругой проволоки при механическом циклировании. Программа расчета малоциклового усталости сплавов с псевдоупругими свойствами.

Апробация работы. Материалы диссертации докладывались на следующих конференциях и симпозиумах:

1. XIV Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 300-летию Санкт-Петербурга, 2003, Санкт-Петербург;

2. III Международная конференция, посвященная памяти академика Г.В. Курдюмова, 20-24 сентября 2004 г., Черноголовка;

3. XLIII Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 27 сентября - 1 октября 2004, Витебск;

4. VI Международная конференция «Современные металлические мате-

риалы и их использование в технике», 2004, Санкт-Петербург;

5. Международная научно-техническая конференция «Теория и технология процессов пластической деформации – 2004», 26-28 октября, 2004, Москва;

6. International Conference on Martensitic Transformations, June 14-17, 2005, Snanghai, China;

7. XLIV Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 3-7 октября, 2005, Вологда;

8. XVI Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 75-летию со дня рождения В.А. Лихачева. 14-16 марта, 2006, Санкт-Петербург;

9. III Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 18-20 апреля, 2006, Москва;

10. Четвертая международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», посвященная памяти академика Г.В. Курдюмова, 4-8 сентября, 2004, Черногловка;

11. ECOMAT 2006 European Symposium on Martensitic Transformations, September 10-15, 2006, Bochum/Germany;

12. 45-я Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 25-28 сентября, 2006, Белгород.

13. XVII Петербургские чтения по проблемам прочности. Санкт-Петербург, 10–12 апреля 2007 г.: Сб. материалов. Ч. I. СПб., 2007 г.;

14. XLVI Международная конференция «Актуальные проблемы прочности». 15–17 октября 2007 г. Витебск, Беларусь: Материалы конференции. Ч. 1. Витебск, 2007;

15. Международная научная конференция SMST-2007, Tsucuba Sity, 3–7.12.2007, Япония;

16. V Международная конференция «Прочность и разрушение материалов и конструкций». 12–14 марта 2008 г. Оренбург.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 46 печатных работ, в т. ч. 3 статьи – в журналах, включенных в Перечень ВАК РФ.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, основных выводов и списка цитируемой литературы, включающего 131 наименование. Диссертация содержит 132 страницы, в том числе 57 рисунков и 7 таблиц, а также Приложение 4 страницы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении представлена характеристика объекта исследования, обоснована актуальность, цель исследований и сформулированы задачи диссертационной работы, а также основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен критический обзор российских и зарубежных исследований, касающийся технологии получения сплавов на основе никелида титана с эффектом памяти формы. Рассмотрены особенности выплавки сплава, раздела слитков, производства прутков и проволоки. Отмечается фрагментарность и противоречивость сведений в способах получения сплавов заданного состава. Проанализированы работы, посвященные стабилизации структуры

сплавов, а также влиянию термической и термомеханической обработки на свойства памяти формы и сопротивление усталостному разрушению. Приведены данные о влиянии состава, частичных разгрузок и тренинга в перегрузочном режиме на прочностные характеристики и псевдоупругие свойства сплавов TiNi. Особое внимание уделено обсуждению вопросов, связанных с исследованием механического поведения сплавов в изотермических и циклических условиях, анализу экспериментально полученных данных, а также описанию процессов накопления повреждаемости и разрушения.

В результате выполненного анализа определены основные задачи диссертационной работы.

Во второй главе обоснован выбор технологии производства проволоки заданных составов, реализующих эффекты псевдоупругости и памяти формы. Разработанная технологическая схема плавки сплавов в вакуумной индукционной печи типа УППФ-3М с графитовым тиглем позволила обеспечить строго заданные составы: Ti-50,0ат.%Ni, Ti-50,6ат.%Ni, Ti-50,7ат.%Ni, Ti-50,8ат.%Ni и Ti-50,9ат.%Ni с суммарным содержанием газовых примесей (0,1085–0,1516) вес %. Исходными материалами для получения сплавов являлись никелевые катоды Н1У и Н0 в виде пластин, которыми обкладывалась внутренняя поверхность графитового тигля и листы титановых отходов марок ВТ1-0 и ВТ1-00.

Плавка осуществлялась в вакуумно-индукционной печи. Разливка осуществлялась в графитовые изложницы из высокоплотного графита ЗОПГ через питатель, по типу сифонной разливки стали, предотвращающая размывку стенок изложницы. Для определения содержания металлических компонентов сплава использовался рентгеновский микроанализатор УХА-860-2, с помощью которого проводилось также исследование химической неоднородности слитков. Если не учитывать наличие зональной ликвации сосредоточенной в литнике и частично в донной части изложницы, то средний состав слитка от литниковой части к дну изменяется в следующей последовательности, например, для сплава (плавки 41) 50,56 → 50,62 → 50,66ат.%Ni на образцах, вырезанных из средней части слитка, определились критические температуры мартенситных превращений (таблица 1).

Влияние термообработки на характеристические температуры МП сплавов TiNi

Таблица 1

№№ п/п	Состав сплава	Вид т/обр-ки	T, °C	τ, мин.	M _f , °C	M _s , °C	A _s , °C	A _f , °C
1	Ti-50,6ат.%Ni	без т/обр.	-	-	(-30)	(-19)	(-10)	(-5)
2	Ti-50,6ат.%Ni	закалка	850	15	(-38)	(-32)	(-21)	(-17)
3	Ti-50,9ат.%Ni	отжиг	500	20	(-57)	(-44)	(-39)	(-26)
4	Ti-50,9ат.%Ni	закалка	850	15	-	(-59)	(-51)	(-33)

Показано, что отжиг и закалка снижают температуры МП, при этом закалка в большей степени, чем отжиг. Такая закономерность наблюдается и на других сплавах с псевдоупругими свойствами.

Анализ поверхности слитка показал, что на ней образуется твёрдая и хрупкая корка, вследствие взаимодействия расплава со стенкой графитовой излож-

ницы. Поэтому первая операция технологического процесса посвящалась обтачиванию слитка для удаления дефектного слоя. Затем после каждой поперечно-винтовой прокатки на станах ПВП40-120 и ПВП20-50 проводилось обтачивание на токарном станке для удаления деформированного поверхностного рельефа заготовки. На следующей операции проводилась ковка на ротационно-ковочных машинах типа РКМ-1 до $D = 10$ мм, РКМ-2 до $D = 8$ мм, РКМ-3 до 4 мм и РКМ-4 до диаметра 2,6 мм. Завершалась операция ковки ленточным шлифованием поверхности проволоочных заготовок для удаления наклёпанного слоя и окалины.

Температурно-временные режимы обработки давлением выбирались из условия обеспечения пластичности металла и предотвращения укрупнения зерен и пережигания при рабочих температурах $500\text{--}950^\circ\text{C}$. Особое внимание, при этом, уделялось длительности нагрева и выдержки, чтобы избежать выделения вторых фаз, обогащенных никелем, например, TiNi_3 , что в конечном итоге может привести к изменению состава сплава. Поэтому отжиг осуществлялся с быстрым нагревом.

Волочение выполнялось на волочильном стане с электрическим нагревом в секционной щелевой печи. Достоинством данной печи являлась быстрота закладки и нагрева проволоки в печи. Такая же печь использовалась и для проведения завершающей операции технологического процесса – двухступенчатой термомеханической обработки при 500°C и 300°C с остаточной деформацией 0,6–0,8, формирующей высокую псевдоупругость и прямолинейность проволоки. Это необходимое требование включено в технологию производства товарной проволоки, поскольку после волочения и смотки в бухту проволока всегда криволинейная. Изложенная в работе технология производства проволоки, в окончательном виде, представлена на рис. 1.

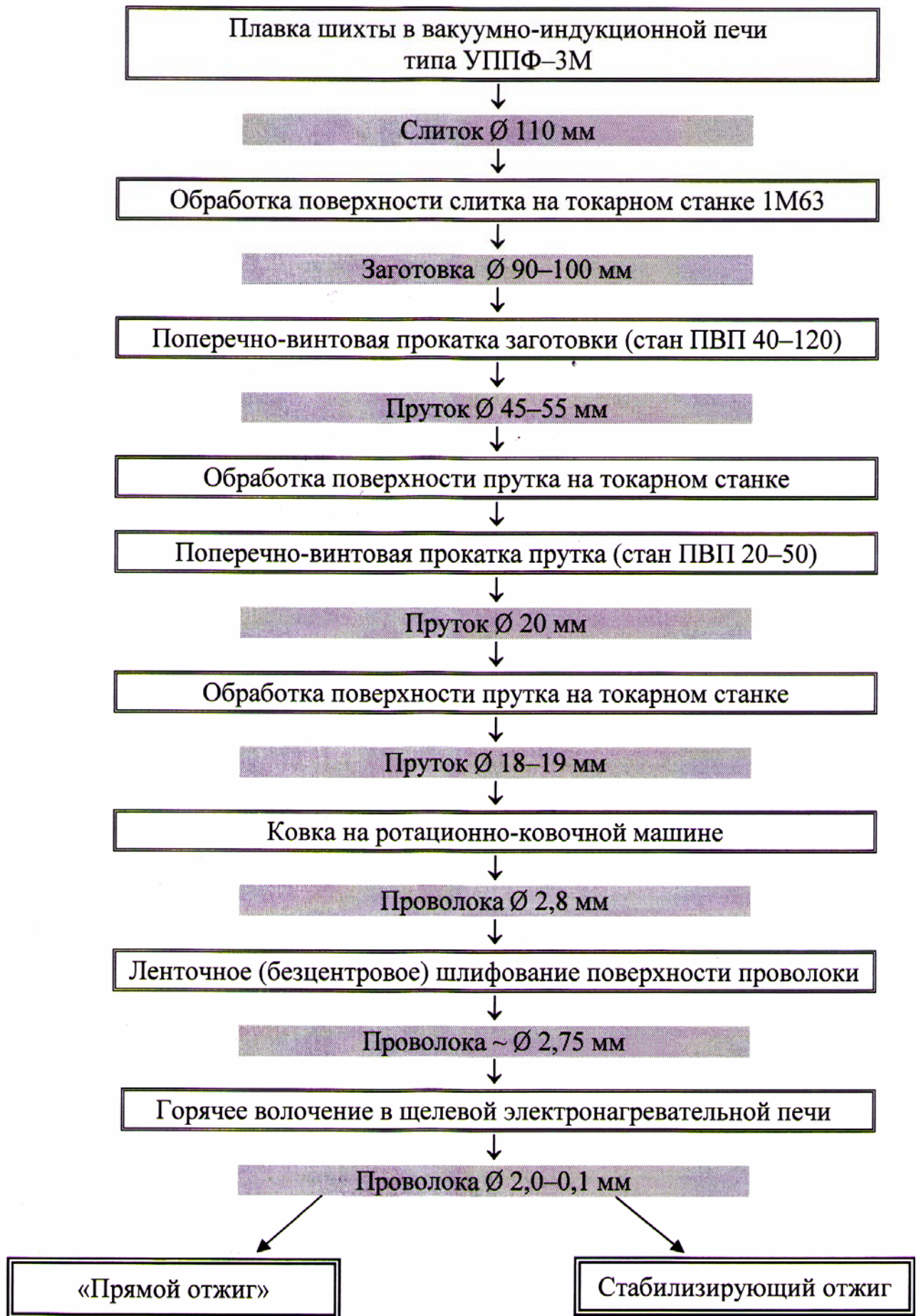


Рис. 1. Технологическая схема производства проволоки из сплавов TiNi

Повышение характеристик функциональных свойств получаемых сплавов является неотъемлемой задачей данной работы. Здесь обсуждены проблемы выбора условий, обеспечивающих высокие уровни эффектов памяти формы и псевдоупругости. В частности, показано (рис. 2), что наиболее эффективной обработкой, повышающей показатель эффекта памяти формы, является отжиг при температуре 420°C, совмещенный с пластической деформацией. Однако она предпочтительна для стареющих сплавов (обогащенных никелем). Универсальной стабилизирующей обработкой проволоки на завершающей стадии волочения является нагрев с выдержкой при 500°C, 6–10 мин под натяжением, когда скорость вращения наматывающего барабана опережает скорость смоточного. Такая обработка способствует подавлению двунаправленного эффекта памяти формы и развитию мартенситной до 8–10%. После такой обработки проволока становится прямолинейной после отогрева.

На рис. 3. приведены данные изменения механических свойств при тех же температурах, свидетельствующие о положительном влиянии старения при 420°C. Такой эффект связывается с созданием стабильных ориентированных микронапряжений, определяющих направленное развитие мартенситных превращений. Снижение предела фазовой текучести повышает способность материала восстанавливать свою форму.

Механические свойства сплавов TiNi, проявляющих псевдоупругость, отражаются характерной для них диаграммой растяжения (рис. 4). Видно, что предел фазовой текучести

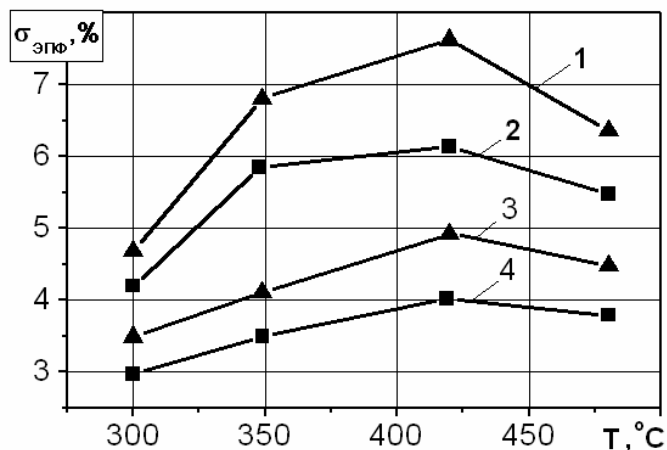


Рис. 2. Зависимость величины эффекта обратимой памяти формы от температуры отжига сплавов Ti-50,2ат%Ni (1,2) и Ti-50,0ат%Ni (3,4) в течение 1,5 ч. 1, 3 - после деформации "вхолодную" (30%) с промежуточными отжигами 600°C, 5 мин; 2, 4 - после деформации "вхолодную" (10%) без промежуточного отжига.

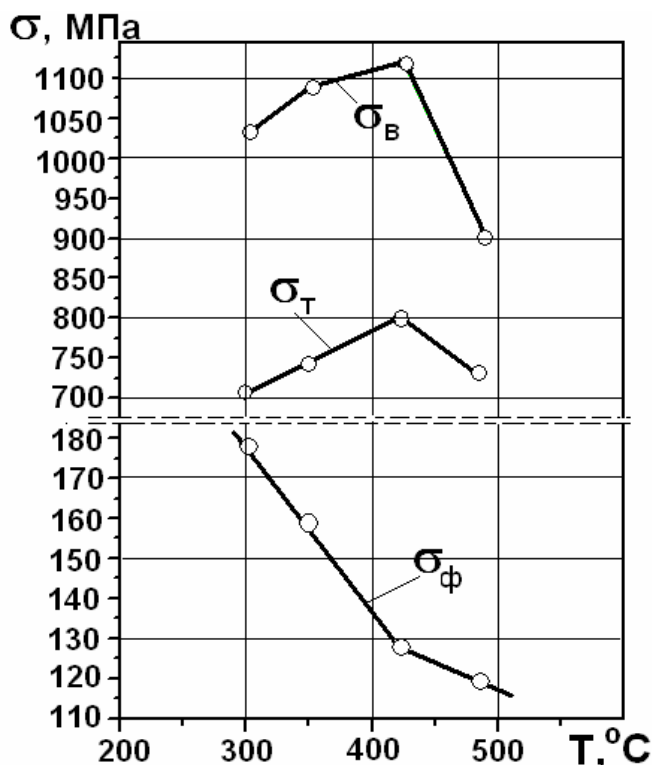


Рис. 3. Зависимость механических свойств сплава Ti-50,2ат%Ni после отжига при заданных температурах в течение 1,5 ч. Прокатка вхолодную. (10%).

значительно превышает значение σ_{Φ} сплавов, обладающих свойством памяти формы. При этом платообразный участок наиболее протяженный. Разгрузка с деформации платообразного участка обычно завершается частичным или полным псевдоупругим возвратом.

Важнейшей задачей в производстве проволоки из сплавов Ti-(50,6–50,9)ат.%Ni является увеличение обратимости деформации при разгрузке и расширение температурного интервала реализации эффекта псевдоупругости. Выполненные исследования в этом направлении привели к разработке оригинального способа термо-механической обработки проволоки, после волочения. Исследовались четыре варианта ТМО. Установлено, что отжиг при температуре 450–550°C, совмещённый с натяжением проволоки, обеспечивает прямолинейность и псевдоупругость (до 6%). Однако, предпочтение было отдано четвёртому варианту, в котором предусмотрена двухстадийность процесса ТМО (рис. 5). На первой ста-

дии, отжиг при 500°C под напряжением приводит к возникновению ориентированных полей напряжений от дислокационной структуры, а натяжение формирует преимущественную ориентировку кристаллов сплава. На второй стадии при 300°C с натяжением обеспечивается высокий уровень механических свойств при достаточной большой базе деформации платообразного участка ($\geq 6\%$) и уровне предела фазовой текучести (550–600) МПа (рис. 6). Данный способ включён в технологическую схему производства проволоки.

Исследования микроструктуры и фазового состояния сплавов

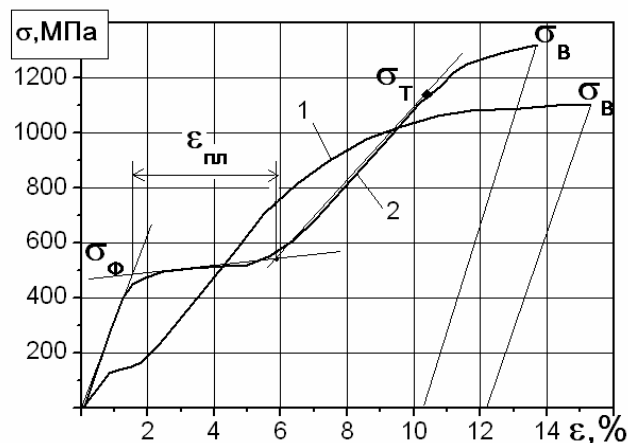


Рис. 4. Диаграммы растяжения после обычного отжига при 450°C, 20 мин. 1 – сплав Ti-50,2ат%Ni с эффектом памяти формы; 2 – сплав Ti-50,6ат%Ni с эффектом псевдоупругости.

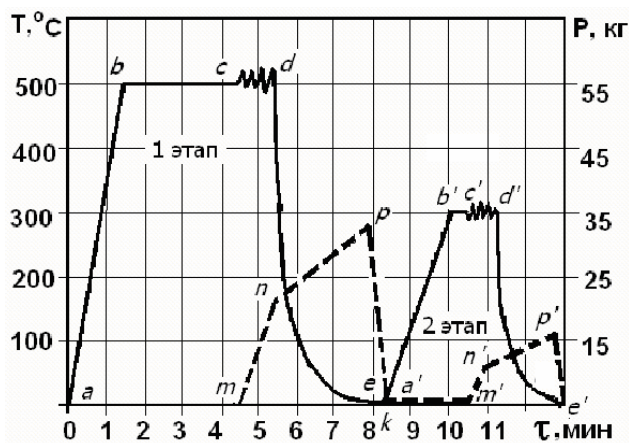


Рис. 5. Термический цикл (сплошные линии) и силовые диаграммы (пунктирные линии) двухстадийной термической обработки.

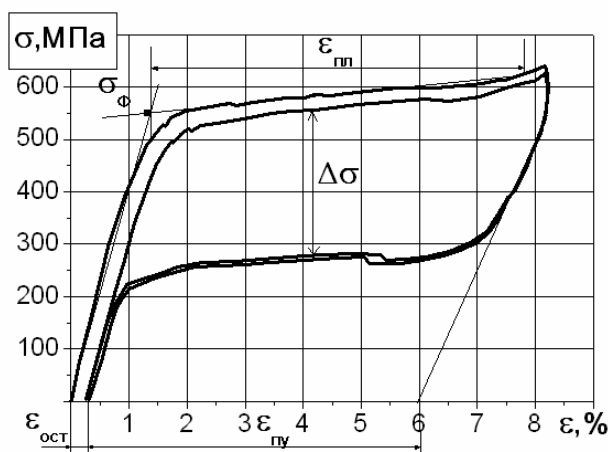


Рис. 6. Диаграммы псевдоупругости на базе деформации платообразного участка после двухстадийного ТМО, где $\epsilon_{пл}$ – протяженность платообразного участка; $\epsilon_{пу}$ – обратимая псевдоупругая деформация; $\epsilon_{ост}$ – остаточная деформация; $\Delta\sigma$ – ширина гистерезиса.

проводились с помощью оптического микроскопа АЛЬТАМИ МЕТ-3 и рентгеновского дифрактометра ДРОН-2.0. Показано, что у проволоки из сплавов Ti-(50,6–50,9) ат.%Ni с псевдоупругими свойствами при комнатной температуре наблюдается только одна линия высокой интенсивности (110), соответствующая аустенитной B2 – фазе. В сплавах Ti-50,0ат.%Ni мартенситные превращения протекают в области положительных температур. На диаграмме, снятой при температуре M_K , выявляются только мартенситные фазы с орторомбической решёткой B19' и ромбической R – фазой, образующейся в результате расщепления отражения (110) B2 – фазы. Наличие в мартенсите R – фазы всегда приводит к повышению обратимости мартенситного перехода $B2 \leftrightarrow R$. Все провололочные образцы характеризуются ярко выраженной текстурой.

Третья глава посвящена влиянию активного деформирования на псевдоупругие свойства. Исследования проводились на провололочных образцах $d = 1,0$ мм сплава Ti-50,6ат.%Ni с температурами мартенситных превращений $M_S = (-19)^\circ\text{C}$; $M_f = (-30)^\circ\text{C}$; $A_s = (-17)^\circ\text{C}$; $A_f = (-8)^\circ\text{C}$. Деформирование образцов выполнялось на разрывной машине PFZ-1.0 (Германия). Нагружение осуществлялось при температуре ниже M_d . В этом состоянии псевдоупругость возникает в

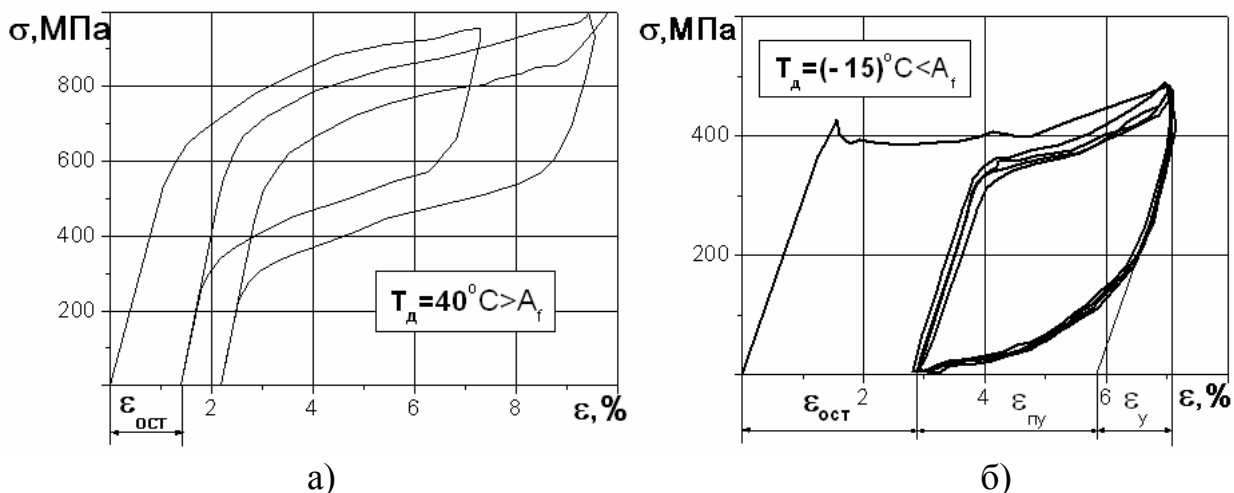


Рис. 7. Диаграммы нагружения и разгрузки сплава Ti-50,67ат%Ni при различных температурах.

результате инициирования термоупругого превращения. При нагружении возникает наведенный деформационный мартенсит (M_d) по реакции $A \rightarrow M_d$. После разгрузки деформационный мартенсит оказывается термодинамически неустойчивым, появляются химические силы возврата (по реакции $M_d \rightarrow A$), которые приводят к частичному или полному восстановлению формы. В этой главе обозначены и обсуждены проблемы, которые необходимо учитывать при формировании псевдоупругих свойств. Показано, что склонность сплавов к псевдоупругости сильно зависит от состава сплава, температуры и скорости деформирования, термической, пластической и других видов обработки. Анализ диаграмм деформирования сплавов (рис.7), характеризующих эффект псевдоупругости, показал, что при температурах выше 30°C и ниже $(-15)^\circ\text{C}$ – происходит трансформация гистерезисных кривых, обусловленная отсутствием платообразного участка и малой величиной псевдоупругого возврата при наличии значительной остаточной деформации.

Сильное влияние на характеристики псевдоупругости оказывает скорость деформирования. На рис. 8 приведены характерные диаграммы растяжения при

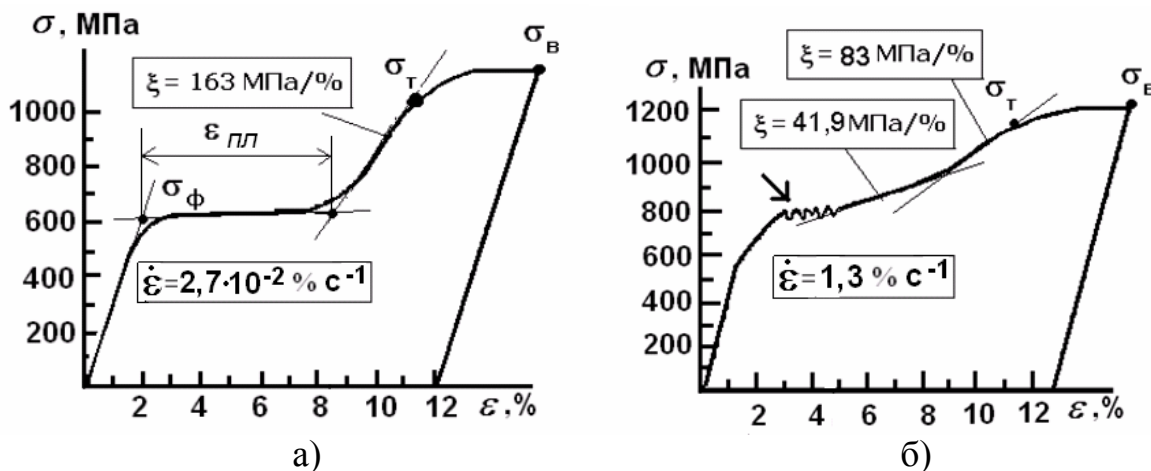


Рис. 8. Диаграммы растяжения при скоростях нагружения: а – 0,8 мм/мин; б – 40 мм/мин, где $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации; ξ – степень деформационного упрочнения.

низкой скорости нагружения 0,8–1,5 мм/мин и повышенной 20–40 мм/мин.

Полученные данные позволяют выявить общие закономерности влияния скорости нагружения (V) или скорости деформирования $\dot{\epsilon}$ на проявление эффекта псевдоупругости. Показано, что при низкой скорости деформирования отмечается ярко выраженный платообразный участок, значительный по величине деформации ($\sim 6\%$), обусловленный последовательным развитием мартенситного превращения.

С повышением скорости деформации диаграмма демонстрирует необычное механическое поведение. На малой части деформации платообразного участка ($\sim 1,0\%$) появляется зубчатость, переходящая в наклонную часть плато, с низкими значениями деформационного упрочнения (40–45 МПа/%). Фазовый предел текучести возрастает с 600–650 МПа при малых скоростях нагружения (0,8–1,5) мм/мин до 800–850 МПа при больших (20–40 мм/мин). Накопление остаточной деформации при повторении циклов нагружение \leftrightarrow разгрузка происходит интенсивнее на больших скоростях нагружения при одновременном снижении предела фазовой текучести (рис. 9). Однако

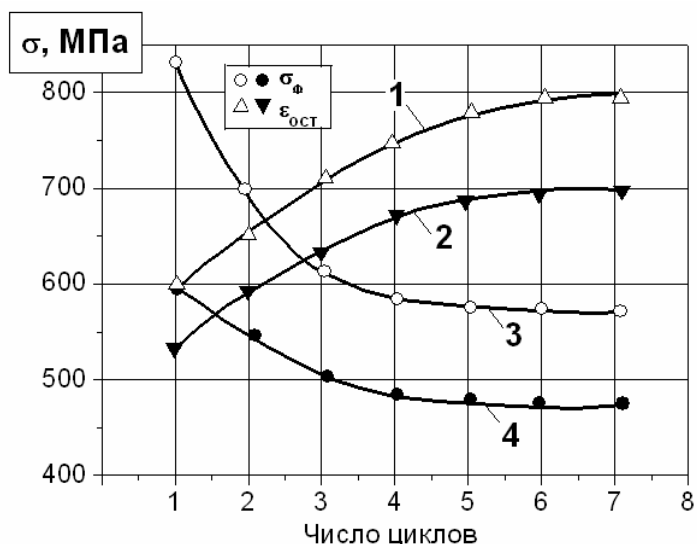


Рис. 9. Изменение предела фазовой текучести (σ_{ϕ}) и остаточной деформации при механическом циклировании на базе деформации платообразного участка, со скоростью нагружения 20 мм/мин (1, 3) и 0,8 мм/мин (2, 4). Сплав Ti-50,6at%Ni.

после 6–10 циклов процесс стабилизируется.

Используя эффект стабилизации псевдоупругих свойств при небольшом количестве механических циклов, был опробован термотренинг, включающий предварительное циклирование на базе платообразного участка. Выполненные исследования наглядно показали эффективность предварительной циклической обработки. При этом следует обратить внимание на то, что после механического циклирования в течение $n = 0,09 N_p$ долговечность сплава увеличивается в 1,5 раза. В то время как после $n = 0,4 N_p$, где N_p – число циклов до разрушения, уменьшается на 3–5%. Это явление можно связать с накоплением необратимых субмикроскопических повреждений в материале снижающих сопротивление усталости.

Для проведения систематических исследований функционально-механических сплавов с эффектами псевдоупругости и памяти формы была создана соответствующая аппаратура и разработаны методики. В этой главе даны описания методик экспериментальных исследований псевдоупругих свойств при механическом циклировании по схемам: изгиб с кручением, симметричный изгиб, асимметричный изгиб наряду с растяжением и последующей разгрузкой. Показана возможность их использования для изучения механического поведения, кинетики накопления повреждаемости, оценки предела усталости и характерных особенностей разрушения при различных величинах заданной деформации и напряжений.

Параметром, характеризующим работоспособность псевдоупругих элементов из сплавов TiNi, обогащённых никелем, является долговечность, определяемая числом механических циклов до разрушения. Полученные данные (рис. 10) свидетельствуют о закономерной связи долговечности с составом сплава, независимо от способа циклического деформирования. При увеличении содержания никеля в сплаве TiNi долговечность возрастает. Более сложная схема нагружения уменьшает число циклов до разрушения. Исследования проводились на проволоке диаметром 1,0 мм при комнатной температуре после двухстадийного прямого отжига. Результаты механоциклирования по различным схемам нагружения обрабатывались статистически, используя возможности программы MS Excel. Полученное

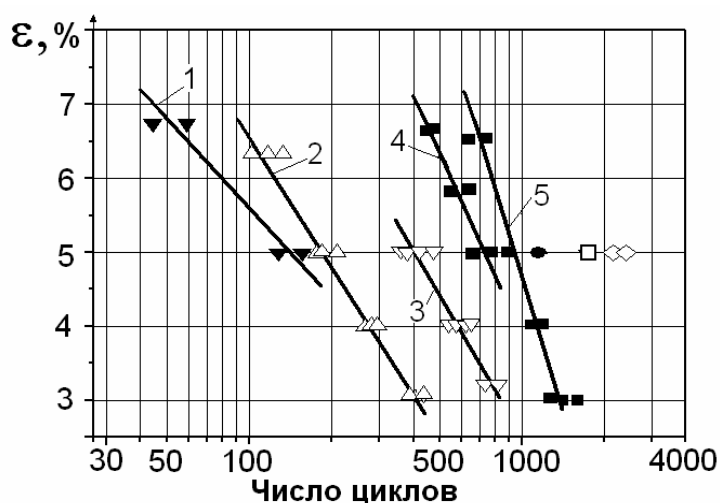


Рис.10. Механоциклическая долговечность сплавов TiNi в зависимости от величины заданной деформации и схемы нагружения. 1 – Изгиб с кручением. Ti-50,8ат%Ni; 2 – Симметричный изгиб. Ti-50,6ат%Ni; 3 – Симметричный изгиб. Ti-50,8ат%Ni; 4 – Асимметричный изгиб. Ti-50,6ат%Ni; 5 – Асимметричный изгиб. Ti-50,8ат%Ni. После тренинга: ● – механоциклирование 6 циклов при $\varepsilon = 7,2\%$; ◊ – м/ц в перегрузочном режиме при $\varepsilon = 14\%$ и $\varepsilon = 12\%$; □ – м/ц с частичными разгрузками при $\varepsilon = 12\%$.

уравнение регрессии $lgN = a\varepsilon + b$ наилучшим образом описывает зависимость числа циклов до разрушения от заданной деформации. Влияние упрочняющей (дополнительной) обработки на механоциклическую долговечность при деформации 5% показано точками на рис. 10. Видно, что образцы после предварительной обработки выдерживали значительно больше циклов до разрушения. Фрактографические исследования зоны разрушения проволочных образцов показали, что характер разрушения зависит от схемы механоциклирования. Образцы, испытывающие односторонний и двухсторонний изгиб, разрушаются хрупко, без видимых следов пластической деформации. В то время как образцы, испытанные по схеме изгиб с кручением, разрушаются с макроскопическим расслоением материала в направлении текстуры, сформированной при волочении.

Актуальной задачей является прогнозирование усталостного разрушения проволоки с псевдоупругими свойствами. В диссертации представлена модель, построенная на основе знаний о внутренней структуре материала и механизмах деформации. В качестве исходного экспериментального материала принималась идеализированная гистерезисная зависимость напряжения от деформации. При расчёте деформации образца учитывался вклад в неё упругой ε^E , фазовой ε^{ph} и микропластической деформации ε^{MP} :

$$\varepsilon = \varepsilon^E + \varepsilon^{Ph} + \varepsilon^{MP}$$

где $\varepsilon^E = (1 - \Phi)\sigma / E_A + \Phi\sigma / E_M$; $\varepsilon^{Ph} = \Lambda\Phi$; $\varepsilon^{MP} = k\Lambda\Phi^P$; k – коэффициент, отражающий масштаб микропластической деформации по отношению к деформации фазовой; Φ – объёмная доля мартенсита; Φ^P – мера микропластической деформации; σ – величина действующего напряжения; E_A и E_M – модуль Юнга аустенита и мартенсита соответственно; Λ – коэффициент пропорциональности, зависящий от температуры псевдоупругого нагружения.

При расчёте накопления дефектов и повреждаемости в результате микропластической деформации, используется выражение скорости изменения плотности обратимых дефектов

$$\dot{b} = \dot{\Phi}^p - \frac{1}{\beta^*} b \dot{\Phi}^p \operatorname{sign} H(b \dot{\Phi}^p)$$

и необратимых

$$\dot{f} = (1 + qf) b^\alpha \dot{\Phi}^p - r_1(T) f$$

где β^* – постоянная материала, где q и a – постоянные материала; $r_1(\tau)$ – коэффициент термоактивированного возврата, зависящий от температуры.

Поскольку причиной раскрытия микротрещин является образование достаточно мощных скоплений обратимых деформацией дефектов (дислокаций), создающих ориентированные поля напряжений, а рассеянные дефекты «ослабляют» материал и ускоряют разрушение, выбрано следующее простейшее условие микроразрушения:

$$b \cdot (1 + A \cdot f) = b_f$$

где A – константа материала, b_f – критическое значение функции плотно-

стей ориентированных и рассеянных дефектов, b – плотность обратимых деформацией дефектов, f – величина плотности необратимых дефектов.

Роль рассеянных дефектов сводится к «ослаблению» материала, а концентрация напряжения пропорциональна плотности обратимых дефектов:

$$K(|b|/\beta^*) \cdot \sigma = \sigma_s / (1 + A \cdot f) \text{ где } \sigma_s \text{ – предел прочности, } K \text{ и } A \text{ – парамет-$$

ры модели, β^* – константа материала.

Результаты численных расчётов параметров гистерезиса и малоциклового усталости осуществлялись по разработанной программе при заданных характеристиках исследуемого сплава. На рис. 11 представлена экспериментально полученная и рассчитанная по модели зависимость числа циклов до разрушения и петли псевдоупругости.

Показано, что на больших деформациях (7–8)% экспериментальные данные, отражающие

долговечность сплава, хорошо согласуются с рассчитанными по модели. В то время как на малых деформациях такого согласия нет. Однако, гистерезисы псевдоупругости по модели в основном отражают характер формоизменения петель в реальном эксперименте (рис. 12). Поэтому, даже в таком виде данная модель может использоваться для прогнозирования работоспособности и долговечности сплавов TiNi с эффектом псевдоупругости.

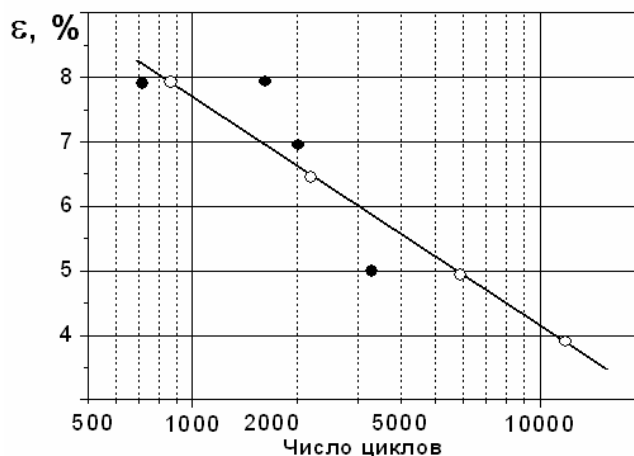


Рис. 11. Усталость сплава Ti-50,9ат%Ni при механическом циклировании по схеме растяжение разгрузка. ○ – по модели, ● – эксперимент.

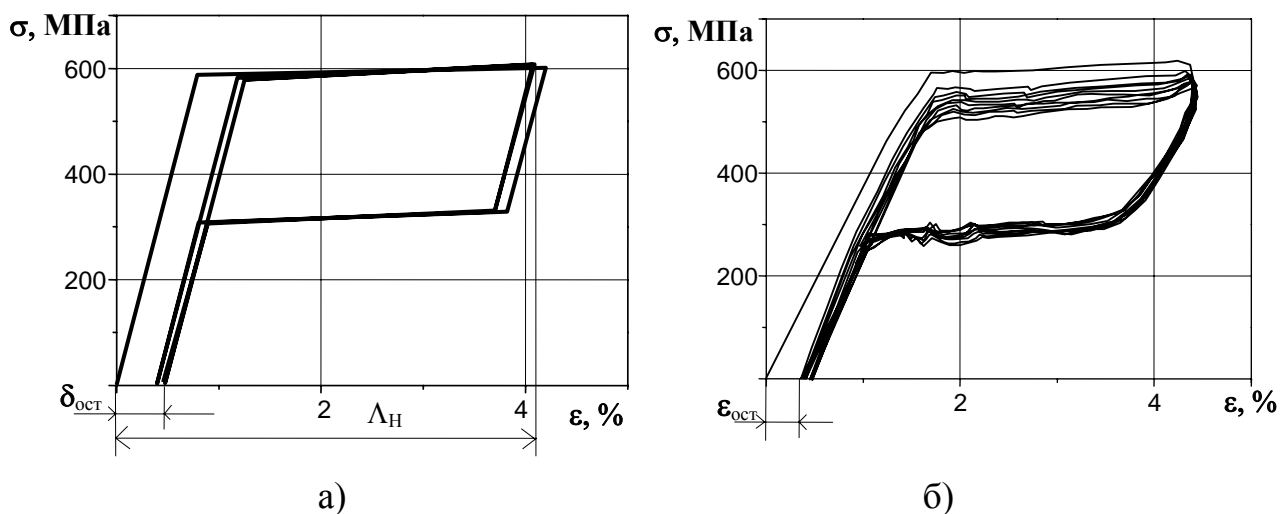


Рис.12. Петли псевдоупругости при заданной деформации $\Lambda_H = 4,2\%$ по модели (а) и в эксперименте (б)

Полученный результат позволяет сделать вывод о том, что для аргументированной оценки адекватности модели недостаточно экспериментальных данных по долговечности, при малых значениях заданной деформации ($< 7\%$).

В четвёртой главе анализируются результаты исследования механического и температурного воздействия на проявление эффектов псевдоупругости и памяти формы. Показано, что диаграммы псевдоупругости, в перегрузочном режиме, при напряжениях, превышающих предел фазовой текучести, не замкнуты, поэтому всегда имеет место значительная остаточная деформация (рис. 13). Многократное повторение циклов сопровождается накоплением остаточной деформации до стабилизации петли гистерезиса на 20–50 циклах в зависимости от заданной деформации. С увеличением числа циклов петли псевдоупругости сужаются, необратимая часть заданной деформации при разгрузке возрастает.

На последующих циклах гистерезис практически замыкается, накопление остаточной деформации происходит с малым темпом. Положительным результатом этих исследований является то, что заданная деформация в перегрузочном режиме уменьшается, за счёт накопления остаточной деформации, однако, стабилизируется на значительно большем уровне псевдоупругой деформации по сравнению с механоциклированием при деформации платообразного участка. При этом возрастает сопротивление механической усталости. Прямым доказательством этому является повышенная долговечность сплавов после механоциклирования в перегрузочном режиме. Установлено, что перегрузочный режим формирует более высокий уровень псевдоупругого возврата до 7–9%.

На последующих циклах гистерезис практически замыкается, накопление остаточной деформации происходит с малым темпом. Положительным результатом этих исследований является то, что заданная деформация в перегрузочном режиме уменьшается, за счёт накопления остаточной деформации, однако, стабилизируется на значительно большем уровне псевдоупругой деформации по сравнению с механоциклированием при деформации платообразного участка. При этом возрастает сопротивление механической усталости. Прямым доказательством этому является повышенная долговечность сплавов после механоциклирования в перегрузочном режиме. Установлено, что перегрузочный режим формирует более высокий уровень псевдоупругого возврата до 7–9%.

Впервые определённое внимание уделено псевдоупругости с частичными разгрузками, на рис. 14 приведена диаграмма псевдоупругости с частичными разгрузками. Оптимальная величина частичных разгрузок в 1% обеспечивает увеличение деформации платообразного участка на 2–3% (рис.14). Здесь характер поведения отличается тем, что на каж-

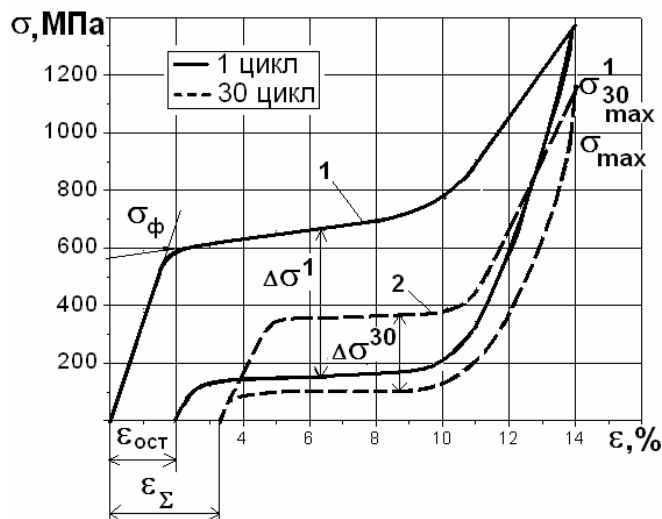


Рис. 13. Формоизменение диаграмм псевдоупругости при механоциклировании в перегрузочном режиме на первом цикле (1) и на тридцатом (2). Сплав Ti-50,9at%Ni.

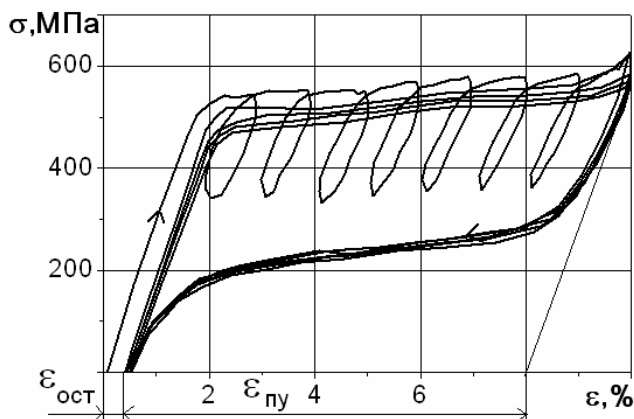


Рис. 14. Диаграммы циклической псевдоупругости. Сплав Ti-50,9at%Ni при $T=25\text{ C}$ (Плавка 43) с частичными разгрузками при $\epsilon > \epsilon_{пл.}$.

дом малом цикле превращение аустенит \leftrightarrow наведённый мартенсит, охватывает лишь часть объёма сплава. Поэтому, повторяя неполные циклы многократно, фазовое превращение реализуется во всём объёме, порождая на каждом (малом) цикле микродеформации, сумма которых вызывает макроскопическую деформацию образца, значительно большую, чем в полном цикле нагружение – разгрузка в обычных условиях. Обнаруженный эффект повышения величины псевдоупругого возврата, можно объяснить реализацией всех ориентационных вариантов возникающего мартенсита на этапах частичных разгрузок, вызывая неупругую деформацию в малом объёме кристалла. На этапах частичного нагружения образование других вариантов мартенсита становится предпочтительным. Таким образом, можно предположить, что частичные разгрузки способствуют наилучшему сдвигу (деформации), а частичные нагрузки, препятствуя, оказывают сопротивление деформированию. Совокупность этих явлений приводит к повышению псевдоупругости и сопротивления разрушению.

Механоциклирование с частичными разгрузками в перегрузочном режиме (рис. 15) способствует стабилизации структуры сплава, повышению сопротивления усталости и высокой обратимости псевдоупругой деформации. Выявленные особенности связаны с деформационным упрочнением наведённого мартенсита на стадии нагружения.

В этой главе также рассматривается возможность направленного воздействия на структуру сплавов TiNi для повышения функциональных свойств. Наиболее перспективным способом является пластическая деформация. Однако эти сплавы сильно упрочняются при обработке давлением. Поэтому даже после малой деформации 5–10% требуется отжиг для снятия упрочнения и наклепа.

Пластическое деформирование путем обжатия осуществлялось на двухвалковом прокатном стане с промежуточными отжигами при 600°C в течение 5 мин. Максимальная степень деформации (86%) определялась возможностями прокатного стана. Изменение механических свойств после каждой степени обжатия оценивалось по данным микротвердости (H_{μ}) и макротвердости по HRA.

Показано, что с увеличением степени обжатия H_{μ} снижается, в то время как твердость по Роквеллу (HRA) вначале незначительно возрастала (до $\varepsilon = 30 \div 40\%$), а затем незначительно снижалась. Эти данные свидетельствуют о практически полном снятии наклепа после промежуточных отжигов. Такой результат коррелируется и с данными рентгеноструктурного анализа. В частности, эффект уширения рентгеновских линий после пластической деформации и последующего отжига не проявляется до степени обжатия 86%. При деформа-

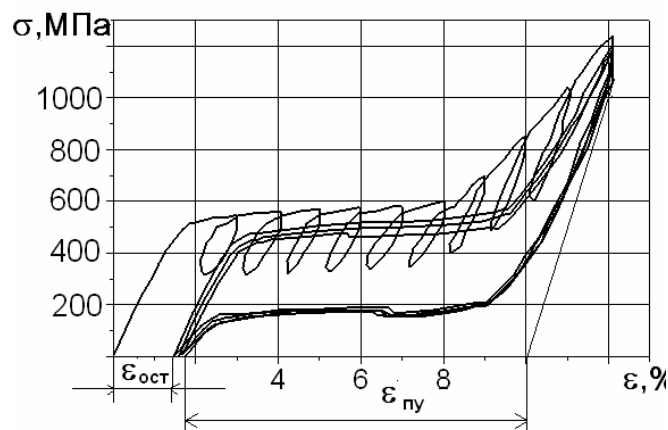


Рис. 15. Диаграмма псевдоупругости с частичными разгрузками в перегрузочном режиме при деформации 12%. Сплав Ti-50,8at%Ni.

циях 20–45% появляется R-фаза, обусловленная расщеплением дифракционных отражений B2-фазы (рис. 16).

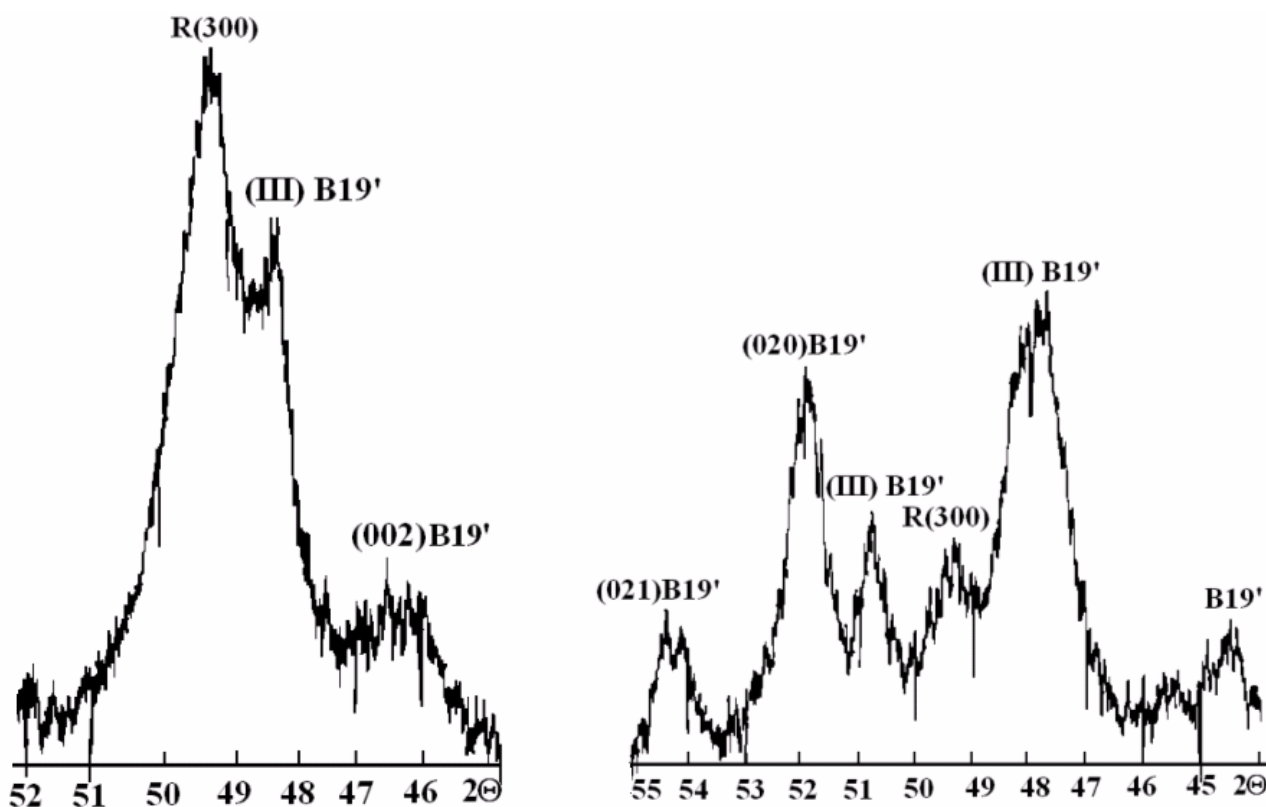


Рис. 16. Диффрактограммы исследуемого сплава Ti-50,2at%Ni после прокатки и промежуточного отжига: а – $\varepsilon = 20\%$; б – $\varepsilon = 72\%$.

Это обстоятельство позволяет реализовать мартенситный переход по типу $B2 \leftrightarrow R$, характеризующийся почти полным восстановлением формы. Увеличение степени обжатия до максимального значения (86%) приводит к подавлению перехода $B2 \leftrightarrow R$ и смещению рентгеновских линий мартенситных фаз, вызванных источниками дальнедействующих полей дислокаций и их скоплений, возникающих на стадии пластической деформации, а также выделений других фаз. Одновременно происходит дробление зеренной структуры с переориентацией мартенситных кристаллов, что естественно отражается на свойствах сплава, например, на способности к генерации реактивных напряжений и формированию эффекта памяти формы. В работе установлены закономерности изменения эффекта памяти формы и температур мартенситных превращений во взаимосвязи с механическими свойствами.

Внешним фактором, существенно влияющим на функционально-механические свойства сплавов с памятью формы, может служить приложенное к образцу механическое напряжение при термоциклировании через интервал мартенситных превращений. Исследования проводились на специально созданной автоматизированной установке, позволяющей через компьютер устанавливать режимы и регистрировать все параметры в процессе термоциклирования.

Показано, что если сплав не был подвергнут стабилизирующей обработке, то при напряжениях $\sigma \ll \sigma_f$ неупругая деформация слабо накапливается на этапе охлаждения. Это связано с тем, что некоторые ориентационные варианты

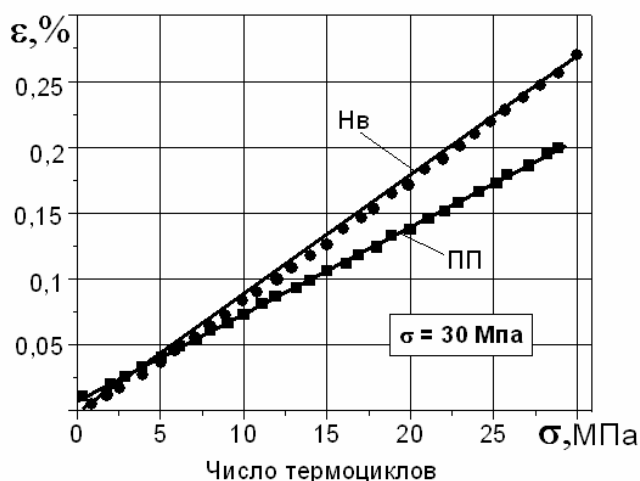


Рис. 17. Взаимосвязь эффектов пластичности превращения (ПП) и недовозврата деформации (Нв) при термоциклировании под напряжением.

памяти формы (ОПФ) достигает максимального значения (6%). Дальнейшее увеличение приложенного напряжения до 200, 300 МПа подавляет аустенитную память, демонстрируя только мартенситную. Удлинение образца за счёт эффекта ПП увеличивается, а недовозврат уменьшается. При этом эффект обратимой памяти формы монотонно снижается (рис. 18).

Анализ выполненных исследований показывает, что закономерность изменения эффекта обратимой памяти формы при термоциклировании под нагрузкой, независимо от вида обработки, характеризуется трёхстадийным процессом: неустановившаяся, установившаяся и ускоренная ползучесть, которая заканчивается разрушением. Накопление остаточной (необратимой) деформации на каждом цикле, обусловленной недовозвратом, при отогреве происходит с разной скоростью и завершается разрушением.

Для расчёта числа циклов до разрушения использовался закон Коффина – Мэнсона, удовлетворительно выполняющийся для большого числа металлов и сплавов:

$$\varepsilon_P \cdot (N_f)^\beta = \tilde{n}$$

Где $\Delta\varepsilon_P$ - пластическая деформация за цикл, β, c – постоянные.

Обработка экспериментальных данных ($\Delta\varepsilon_P$) и числа циклов до разрушения (N_f), при заданных напряжениях (σ) с помощью метода наименьших квадратов позволила получить численные значения констант $\beta=1,18$ и $c=0,125$ для заданного сплава.

мартенсита, сформированные при волочении, не реализуются в направлении действующей нагрузки, то есть препятствуют удлинению образца. вследствие этого наблюдается недовозврат деформации. поэтому образец практически не удлиняется. деформация недовозврата растёт с большим темпом по сравнению с деформацией пластичности превращения (рис. 17).

Повышение уровня приложенного напряжения с 30МПа до 62 МПа приводит к увеличению обратимости деформации до 3–4%. При напряжениях, близких к σ_Φ ($\sigma_\Phi=134$ МПа), эффект обратимой

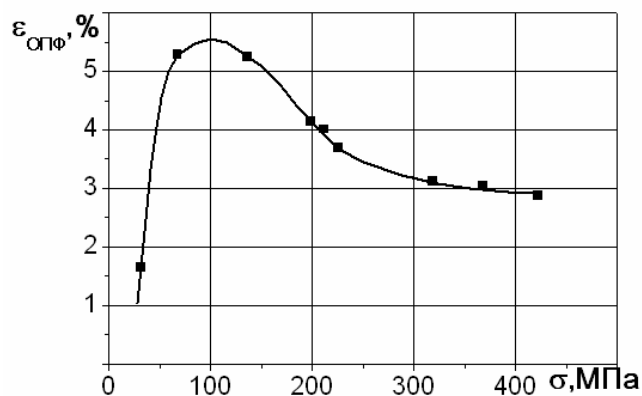


Рис. 18. Зависимость эффекта памяти формы.

Тогда соотношение Коффина – Мэнсона представится в следующем виде:

$$\Delta \varepsilon_P \cdot (N_f)^{1,18} = 0,125 ,$$

которое можно использовать для определения числа циклов до разрушения при термоциклировании сплавов TiNi с памятью формы под напряжением.

Заключение

В заключении проведено обобщение основных теоретических и экспериментальных результатов, полученных в диссертационной работе.

Выводы:

1. Разработана эффективная технологическая схема производства проволоки из сплавов системы TiNi, обеспечивающая высокое качество и уровень функционально-механических свойств готового материала, что позволило создать промышленное производство проволоки различного назначения (технического, медицинского и др.). Ключевые этапы технологии защищены патентом РФ на изобретение №2162900 от 10.02.2001г. и усовершенствованы за счет внедрения современного оборудования и включения новых операций на основании результатов выполненной работы.

2. На основании результатов экспериментально-теоретических исследований процессов механического поведения, связанных с образованием кристаллов мартенситной фазы под напряжением и последующим их исчезновением при разгрузке, создана математическая модель, адекватно описывающая процессы накопления повреждений с учетом изменения объемной доли мартенсита и микропластической деформации в сплавах с эффектами псевдоупругости и памяти формы. Условие разрушения, использованное в модели, основано на концепции накопления деформационных дефектов, создающих концентрацию напряжений, снижающих предел прочности. Сопоставление результатов экспериментальных исследований долговечности сплавов системы TiNi с расчетными данными показало надежность и достоверность модели, что позволяет использовать ее для прогнозирования механической усталости сплавов.

3. Выявлены особенности и установлены закономерности формирования обратимой памяти формы при термоциклировании под постоянно-приложенным напряжением. Показано, что максимальный уровень эффекта обратимой памяти формы реализуется при напряжениях близких или равных пределу фазовой текучести.

4. Изучено механическое поведение псевдоупругих сплавов системы TiNi с частичными разгрузками при деформациях платообразного участка и в перегрузочных режимах. Показано, что механоциклирование с частичными разгрузками (через $\varepsilon = 1,0\%$) способствует увеличению псевдоупругой деформации (до 8–10%) и стабилизации гистерезисной петли. Долговечность при этом повышается в 2 – 3 раза по сравнению с обычной обработкой. Предложен режим предварительного механоциклирования по схеме растяжение – разгрузка (5–10 циклов) в перегрузочном режиме, способствующий полному возврату деформации, наведенной превращением.

5. Развита принципы построения схемы «прямого» стабилизирующего

отжига после холодного и горячего волочения, формирующие прямолинейность проволоки и высокие псевдоупругие свойства. Наиболее эффективной схемой «прямого» отжига признана двухстадийная последовательно выполняемая термомеханическая обработка при 500°C и 300°C, под натяжением $\sigma = 450$ и 200 МПа, обеспечивающая высокий комплекс физико-механических свойств и псевдоупругости. Данная обработка реализована в заводских условиях с положительным эффектом. По результатам исследований подана заявка на изобретение, регистрационный № 2008116338 от 28 апреля 2008г.

6. Разработан режим стабилизирующей обработки проволоки, основанный на реализации эффектов генерации и релаксации реактивных напряжений при нагреве в заневоленном состоянии до 500°C. Показано, что данный вид обработки устраняет «отрицательную» деформацию, наследованную при волочении. Горячий наклеп и развитие полигональной структуры способствуют повышению механических свойств и стабилизации эффекта обратимости деформации до 8%. Предложенный способ включен в промышленную технологию производства проволоки с эффектом памяти формы.

7. Разработана и создана исследовательская аппаратура для изучения функционально-механических свойств в условиях механоциклирования, изотермической и термоциклической ползучести в широком интервале температур и напряжений. Управление рабочими режимами, регистрация изменяемых параметров и их обработка осуществляются с помощью компьютера.

Основные положения диссертации отражены в следующих работах:

1. Андреев В.А., Бондарев А.Б., Писарева Е.А., Шупик А.В. Способ получения прутков и способ получения проволоки из сплавов системы никель-титан с эффектом памяти формы и способ получения этих сплавов / Патент №2162900 от 10 февраля 2001.

2. Бондарев А.Б., Андреев В.А. Влияние отдельных примесей на свойства сверхупругой проволоки из сплава с памятью формы на основе никелида титана // Современные проблемы литейного производства. М., 2002. С. 123–126.

3. Bondarev A.B., Andreyev V.A. Topical Problems in Manufacturing Semi-Products (Bars and Wires) from TiNi-Based Shape-Memory Alloy // Proceedings of the International Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies and Shape Memory Materials (SMST-SMM 2001). China, Kunming, September 2001. P.301-304.

4. Хусаинов А.М., Андреев В.А., Летенков О.В., Бондарев А.Б. Исследование псевдоупругости сплавов TiNi_{50,6} // Вестник НовГУ. В. Новгород. 2004. №26. С. 30–32.

5. Хусаинов А.М., Андреев В.А.. Механическая долговечность псевдоупругих элементов из сплава TiNi // Сборник материалов конференции. 26–29.05.2004. Калуга, 2004. С. 28-29.

6. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Волнянская О.Ю., Малых Н.В. Влияние ТМО на функциональные свойства сплава с ЭПФ // Актуальные проблемы прочности: Сборник материалов. Беларусь, Витебск, 2004. С. 310–314.

7. Хусаинов М.А., Вяххи И.Э., Андреев В.А., Летенков О.В.. Механоцик-

лическая долговечность псевдоупругих сплавов $TiNi_{50,6}$ // 6-я Международная конференция «Современные металлические материалы, технологии и их использование в технике». Санкт-Петербург, 2004. С. 233–234.

8. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Малых Н.В., Бондарев А.Б. Псевдоупругость при различных скоростях нагружения // Вестник НовГУ. В. Новгород. 2004. № 28. С.27–29.

9. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Бондарев А.Б., Малых Н.В.. Деформационное поведение сплава $Ti - 50,6at.\% Ni$ при частичных разгрузках // Вестник НовГУ. В. Новгород, 2005. № 30. С.121–122.

10. Ларионов А.А., Хусаинов М.А., Бондарев А.Б., Андреев В.А. Память формы и долговечность сплава $TiNi$ в условиях циклического изменения температуры под напряжением // XVII Петербургские чтения по проблемам прочности. Санкт-Петербург, 10–12 апреля 2007. Сб. материалов, ч. I. СПб, 2007. С. 149–153.

11. Андреев В.А., Хусаинов М., Малых Н.В., Бондарев А.Б.. Влияние скорости нагружения при прямом отжиге на механические свойства и псевдоупругость сплава $Ti-50,82at\%Ni$ // 44-я Международная конференция «Актуальные проблемы прочности». 3–7 октября 2005, Вологда. С.5–6.

12. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Афанасьев К.В., Летенков О.В., Бондарев А.Б.. Особенности формирования псевдоупругих свойств сплавов $TiNi$, обогащенных никелем // Актуальные проблемы прочности: Сборник тезисов 45-й Международной конференции. 25–28 сентября 2006 г., Белгород, 2006. С. 126–127.

13. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Афанасьев К.В., Михайлов А.С.. Методика механического деформирования псевдоупругих сплавов $TiNi$ // Труды 3-й Международной заочной молодежной научно-технической конференции ЗМНТК–2005. Ульяновск, 2006. С. 184–188.

14. Андреев В.А., Евард М.А., Бондарев А.Б., Хусаинов М.А. Повреждаемость и разрушение сплавов $TiNi$, проявляющих псевдоупругость // Вестник НовГУ, №44, 2007. С. 4–8.

15. M.A.Khusainov, V.A. Andreev, A.V.Bondarev. The Influence the Thermomechanical Treatment and Partial Unloading on the Effect of Pseudoelastic and Durability of Alloys $Ti-50,8 at\% Ni$ // The International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST). December 3–5. 2007. Tsukuba, Japan. P. 79.

16. Хусаинов М.А., Андреев В.А., Семёнова Э.В., Ларионов А.А., Бондарев А.Б. Долговечность сплавов $TiNi$ с памятью формы при теплосменах под напряжением // V Международная конференция «Прочность и разрушение материалов и конструкций»: Материалы конференции. Т.1. 12–14 марта 2008 г. Оренбург. С. 308–310.

17. Андреев В.А., Хусаинов М.А., Бондарев А.Б. Технологические особенности получения проволоки из сплавов $TiNi$ с эффектом памяти формы // Ж. «Производство проката». Москва. 2008 г. №9. С.37–42.

