

05

Эффект памяти формы в монокристаллах сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si при растяжении

© И.В. Киреева, Ю.И. Чумляков, А.В. Федорова, И.В. Куксгаузен, Д.А. Куксгаузен

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

E-mail: kireeva@spti.tsu.ru

Поступило в Редакцию 8 июля 2025 г.

В окончательной редакции 12 августа 2025 г.

Принято к публикации 12 августа 2025 г.

Впервые в монокристаллах сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si (wt.%) с обратимым мартенситным превращением ГЦК↔ГПУ, ориентированных для растяжения вдоль направления $[111]$, получен эффект памяти формы 10 % при последовательном увеличении деформации в цикле нагрузка-разгрузка и нагреве в свободном состоянии. Значение эффекта памяти формы по величине оказалось близким к теоретической величине деформации превращения $\varepsilon_{tr} = 10.8\%$ для мартенситного превращения ГЦК–ГПУ в этой ориентации при растяжении. Физическая причина достижения эффекта памяти формы, близкого к теоретическому значению ε_{tr} , связана с высоким уровнем напряжений на пределе текучести $\sigma_{0.1}$ исходной ГЦК-фазы, который приводит к развитию мартенситного превращения ГЦК↔ГПУ под нагрузкой без дефектообразования.

Ключевые слова: монокристаллы, мартенситное превращение ГЦК–ГПУ, эффект памяти формы, растяжение.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.22.61579.20434

В последнее десятилетие возрос интерес к сплавам на основе железа Fe–Mn–Cr–Ni–Si с эффектом памяти формы (ЭПФ) при обратимом мартенситном превращении (МП) ГЦК↔ГПУ [1–4]. Эти сплавы состоят из дешевых компонентов, имеют неупорядоченную структуру и высокую пластичность в аустените, которая позволяет использовать хорошо разработанные методы их выплавки и получения из них изделий для массового производства [1,3]. По величине ЭПФ эти сплавы не уступают сплавам на основе Ti–Ni. В поликристаллах сплава Fe–20.2Mn–5.6Si–8.9Cr–5.0Ni (wt.%) после литья и без дополнительных термомеханических обработок был получен ЭПФ до 7.6 % [1]. В монокристаллах сплава Fe–30Mn–1Si при МП ГЦК–ГПУ был обнаружен максимальный ЭПФ 8–9.2 % при деформации растяжением в ориентации $[144]$, тогда как максимальная величина деформации превращения ε_{tr} для МП ГЦК–ГПУ в этой ориентации при растяжении составляет 17.5 % [5,6]. До сих пор в сплавах на основе железа Fe–Mn–Si экспериментально получить ЭПФ при МП ГЦК–ГПУ, по величине равный теоретической величине деформации превращения, не удавалось. Физические причины, по которым экспериментально не достигались теоретические значения ε_{tr} в сплавах на основе железа Fe–Mn–Si, связаны с несколькими факторами: 1) взаимодействием вариантов ГПУ-мартенсита, которое подавляет обратимое движение границ кристаллов мартенсита при нагреве; 2) образованием ОЦТ-мартенсита, объемная доля которого увеличивается с понижением температуры и ухудшает ЭПФ; 3) низким уровнем прочностных свойств исходной ГЦК-фазы, что способствует развитию пластической деформации скольжением или двойникованием при МП ГЦК↔ГПУ [1,4–6].

В настоящей работе представлены результаты исследований ЭПФ при МП ГЦК↔ГПУ на монокристаллах сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si (wt.%), ориентированных для растяжения вдоль направления $[111]$. Кристаллы с осью растяжения $[111]$ ориентированы для множественного развития вариантов ГПУ-мартенсита с начала деформации. Для этой ориентации при растяжении теоретическое значение деформации превращения $\varepsilon_{tr} = Sm = 10.8\%$ ($S = 0.35$ — величина сдвига при МП ГЦК–ГПУ, а $m = 0.31$ — фактор Шмида для образования моноварианта ГПУ-мартенсита) [7,8]. Выбор этой ориентации позволяет исследовать величину ЭПФ при условии взаимодействия вариантов ГПУ-мартенсита с начала деформации.

Монокристаллы сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si выращивали методом Бриджмена в атмосфере гелия. Ориентацию определяли на дифрактометре ДРОН-3М с использованием $\text{FeK}\alpha$. Образцы в форме двойной лопатки размером $2 \times 1.5 \times 15$ mm вырезали на электроискровом станке. Образцы гомогенизировали в атмосфере гелия при 1373 K в течение 14 h и затем закаливали в воду. Температуры $M_s = 195 \pm 3$ K и $M_f = 138 \pm 3$ K соответственно для начала и конца прямого МП при охлаждении и $A_s = 295 \pm 3$ K, $A_f = 340 \pm 3$ K соответственно для начала и конца обратного МП при нагреве определяли по температурной зависимости электросопротивления $\rho(T)$. Температурную зависимость предела текучести $\sigma_{0.1}(T)$, кривые напряжение–деформация и ЭПФ при постоянной температуре ($M_s = 195$ и 77 K) при увеличении деформации в цикле нагрузка–разгрузка исследовали на испытательной машине Instron 5969 при скорости деформации $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Зависимость $\sigma_{0.1}(T)$ исследовали на одном образце вначале в температурном

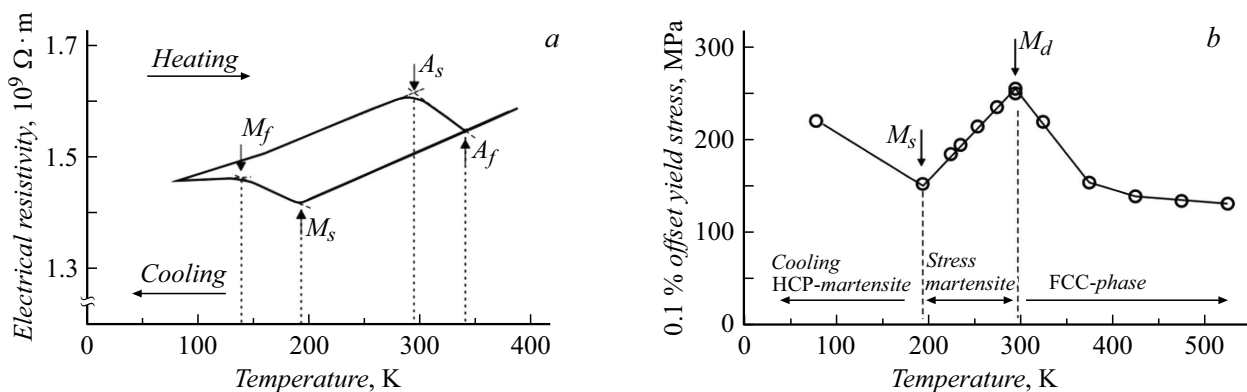


Рис. 1. Температурная зависимость электросопротивления $\rho(T)$ (a) и предела текучести $\sigma_{0.1}(T)$ при растяжении (b) монокристаллов [111] сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si с обратимым МП ГЦК↔ГПУ. *Cooling* — охлаждение, *Heating* — нагрев, *Cooling HCP-martensite* — ГПУ-мартенсит охлаждения, *Stress martensite* — мартенсит напряжений, *FCC-phase* — ГЦК-фаза.

интервале от 300 до 523 K, а затем от 300 до 77 K. В этом случае, чтобы уменьшить влияние пластической деформации на величину $\sigma_{0.1}$ при последующей температуре, образец деформировали до остаточной деформации 0.1 %. Электронно-микроскопические исследования проводили на электронном микроскопе Jeol 2010 при ускоряющем напряжении 200 kV.

При исследовании температурной зависимости электросопротивления $\rho(T)$ при охлаждении до 77 K и нагреве до 400 K наблюдается замкнутая петля (рис. 1, a), характерная для развития обратимого МП [7,8]. МП ГЦК↔ГПУ в монокристаллах сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si при охлаждении/нагреве в свободном состоянии развивается в широком температурном интервале и характеризуется термическим гистерезисом $\Delta T_h = A_f - M_s = 145$ K (рис. 1, a). Характерная для МП зависимость на кривой $\rho(T)$ при охлаждении и нагреве в сплавах системы Fe–Mn–Si не наблюдается при условии, что $T_N > M_s$ (T_N — температура Нееля, при которой ГЦК-фаза из парамагнитного состояния переходит в антиферромагнитное) [9]. Следовательно, в монокристаллах Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si температура T_N ниже температуры жидкого азота и не оказывает влияния на образование ГПУ-мартенсита охлаждения [10].

Температурная зависимость предела текучести $\sigma_{0.1}(T)$ в температурном интервале от 77 до 523 K состоит из трех стадий, которые наблюдаются в сплавах, испытывающих МП под нагрузкой [7,8] (рис. 1, b). Совместный анализ зависимостей $\rho(T)$ и $\sigma_{0.1}(T)$ показывает, что минимальное напряжение $\sigma_{0.1} = 150 \pm 10$ МПа на зависимости $\sigma_{0.1}(T)$ соответствует температуре $M_s = 195 \pm 3$ K [7,8]. При $T < M_s$ напряжения $\sigma_{0.1}$ возрастают с понижением температуры, и величина $\alpha = d\sigma_{0.1}/dT$ является отрицательной. Эта стадия на зависимости $\sigma_{0.1}(T)$ связана с началом деформации ГПУ-мартенсита охлаждения. При $T = 300$ K на зависимости $\sigma_{0.1}(T)$ наблюдается максимум $\sigma_{0.1} = 255 \pm 10$ МПа. Эта температура соответствует температуре M_d , при которой на-

пряжения для начала образования ГПУ-мартенсита напряжений (МН) и для начала пластической деформации исходной фазы равны [7,8]. В температурном интервале $M_s - M_d$ имеет место аномальная температурная зависимость, на которой напряжения $\sigma_{0.1}$ возрастают с увеличением температуры, величина $\sigma = d\sigma_{0.1}/dT > 0$ и зависимость $\sigma_{0.1}(T)$ описывается соотношением Клапейрона–Клаузиуса [7,8]:

$$\alpha = \frac{d\sigma_{0.1}(T)}{dT} = -\frac{\Delta S}{\varepsilon_{tr}} = -\frac{\Delta H}{T_0 \varepsilon_{tr}} > 0. \quad (1)$$

Здесь ΔS , ΔH — соответственно изменение энтропии и энтальпии при МП на единицу объема, ε_{tr} — деформация превращения при переходе ГЦК–ГПУ, T_0 — температура химического равновесия фаз. Температурный интервал для МН составляет 102 ± 5 K, а величина $\alpha = d\sigma_{0.1}/dT = 1.02$ МПа/K. При $T > M_d$ напряжения $\sigma_{0.1}$ уменьшаются, величина $\alpha = d\sigma_{0.1}/dT$ становится отрицательной, эта стадия связана с началом пластической деформации ГЦК-фазы [7,8].

Электронно-микроскопические исследования показывают, что при температуре $T \leq M_s$ в монокристаллах [111] с самого начала образуется ГПУ-мартенсит (рис. 2), который является обратимым, и имеет место ЭПФ. ЭПФ исследовали при постоянной температуре (77 K и $T = M_s = 195$ K) при последовательном увеличении деформации в цикле нагрузка-разгрузка и последующем нагреве в свободном состоянии. Нагрев образца проводили двумя способами: в dilatометре до полного завершения обратного перехода ГПУ–ГЦК и при нагреве в печи при температуре 573 K в течение 15 min. Для каждого случая после нагрева последующую деформацию увеличивали. Так как деформацию в каждом новом цикле нагрузка-разгрузка после нагрева увеличивали на одном образце, такие эксперименты можно рассматривать как эффект тренировки.

Полные кривые напряжение–деформация при 77 и 195 K представлены на рис. 3, a. Цифрами на кривых

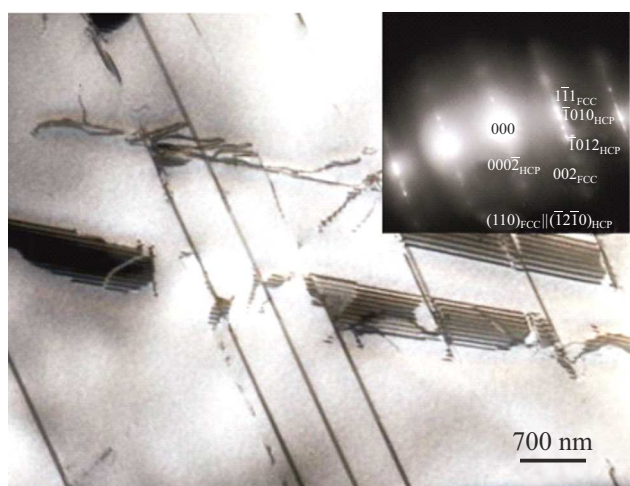


Рис. 2. ГПУ-мартенсит в монокристаллах $\bar{1}11$ сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si после деформации растяжением 5 % при температуре $M_s = 195$ К.

указана величина преддеформации в цикле нагрузка-разгрузка. Согласно зависимости $\rho(T)$ (рис. 1, *a*), при температуре 77 К кривая напряжение–деформация обусловлена деформацией ГПУ-мартенсита охлаждения, а при 195 К — мартенсита напряжений [7,8]. Из рис. 3 видно, что после нагрева обратимая деформация $\varepsilon_{rev} = \varepsilon_{shme}$ (*shme* — эффект памяти формы) линейно возрастает с увеличением деформации в цикле нагрузка-разгрузка. Результаты измерения ЭПФ двумя способами совпадают. При 77 К максимальный ЭПФ 10 % был получен после преддеформации 14.4 и 11 % в цикле нагрузка-разгрузка соответственно при нагреве в дилатометре и в печи (рис. 3, *b*). При температуре 195 К максимальный ЭПФ 9.3 % был получен после преддеформации 16.4 % в цикле нагрузка-разгрузка при нагреве в дилатометре. При 77 К ЭПФ оказался близким к теоретической величине деформации превращения $\varepsilon_{tr} = 10.8$ % для МП ГЦК–ГПУ при растяжении для ориентации $\bar{1}11$ [7] и больше, чем максимальный ЭПФ 8–9.2 % в ориентации $[144]$ сплава Fe–30Mn–1Si [5,6]. Ранее близкий к теоретической величине $\varepsilon_{tr} = 10.8$ % для МП ГЦК–ГПУ при растяжении для ориентации $\bar{1}11$ ЭПФ 7.4 и 6.8 % был получен в монокристаллах $\bar{1}11$ высокоэнтропийного сплава $\text{Cr}_{20}\text{Mn}_{20}\text{Fe}_{20}\text{Co}_{35}\text{Ni}_5$ с МП ГЦК–ГПУ при аналогичных условиях деформации [11].

Совместный анализ данных, представленных в настоящей работе и ранее в [5,6,11], показывает, во-первых, что замена атомов Mn в сплаве Fe–30Mn–1Si на атомы Cr и Ni приводит к значительному упрочнению исходной ГЦК-фазы в монокристаллах Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si. При температуре M_d в исследуемых монокристаллах Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si напряжения $\sigma_{0.1}(M_d) = 255 \pm 10$ МПа в 3.5 раза превышают $\sigma_{0.1}(M_d) = 70–75$ МПа в монокристаллах Fe–30Mn–1Si [5,6]. Это приводит к тому, что в моно-

кристаллах $\bar{1}11$ развитие нескольких вариантов ГПУ-мартенсита с самого начала деформации и их взаимодействие друг с другом под нагрузкой происходит без дефектообразования, что сопровождается увеличением ЭПФ, как ранее было показано при твердорастворном упрочнении атомами углерода монокристаллов высокоэнтропийного сплава $(\text{FeMnCr})_{60}\text{Co}_{35}\text{Ni}_{4.8}\text{C}_{0.2}$ [12]. Во-вторых, в монокристаллах Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si легирование атомами Cr усиливает ближний порядок (БП). БП затрудняет образование больших пластин ГПУ-мартенсита при росте в толщину из-за необходимости разрушения БП частичными дислокациями Шокли $a/6\langle 112 \rangle$ через одну плоскость $\{111\}$. Тонкий ГПУ-мартенсит при прямом МП под нагрузкой не создает больших концентраций напряжений в голове пластины мартенсита, которые аккомодируются упруго без пластической деформации исходной фазы, и при снятии нагрузки возвращается „точно назад“ после нагрева [12]. В-третьих, при 77 К в монокристаллах $\bar{1}11$ Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si при увеличении деформации в цикле нагрузка-разгрузка ОЦТ-мартенсит под нагрузкой появляется после 5 % деформации в местах пересечения вариантов ГПУ-мартенсита друг с другом и не приводит к ухудшению ЭПФ из-за малой объемной доли [4].

Сверхэластичность в монокристаллах $\bar{1}11$ Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si при развитии МП ГЦК–ГПУ под нагрузкой в температурном интервале $M_s–M_d$ не проявляется. Во-первых, МП ГЦК–ГПУ характеризуется широким термическим гистерезисом $\Delta T_h = 145$ К; во-вторых, температура A_f в этих кристаллах выше температуры M_d (рис. 1). Это значит, что в монокристаллах $\bar{1}11$ Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si для проявления сверхэластичного поведения нет термодинамических условий [7,8].

Итак, в монокристаллах $\bar{1}11$ сплава Fe–16Mn–10Cr–8Ni–4Si (wt.%) развивается обратимое МП ГЦК–ГПУ с термическим гистерезисом $\Delta T_h = A_f – M_s = 145$ К. Впервые для МП ГЦК–ГПУ в ориентации $\bar{1}11$ при температуре 77 К при растяжении в случае развития нескольких вариантов ГПУ-мартенсита получен ЭПФ 10 %, по величине близкий к теоретической величине деформации превращения 10.8 % для МП ГЦК–ГПУ в этой ориентации при последовательном увеличении деформации в цикле нагрузка-разгрузка и нагреве в свободном состоянии.

Финансирование работы

Результаты получены за счет гранта Российского научного фонда № 25-19-00023 (<https://rscf.ru/project/25-19-00023/>).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

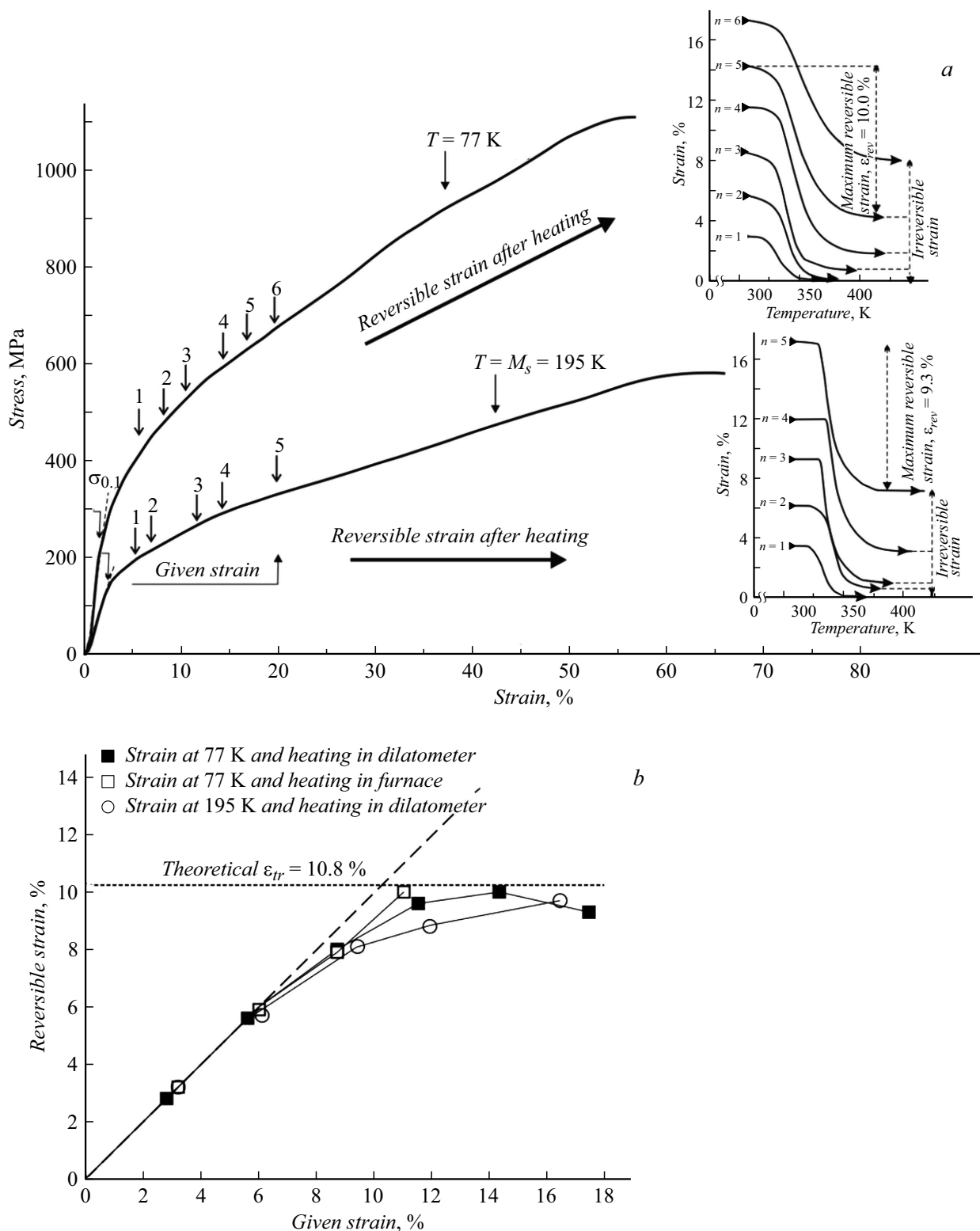


Рис. 3. Кривые напряжение—деформация и соответствующие им кривые деформация—температура после нагрева в dilatометре после предварительной деформации в цикле нагрузка-разгрузка (a) и обратимая деформация (b) монокристаллов [111] сплава Fe-16Mn-10Cr-8Ni-4Si. Цифры на кривых напряжение—деформация показывают предварительную деформацию в цикле нагрузка-разгрузка. *Given strain* — заданная деформация, *Reversible strain after heating* — обратимая деформация после нагрева, *Irreversible strain* — необратимая деформация, *Maximum reversible strain* — максимальная обратимая деформация, *Strain at 77 K and heating in dilatometer* — деформация при 77 K и нагрев в dilatометре, *Strain at 77 K and heating in furnace* — деформация при 77 K и нагрев в печи, *Strain at 195 K and heating in dilatometer* — деформация при 195 K и нагрев в dilatометре, *Theoretical $\epsilon_{tr} = 10.8\%$* — теоретическая величина деформации превращения.

Список литературы

- [1] T. Sawaguchi, T. Maruyama, H. Otsuka, A. Kushibe, Y. Inoue, K. Tsuzaki, *Mater. Trans.*, **57** (3), 283 (2016). DOI: 10.2320/matertrans.MB201510
- [2] Y. Fu, J. Lu, G. Gao, H. Peng, Y. Wen, J. *Alloys Compd.*, **1010**, 177148 (2025). DOI: 10.1016/j.jallcom.2024.177148
- [3] A. Algamal, H. Abedi, U. Gandhi, O. Benafan, M. Elahinia, A. Qattawi, J. *Alloys Compd.*, **1010**, 177068 (2025). DOI: 10.1016/j.jallcom.2024.177068
- [4] J. Chen, H.B. Peng, Q. Yang, S.L. Wang, F. Song, Y.H. Wen, *Mater. Sci. Eng. A*, **677**, 133 (2016). DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.006
- [5] A. Sato, E. Chishima, Y. Yamaji, T. Mori, *Acta Met.*, **32**, 539 (1984). DOI: 10.1016/0001-6160(84)90065-8
- [6] A. Sato, E. Chishima, K. Soma, T. Mori, *Acta Met.*, **30**, 1177 (1982). DOI: 10.1016/0001-6160(82)90011-6
- [7] K. Otsuka, C.M. Wayman, *Shape memory materials* (Cambridge University Press, Cambridge, 1998).
- [8] K. Otsuka, X. Ren, *Prog. Mater. Sci.*, **50** (5), 135 (2005). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001
- [9] J.H. Yang, H. Chen, C.W. Wayman, *Met. Trans. A*, **23**, 1439 (1992). DOI: 10.1007/BF02647327
- [10] H. Otsuka, H. Yamada, T. Maruyama, H. Tanahashi, S. Matsuda, M. Murakami, *ISIJ Int.*, **30** (8), 674 (1990). DOI: 10.2355/isijinternational.30.674
- [11] I.V. Kireeva, Yu.I. Chumlyakov, A.A. Saraeva, A.V. Vyrodova, Z.V. Pobedennaya, *Mater. Lett.*, **131**, 133461 (2023). DOI: 10.1016/j.matlet.2022.133461
- [12] I.V. Kireeva, Yu.I. Chumlyakov, A.A. Saraeva, D.A. Kuksgauzen, *Mater. Lett.*, **397**, 138851 (2025). DOI: 10.1016/j.matlet.2025.138851