

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ КОВКОЙ НА МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ В СПЛАВЕ ГЕЙСЛЕРА СИСТЕМЫ Ni-Mn-Ga

И. И. Мусабиров^{1,a}, И. М. Сафаров^{1,b}, Р. М. Галеев^{1,c}, Д. Д. Афоничев^{1,d}, Р. Ю. Гайфуллин^{2,e}, В. В. Коледов^{3,f}, С. В. Таскаев^{4,5,g}, Р. Р. Мулюков^{1,h}

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия

²Башкирский государственный университет, Уфа, Россия

³Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН, Москва, Россия

⁴Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия

⁵Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), Челябинск, Россия

^airekmusabirov@mail.ru, ^bilfat@imsp.ru, ^cgaleyev@imsp.ru, ^dafon@imsp.ru,

^egaifullin_1998@bk.ru, ^fvictor_koledov@mail.ru, ^gtsv@csu.ru, ^hradik@imsp.ru

Сплавы Гейслера в области мартенситного превращения демонстрируют ферромагнитный эффект памяти формы, магнитокалорический эффект и др., что позволяет отнести их к перспективным функциональным материалам. Недостатком сплавов является склонность к хрупкому разрушению при многократном термоциклировании в диапазоне температур мартенситного превращения. В данной работе представлены результаты исследования влияния всесторонней изотермическойковки с большой степенью суммарной деформации при вытяжке на микроструктуру и температуры мартенситного и магнитного фазовых превращений сплава Гейслера Ni_{57.4}Mn_{18.2}Ga_{22.7}Si_{1.7}. Показано, что послековки формируется двухкомпонентная микроструктура, состоящая из крупных равноосных зёрен порядка 100 мкм, окружённых прослойкой мелкозернистой структуры. Исследование характерных температур мартенситного превращения методом дифференциально-сканирующей калориметрии демонстрирует смещение точек фазового превращения в область более низких температур на 30–40 °С. Существенного влияния на температуру перехода ферромагнетизм-парамагнетизм не наблюдается. Таким образом,ковка позволяет получить материал со специфической микроструктурой, которая должна способствовать повышению эксплуатационных свойств материала.

Ключевые слова: сплав Гейслера, мартенситное превращение, всесторонняя изотермическаяковка, микроструктура.

Введение

Сплавы Гейслера в области мартенситного превращения демонстрируют наличие таких уникальных свойств, как ферромагнитный эффект памяти формы, магнитокалорический эффект и др. [1–7]. Ферромагнитный эффект памяти формы,

Работа поддержана грантом Российского научного фонда, проект №18-42-06201. Экспериментальные исследования проводились на базе Центра коллективного пользования «Структурные и физико-механические исследования материалов» Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

обусловленный перестройкой мартенситной структуры, имеет величину необратимой деформации порядка 11 % в случае образца в монокристаллическом состоянии [8]. В поликристаллическом состоянии эта величина имеет значение от 0.16 до 1 % [9–11]. Несмотря на меньшую величину эффекта в поликристаллических материалах, этого достаточно для функционирования данных материалов в качестве элементов в магнитоуправляемых устройствах. При этом общим недостатком для монокристаллических и поликристаллических состояний сплава являются низкие механические свойства.

Эффективным методом повышения механических свойств металлических материалов является проведение деформационно-термической обработки, например, для сплавов Гейслера применяют такие методы, как интенсивная пластическая деформация кручением, прокатка, осадка и др. [12–21]. Однако проведение деформационно-термической обработки сплавов Гейслера в большинстве случаев сопровождается снижением функциональных характеристик материала.

С целью получения поликристаллических материалов с приемлемым уровнем функциональных свойств авторами интенсивно исследуется влияние деформационно-термической обработки методом всесторонней изотермическойковки (ВИК) на функциональные свойства сплавов Гейслера системы Ni-Mn-Ga [22–24]. Преимуществом данного метода обработки является получение объёмного материала с требуемой микроструктурой, различным уровнем микронапряжений. На последних этапах изотермическойковки в процессе операции «вытяжки» возможно получение острой кристаллографической текстуры, что является важным аспектом для получения максимально возможной величины функционального эффекта. Послековки сплава уже из полученной заготовки можно вырезать рабочий элемент необходимой формы и размера.

Предварительные эксперименты показывают, что в результатековки сплава с истинной степенью деформации $e \approx 2$ при температуре 680–700 °С в структуре формируется бимодальное распределение зёрненной структуры. Исходные крупные зёрна размером порядка 100 μm окружены прослойкой рекристаллизованных зёрен размером 1–10 μm .

Анализ термического расширения деформированных образцов в области мартенситного превращения показывает, что в образце наблюдается анизотропия скачкообразного изменения геометрических размеров образца на уровне сплавов в литом состоянии [23]. Это означает, что обработка не приводит к ухудшению функциональных характеристик в материале и что на таком образце возможно получение значительной величины ферромагнитного эффекта памяти формы. При этом такой тип структуры должен способствовать улучшению механических свойств сплава, подвергающегося многократным циклам мартенситного превращения.

В данной статье представлены результаты влияния деформационно-термической обработки методом всесторонней изотермическойковки с истинной степенью деформации $e = 3.9$ при 700 °С на микроструктуру и температуру магнитного и мартенситного фазовых превращений. Увеличение степени деформации выполнено за счёт увеличения количества переходов при вытяжке, что должно способствовать повышению уровня анизотропии свойств (кристаллографической и металлографической текстур).

1. Материал и методика исследований

Для исследований сплав системы Ni-Mn-Ga был выплавлен методом аргонодуговой плавки из элементов высокой чистоты. Слитки сплавов, полученные дан-

ным способом, обычно имеют форму таблетки. Выплавка производится на водоохлаждаемом медном поддоне, поэтому в результате интенсивного охлаждения расплава в конце выплавки в структуре формируются крупные вытянутые кристаллы. Такие кристаллы имеют несовершенные межзёренные границы ввиду интенсивного роста кристалла, а также возникновения сильных внутренних напряжений в результате мартенситного превращения в процессе охлаждения. Такая структура слитка сплава не позволяет проводить деформационно-термическую обработку (ДТО) из-за возможности образования трещин вдоль несовершенных границ кристаллитов, приводящих к разрушению заготовки при деформации. Для устранения данных дефектов слиток был подвергнут термической обработке методом дополнительной вакуумной индукционной переплавки (ВИП) в кварцевом тигле, описанном в работе [22]. После удаления усадочной раковины цилиндрическая заготовка сплава подвергалась ДТО методом всесторонней изотермическойковки (ВИК).

Анализ элементного состава сплава после аргонно-дуговой выплавки и последующей ВИП, проведённый методом энергодисперсионного анализа на приставке X-Act (Oxford Instruments) на растровом электронном микроскопе VEGA 3 SBH (Tescan), показал, что сплав имеет состав $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$. Наличие кремния объясняется его проникновением из материала тигля при ВИП, при этом кремний распределён равномерно по объёму заготовки, т. е. отсутствуют его сегрегации в виде частиц и вторичных фаз. Заготовка сплава перед ковкой имела форму цилиндра диаметром ~ 16 мм и высотой 20 мм. Ковку сплава проводили на машине сложного нагружения Schenck Trebel RMC 100. Поэтапные осадки заготовки на 35–40 % выполнены при температуре 700°C и скорости деформации 0.2 мм/мин. Схема деформации содержала в себе 9 этапов осадки в следующей последовательности направлений: *ABCBCBCBC*. Общая истинная степень деформации $e \approx 3.9$. После обработки заготовка приняла форму вытянутого параллелепипеда со сторонами $11 \times 12 \times 24$ мм. При этом ось *A* является осью вытяжки. Более подробно схема ДТО методом ВИК описана в работе [22].

Микроструктура сплава была исследована на высокоразрешающем растровом электронном микроскопе MIRA 3 LMH (Tescan) в режиме дифракции обратноотраженных электронов при комнатной температуре. Шлифы для исследований были подготовлены механической полировкой на абразивной бумаге, алмазной суспензии и финишной электрополировке в электролите (90 % бутанол + 10 % HCl). Исследование магнитных свойств сплава выполнено на вибрационном магнитометре Lake Shore 7407 (Cryotronics). Измерения выполнены на образцах размерами $2 \times 2 \times 1$ мм. Исследование температур мартенситного превращения выполнено с помощью дифференциально-сканирующей калориметрии на установке Jupiter STA 449 F1 (Netzsch). Скорость изменения температуры составляла $10^\circ\text{C}/\text{мин}$.

2. Результаты и обсуждение

2.1. Микроструктура сплава в различном состоянии

Результаты исследования микроструктуры сплава в исходном литом состоянии представлены на рис. 1, а. Как видно, в структуре наблюдаются области контрастных полос, которые представляют собой мартенситные пластины. Ширина пластин составляет порядка $1 \mu\text{m}$. Уже визуально просматривается, что мартенситные пластины не имеют преимущественной ориентации. Наличие мартенситной структуры при комнатной температуре говорит о том, что мартенситное превращение в сплаве протекает при температурах выше комнатной. По группам резко прерывающихся

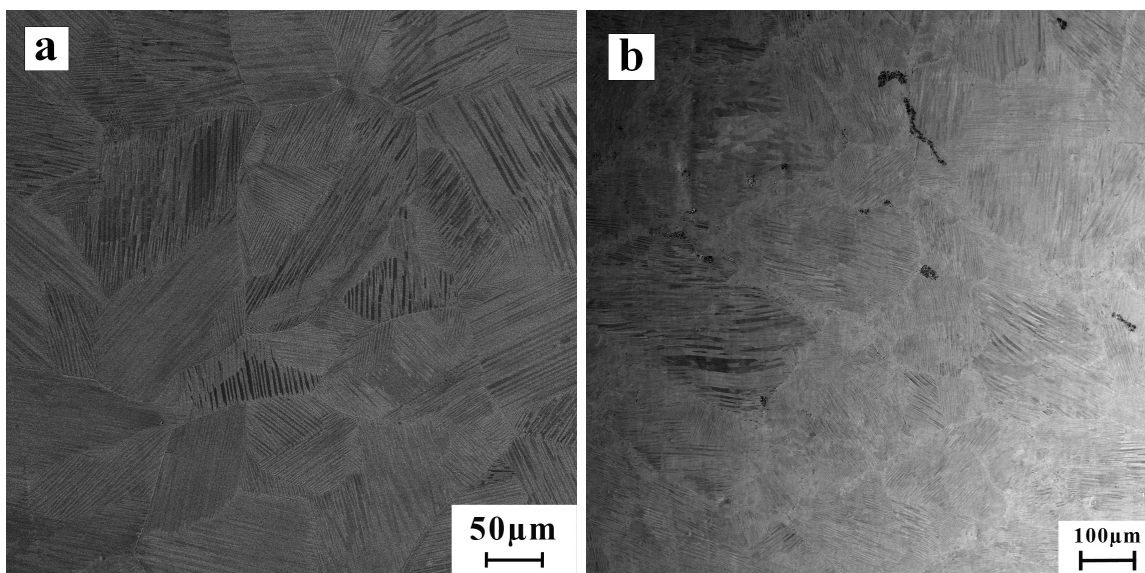


Рис. 1. Микроструктура сплава в исходном литом состоянии (а) и послековки при 700 °С в плоскости поперёк оси вытяжки (б)

мартенситных пластин можно судить о величине зёрен. Их размер составляет около 100 μm . В целом анализ показывает, что в результате дополнительной вакуумной-индукционной переплавки при кристаллизации расплава формируются равноосные зёрна. Наличие пор и микротрещин, свойственных сплавам после выплавки методом аргоно-дуговой плавки, не наблюдается.

В деформированном состоянии исследование микроструктуры выполнено в плоскости поперёк оси вытяжки. Соответствующие результаты представлены на рис. 1, б. Видно, что послековки сформировалась двухкомпонентная микроструктура, в которой крупные зёрна размером около 100 μm окружены мелкозернистой структурой. В теле крупных зёрен наблюдается мартенситная структура во всём объёме. При этом существенной и заметной визуальной преимущественной ориентации мартенситных пластин не наблюдается. Крупные зёрна равноосные. Прослойка мелкозернистой структуры сформировалась в результате динамической рекристаллизации в процессе деформации. Толщина прослойки составляет около 10 μm и включает в себя менее 10 зёрен. Детальный анализ показывает, что в теле таких зёрен во всём объёме наблюдается мартенситная структура. В целом структура по всему сечению микрошлифа является однородной, с одним только отличием, что в центральной части наблюдается увеличение толщины прослойки крупных зёрен, что свидетельствует об увеличении доли мелкозернистой структуры. Таким образом, в результатековки в 9 этапов осадки, 6 из которых вытяжка, в плоскости, перпендикулярной оси вытяжки, металлографической текстуры зёрен и преимущественной ориентации мартенситных пластин в микроструктуре не наблюдается.

2.2. Магнитные свойства

Результаты исследования намагниченности сплава в исходном и деформированном состояниях представлены на рис. 2. Измерение выполнено при нагреве и охлаждении образца в интервале температур от комнатной до 280 °С. Измерение при отрицательных температурах не проводилось, поскольку по микроструктуре видно, что мартенситная структура присутствует уже при комнатной температуре и, соответственно, фазовое превращение протекает при более высоких температурах.

Характер кривых $M(T)$ для литого и деформированного состояния имеет ана-

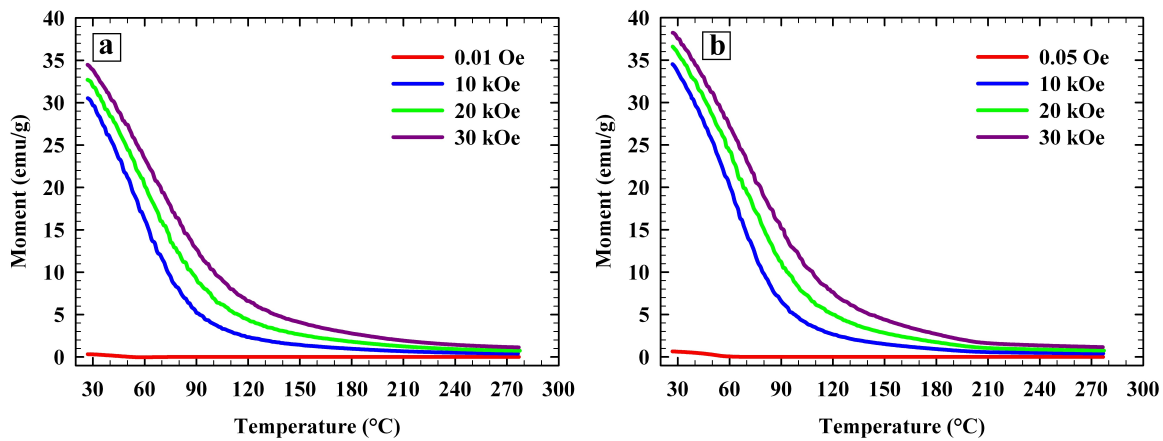


Рис. 2. Кривые намагниченности сплава в литом (а) и ковном (б) состояниях

логичный характер. При нагреве образца наблюдается монотонное снижение намагниченности. С ростом величины магнитного поля переход из ферромагнитной в парамагнитную фазу смещается в область более высоких температур, что характерно для сплавов Гейслера, поскольку атомы марганца, входящие в состав сплава, обладают магнитным моментом в несколько магнетонов Бора. Соответственно ферромагнитный порядок во внешнем магнитном поле сохраняется до более высоких температур. Кроме того, есть небольшой рост величины намагниченности образца, находящегося в ферромагнитном состоянии. При комнатной температуре разница составляет около 10%. Это может быть обусловлено усилением анизотропии свойств в материале в результате вытяжки. В текстурированном состоянии доля благоприятно ориентированных ОЛН по отношению к направлению приложенного магнитного поля будет выше по сравнению с литым состоянием. Напомним, что в литом состоянии после вакуумной индукционной переплавки кристаллизация и остывание слитка сплава идёт достаточно медленно, что способствует формированию изотропной микроструктуры. Сравнение кривых в магнитном поле 10–30 кОе для обоих состояний сплава показывает, что смещение точки перехода ферромагнетизм-парамагнетизм не происходит.

2.3. Анализ температуры мартенситного превращения методом дифференциальной сканирующей калориметрии

Исследование температуры мартенситного превращения выполнено с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии. Результаты измерения при нагреве и охлаждении образца в интервале температур 100–350 °С представлены на рис. 1. Анализ характерных температур мартенситного превращения сплава в исходном литом состоянии (рис. 3, а) показывает, что они имеют следующие значения: $M_S = 235\text{ °C}$; $M_F = 150\text{ °C}$; $A_S = 190\text{ °C}$; $A_F = 290\text{ °C}$. Таким образом, точка мартенситного превращения (T_M) имеет значение 192.5 °С.

Анализ данных для ковкого состояния показывает, что фазовое превращение сместилось в область более низких температур. Точки мартенситного превращения имеют следующие значения: $M_S = 195\text{ °C}$; $M_F = 130\text{ °C}$; $A_S = 150\text{ °C}$; $A_F = 220\text{ °C}$ ($T_M = 162.5\text{ °C}$). Анализ показывает, что в результате ДТО методом ВИК про 700 °С ($e = 3.9$) мартенситное превращение сместилось на 30 °С в область более низких температур.

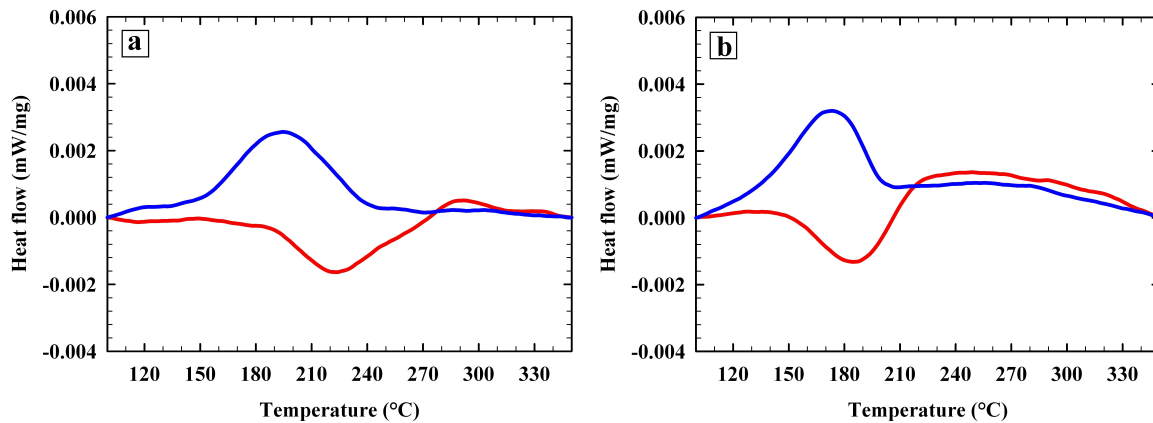


Рис. 3. Данные ДСК сплава в исходном литом (а) и деформированном состоянии (б)

Заклучение

В работе проведено исследование влияния ДТО методом ВИК при $700\text{ }^\circ\text{C}$ и истинной степени деформации $\epsilon \approx 3.9$ на микроструктуру, мартенситное и магнитное фазовые превращения. Показано, что литое состояние сплава характеризуется микроструктурой с равноосными зёрнами размером несколько сотен микрометров. В результате ДТО в сплаве формируется двухкомпонентная микроструктура. В такой структуре крупные зёрна размером около $100\text{ }\mu\text{m}$ окружены прослойкой мелкозернистой структуры. Толщина прослойки около $10\text{ }\mu\text{m}$. Анализ магнитных свойств во внешнем магнитном поле до 30 kOe показывает, что зависимость $M(T)$ для литого и деформированного состояния имеет аналогичный характер. В области магнитного фазового превращения точка перехода ферромагнетизм-парамагнетизм смещается в область более высоких температур. При этом ДТО методом ВИК оказывает существенное влияние на характерные точки мартенситного превращения. В результатековки мартенситное превращение сместилось на $30\text{ }^\circ\text{C}$ в область более низких температур. Данный результат можно использовать при создании сплавов Гейслера, обладающих мартенситными превращениями в области низких и криогенных температур (ниже 120 K) для их применения в технологии магнитного охлаждения.

Список литературы

1. **Gaizsch, U.** Stable magnetic-field-induced strain above 1% in polycrystalline Ni–Mn–Ga / U. Gaizsch, J. Romberg, M. Potschke, S. Roth, P. Mullner // Scripta Materialia. — 2011. — Vol. 65, iss. 8. — P. 679–682.
2. **Мулюков, Х. Я.** Магнитокалорический эффект в сплаве системы Ni₂MnIn / Х. Я. Мулюков, И. И. Мусабилов, А. В. Маширов // Письма о материалах. — 2012. — Т. 2, № 4. — С. 194–197.
3. **Chernenko, V. A.** Temperature dependent magnetostrains in polycrystalline magnetic shape memory Heusler alloys / V. A. Chernenko, J. M. Barandiaran, V. A. Lvov, J. Gutierrez, P. Lazpita, I. J. Orued // Journal of Alloys and Compounds. — 2013. — Vol. 577, iss. 1. — P. S305–S308.
4. **Zhukov, A.** Magnetic properties and magnetocaloric effect in Heusler-type glass-coated NiMnGa microwires / A. Zhukov, V. Rodionova, M. Ilyn, A. M. Aliev, R. Varga, S. Michalik, A. Aronin, G. Abrosimova, A. Kiselev, M. Ipatov, V. J. Zhukova // Journal of Alloys and Compounds. — 2013. — Vol. 575. — P. 73–79.
5. **Калетина, Ю. В.** Мартенситные превращения и магнитные свойства нестехиометрических сплавов системы Ni–Mn–In / Ю. В. Калетина, Е. Г. Герасимов // Физика твёрдого тела. — 2014. — Т. 56, № 8. — С. 1583.

6. **Pagounis, E.** Over 7% magnetic field-induced strain in a Ni-Mn-Ga five-layered martensite / E. Pagounis, R. Chulist, M. J. Szczerba, M. Laufenberg // Applied Physics Letters. — 2014. — Vol. 105. — P. 052405.
7. **Kamantsev, A. P.** Magnetocaloric and thermomagnetic properties of Ni_{2.18}Mn_{0.82}Ga Heusler alloy in high magnetic fields up to 140 kOe / A. P. Kamantsev, V. V. Koledov, A. V. Mashirov, E. T. Dilmieva, V. G. Shavrov, J. Cwik, A. S. Los, V. I. Nizhankovskii, K. Rogacki, I. S. Tereshina, Yu. S. Koshkidko, M. V. Lyange, V. V. Khovaylo, P. Ari-Gur // Journal of Applied Physics. — 2015. — Vol. 117, iss. 16. — P. 163903.
8. **Pagounis, E.** Large magnetic field-induced work output in a Ni-Mn-Ga seven-layered modulated martensite / E. Pagounis, M. J. Szczerba, R. Chulist, M. Laufenberg // Applied Physics Letters. — 2015. — Vol. 107. — P. 152407.
9. **Gaitzsch, U. A.** 1% magneto-strain in polycrystalline 5M Ni-Mn-Ga / U. Gaitzsch, M. Pötschke, S. Roth, B. Rellinghaus, L. Schultz // Acta Materialia. — 2009. — Vol. 57. — P. 365–370.
10. **Pötschke, M.** Magnetically resettable 0.16% free strain in polycrystalline Ni-Mn-Ga plates / M. Pötschke, S. Weiss, U. Gaitzsch, D. Cong, C. Hürrieh, S. Roth, L. Schultz // Scripta Materialia. — 2010. — Vol. 63. — P. 383–386.
11. **Zhou, Z.** Large reversible magnetic-field-induced strain in a trained Ni_{49.5}Mn₂₈Ga_{22.5} polycrystalline alloy / Z. Zhou, P. Wu, G. Ma, B. Yang, Z. Li, T. Zhou, D. Wang, Y. Du // Journal of Alloys and Compounds. — 2019. — Vol. 792. — P. 399–404.
12. **Lu, B.** Formation of texture of Ni₄₈Mn₃₁Ga₂₁ polycrystalline alloy by thermal simulation pack rolling technology / B. Lu, H. B. Wang, Y. Liu, J. X. Liu, H. L. Wang // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. — 2006. — Vol. 16, iss. 4. — P. 843–847.
13. **Chulist, R.** Microstructure and texture in Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁ deformed by high-pressure torsion / R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, T. Lippmann, E. Rybacki // Scripta Materialia. — 2010. — Vol. 62, iss. 9. — P. 650–653.
14. **Коуров, Н. И.** Влияние мегапластической деформации кручением на теплоемкость сплава Ni₂MnGa / Н. И. Коуров, А. В. Королёв, В. Г. Пушкин, Е. В. Марченкова // Физика твёрдого тела. — 2012. — Т. 54, № 10. — С. 1999.
15. **Chulist, R.** Texture evolution of HPT-processed Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁ / R. Chulist, A. Böhm, E. Rybacki, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki // Material Science Forum. — 2012. — Vol. 702–703. — P. 169–172.
16. **Chulist, R.** Cyclic fibre texture in hot extruded Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁ / R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, H.-G. Brokmeier, T. Lippmann // International Journal of Materials Research. — 2012. — Vol. 103, iss. 5. — P. 575–579.
17. **Мусабилов, И. И.** Температурная зависимость намагниченности сплава Ni₅₂Mn₂₄Ga₂₄ в различных структурных состояниях / И. И. Мусабилов, И. З. Шарипов, Р. Р. Мулюков // Изв. вузов. Физика. — 2015. — Vol. 58, iss. 6. — P. 5–9.
18. **Taskaev, S.** Effect of severe plastic deformation on the specific heat and magnetic properties of cold rolled Gd sheets / S. Taskaev, V. Buchelnikov, M. Ulyanov, D. Bataev, V. Khovaylo, A. Usenko, M. Lyange, K. Skokov, O. Gutfleisch, A. Pellenen, D. Karpenkov // Journal of Applied Physics. — 2015. — Vol. 117, iss. 12. — P. 123914.
19. **Wei, L.** Introducing equiaxed grains and texture into Ni-Mn-Ga alloys by hot extrusion for superplasticity / L. Wei, X. Zhang, M. Qiana, X. Cui, L. Geng, J. Sun, L. V. Panina, H.-X. Peng // Materials & Design. — 2016. — Vol. 112. — P. 339–344.
20. **Калетина, Ю. В.** Структура и свойства сплава Ni₄₇Mn₄₂In₁₁ после интенсивной пластической деформации / Ю. В. Калетина, Е. Д. Грешнова, А. Ю. Калетин, Н. Ю. Фролова, В. П. Пилюгин // Физика металлов и металловедение. — 2019. — Vol. 120, iss. 2. — P. 183–189.
21. **Wei, L.** Hot extrusion approach to enhance the cyclic stability of elastocaloric effect in polycrystalline Ni-Mn-Ga alloys / L. Wei, X. Zhang, W. Gan, C. Ding, L. Geng // Scripta Materialia. — 2019. — Vol. 168. — P. 28–32.

22. **Мусабилов, И. И.** Пластическая деформация сплава системы Ni-Mn-Ga методом всесторонней изотермическойковки / И. И. Мусабилов, И. М. Сафаров, Р. М. Галеев, Д. Д. Афоничев, В. В. Коледов, А. И. Рудской, Р. Р. Мулюков // Физика и механика материалов. — 2017. — Vol. 33, iss. 1. — P. 124–136
23. **Мусабилов, И. И.** Анизотропия термического расширения поликристаллического сплава системы Ni-Mn-Ga, подвергнутого пластической деформации ковкой / И. И. Мусабилов, И. М. Сафаров, Р. М. Галеев, Р. А. Гайсин, В. В. Коледов, Р. Р. Мулюков // Физика твёрдого тела. — 2018. — Vol. 60, iss. 6. — P. 1051–1057.
24. **Musabirov, I. I.** Comparison of influence forging and extrusion on microstructure of Heusler alloys / I. I. Musabirov, I. M. Safarov, R. M. Galeev, D. R. Abdullina, R. Y. Gaifullin, D. D. Afonichev, V. V. Koledov, R. R. Mulyukov // Materials Physics and Mechanics. — 2018. — Vol. 40, iss. 2. — P. 201–211.

Поступила в редакцию 16.09.2020.

После переработки 01.11.2020.

Сведения об авторах

Мусабилов Ирек Ильфирович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник группы электронно-микроскопических исследований, Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия; e-mail: irekmusabirov@mail.ru.

Сафаров Ильфат Миндигалеевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник группы электронно-микроскопических исследований, Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия; e-mail: ilfat@imsp.ru.

Галеев Рафаэль Мансурович, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории нелинейной физики и механики материалов, Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия; e-mail: galeyev@imsp.ru.

Афоничев Дмитрий Дмитриевич, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории нелинейной физики и механики материалов, Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия; e-mail: afon@imsp.ru.

Гайфуллин Руслан Юнусович, студент, Башкирский государственный университет, Уфа, Россия; e-mail: gaifullin_1998@bk.ru.

Коледов Виктор Викторович, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории магнитных явлений в микроэлектронике, Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН, Москва, Россия; e-mail: victor_koledov@mail.ru.

Таскаев Сергей Валерьевич, доктор физико-математических наук, доцент, профессор кафедры физики конденсированного состояния, Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия; старший научный сотрудник инновационного отдела управления научной и инновационной деятельности, Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), Челябинск, Россия; e-mail: tsv@csu.ru.

Мулюков Радик Рафикович, доктор физико-математических наук, директор, Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия; e-mail: radik@imsp.ru.

EFFECT OF TREATMENT BY ISOTHERMAL FORGING ON MARTENSITIC TRANSFORMATION IN THE Ni-Mn-Ga HEUSLER ALLOY

I.I. Musabirov^{1,a}, I.M. Safarov^{1,b}, R.M. Galejev^{1,c}, D.D. Afonichev^{1,d},
R.Y. Gaifullin^{2,e}, V.V. Koledov^{3,f}, S.V. Taskaev^{4,5,g}, R.R. Mulyukov^{1,h}

¹*Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa, Russia*

²*Bashkir State University, Ufa, Russia*

³*Kotelnikov Institute of Radio-Engineering and Electronics of RAS, Moscow, Russia*

⁴*Chelyabinsk State University, Chelyabinsk, Russia*

⁵*South Ural State University (National Research University), Chelyabinsk, Russia*

^a*irekmusabirov@mail.ru*, ^b*ilfat@imsp.ru*, ^c*galejev@imsp.ru*, ^d*afon@imsp.ru*,

^e*gaifullin_1998@bk.ru*, ^f*victor_koledov@mail.ru*, ^g*tsv@csu.ru*, ^h*radik@imsp.ru*

In the region of the martensitic transformation, Heusler alloys demonstrate the ferromagnetic shape memory effect, the magnetocaloric effect, etc., which allows classify them as promising functional materials. The disadvantage of alloys is their tendency to the brittle fracture during repeated thermal cycling in the temperature range of the martensitic transformation. This work presents the results of a study of the effect of isothermal forging with a high degree of the total deformation ($e = 3.9$) upon drawing on the microstructure and temperatures of martensitic and magnetic phase transformations of the Heusler alloy $\text{Ni}_{57.4}\text{Mn}_{18.2}\text{Ga}_{22.7}\text{Si}_{1.7}$. It is shown that after forging a two-component microstructure is formed, consisting of large equiaxed grains of the order of 100 μm , surrounded by an interlayer of a fine-grained structure. The study of the characteristic temperatures of the martensitic transformation by the method of differential scanning calorimetry demonstrates the shift of the points of the phase transformation to the region of lower temperatures by 30–40 °C. There is no significant effect on the ferromagnetic-paramagnetic transition temperature is observed. Thus, forging makes it possible to obtain a material with a specific microstructure, which should improve the operational properties of the material.

Keywords: *Heusler alloy, martensitic transformation, multiple isothermal forging, microstructure.*

References

1. Gaitzsch U., Romberg J., Potschke M., Roth S., Mullner P. Stable magnetic field-induced strain above 1% in polycrystalline Ni–Mn–Ga. *Scripta Materialia*, 2011, vol. 65, no. 8, pp. 679–682.
2. Mulyukov K.Y., Musabirov I.I., Mashirov A.V. Magnetocaloric effect Ni_2MnIn alloy. *Letters on Materials*, 2012, vol. 2, no. 4, pp. 194–197.
3. Chernenko V.A., Barandiaran J.M., Lvov V.A., Gutierrez J., Lazpita P., Orued I.J. Temperature dependent magnetostrains in polycrystalline magnetic shape memory Heusler alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 577, no. 1, pp. S305–S308.

The study was supported by a grant of the Russian Science Foundation, project no. 18-42-06201. Experimental studies were carried out on the facilities of shared services center «Structural and Physical-Mechanical Studies of Materials» of the Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences.

4. Zhukov A., Rodionova V., Ilyn M., Aliev A.M., Varga R., Michalik S., Aronin A., Abrosimova G., Kiselev A., Ipatov M., Zhukova V.J. Magnetic properties and magnetocaloric effect in Heusler-type glass-coated NiMnGa microwires. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 575, pp. 73–79.
5. Kaletina Y.V., Gerasimov E.G. Martensitic transformations and magnetic properties of nonstoichiometric alloys of the Ni–Mn–In system. *Physics of the Solid State*, 2014, vol. 56, no. 8, pp. 1634–1638.
6. Pagounis E., Chulist R., Szczerba M.J., Laufenberg M. Over 7% magnetic field-induced strain in a Ni-Mn-Ga five-layered martensite. *Applied Physics Letters*, 2014, vol. 105, p. 052405.
7. Kamantsev A.P., Koledov V.V., Mashirov A.V., Dilmieva E.T., Shavrov V.G., Cwik J., Los A.S., Nizhankovskii V.I., Rogacki K., Tereshina I.S., Koshkidko Yu.S., Lyange M.V., Khovaylo V.V., Ari-Gur P. Magnetocaloric and thermomagnetic properties of Ni_{2.18}Mn_{0.82}Ga Heusler alloy in high magnetic fields up to 140 kOe. *Journal of Applied Physics*, 2015, vol. 117, no. 16, p. 163903.
8. Pagounis E., Szczerba M.J., Chulist R., Laufenberg M. Large magnetic field-induced work output in a NiMnGa seven-layered modulated martensite. *Applied Physics Letters*, 2015, vol. 107, p. 152407.
9. Gaitzsch U., Pötschke M., Roth S., Rellinghaus B., Schultz L. A 1% magneto-strain in polycrystalline 5M Ni-Mn-Ga. *Acta Materialia*, 2009, vol. 57, pp. 365–370.
10. Pötschke M., Weiss S., Gaitzsch U., Cong D., Hürrieh C., Roth S., Schultz L. Magnetically resettable 0.16% free strain in polycrystalline Ni-Mn-Ga plates. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 63, pp. 383–386.
11. Zhou Z., Wu P., Ma G., Yang B., Li Z., Zhou T., Wang D., Du Y. Large reversible magnetic-field-induced strain in a trained Ni_{49.5}Mn₂₈Ga_{22.5} polycrystalline alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 792, pp. 399–404.
12. Lu B., Wang H.B., Liu Y., Liu J.X., Wang H.L. Formation of texture of Ni₄₈Mn₃₁Ga₂₁ polycrystalline alloy by thermal simulation pack rolling technology. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2006, vol. 16, no. 4, pp. 843–847.
13. Chulist R., Skrotzki W., Oertel C.-G., Böhm A., Lippmann T., Rybacki E. Microstructure and texture in Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁ deformed by high-pressure torsion. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 62, no. 9, pp. 650–653.
14. Kourov N.I., Korolev A.V., Pushin V.G., Marchenkova E.V. Effect of the megaplastic torsion deformation on the heat capacity of the Ni₂MnGa alloy. *Physics of the Solid State*, 2012, vol. 54, no. 10, pp. 2128–2131.
15. Chulist R., Böhm A., Rybacki E., Lippmann T., Oertel C.-G., Skrotzki W. Texture evolution of HPT-processed Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁. *Material Science Forum.*, 2012, vol. 702–703, pp. 169–172.
16. Chulist R., Skrotzki W., Oertel C.-G., Böhm A., Brokmeier H.-G., Lippmann T. Cyclic fibre texture in hot extruded Ni₅₀Mn₂₉Ga₂₁. *International Journal of Materials Research*, 2012, vol. 103, no. 5, pp. 575–579.
17. Musabirov I.I., Sharipov I.Z., Mulyukov R.R. Temperature dependence of the magnetization of the Ni₅₂Mn₂₄Ga₂₄ alloy in various structural states. *Russian Physics Journal*, 2015, vol. 58, no. 6, pp. 745–749.
18. Taskaev S., Buchelnikov V., Ulyanov M., Bataev D., Khovaylo V., Usenko A., Lyange M., Skokov K., Gutfleisch O., Pellenen A., Karpenkov D. Effect of severe plastic deformation on the specific heat and magnetic properties of cold rolled Gd sheets. *Journal of Applied Physics*, 2015, vol. 117, no. 12, p. 123914.
19. Wei L., Zhang X., Qiana M., Cui X., Geng L., Sun J., Panina L.V., Peng H.-X. Introducing equiaxed grains and texture into Ni-Mn-Ga alloys by hot extrusion for superplasticity. *Materials & Design*, 2016, vol. 112, pp. 339–344.
20. Kaletina Y.V., Greshnova E.D., Kaletin A.Y., Frolova N.Y., Pilyugin V.P. Structure and properties of Ni₄₇Mn₄₂In₁₁ alloy after severe plastic deformation. *Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, no. 2, pp. 171–176.

21. **Wei L., Zhang X., Gan W., Ding C., Geng L.** Hot extrusion approach to enhance the cyclic stability of elastocaloric effect in polycrystalline Ni-Mn-Ga alloys. *Scripta Materialia*, 2019, vol. 168, pp. 28–32.
22. **Musabirov I.I., Safarov I.M., Galejev R.M., Afonichev D.D., Koledov V.V., Rudskoi A.I., Mulyukov R.R.** Plastic deformation of the Ni-Mn-Ga alloy by multiple isothermal forging. *Materials Physics and Mechanics*, 2017, vol. 33, no. 1, pp. 124–136.
23. **Musabirov I.I., Safarov I.M., Galejev R.M., Gaisin R.A., Koledov V.V., Mulyukov R.R.** Anisotropy of the thermal expansion of a polycrystalline Ni-Mn-Ga alloy subjected to plastic deformation by forging. *Physics of the Solid State*, 2018, vol. 60, no. 6, pp. 1061–1067.
24. **Musabirov I.I., Safarov I.M., Galejev R.M., Abdullina D.R., Gaifullin R.Y., Afonichev D.D., Koledov V.V., Mulyukov R.R.** Comparison of influence forging and extrusion on microstructure of Heusler alloys. *Materials Physics and Mechanics*, 2018, vol. 40, no. 2, pp. 201–211.

Accepted article received 16.09.2020.

Corrections received 01.11.2020.