

**MICROSTRUCTURAL STABILITY OF THE TI-50.8 AT.% NI ALLOY
ACHIEVED BY THERMAL CYCLING***Anna Aleksandrovna Churakova^{1a}, Elina Maratovna Kayumova²*

¹ Institute of Molecule and Crystal Physics – Subdivision of the Ufa Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences, pr. Oktyabrya 151, Ufa, 450075, Russia

² Ufa State Petroleum Technological University, Kosmonavtov str. 1, Ufa, 450064, Russia

^a churakovaa_a@mail.ru

ABSTRACT

The influence of thermal cycling with a large number of cycles on the microstructure of a Ti-50.8 at.% Ni shape-memory alloy in coarse-grained (CG) and ultrafine-grained (UFG) states was investigated. The effect of microstructural stability was found in both coarse-grained and ultrafine-grained states starting from the 100th cycle of martensitic transformations. In addition, starting from 100 cycles of martensitic transformation, sections of the structure are observed in which packets of martensitic plates are visible (plate thickness in the range of 50–300 nm). Present in individual plates at high magnifications were composite (001) B19' nanotwins of type I with a width of up to 5 nm. The formation of nanotwins is probably associated with saturation of the structure after a certain number of cycles.

KEYWORDS

TiNi alloy; thermal cycling; ultrafine-grained structure; microstructural stability.

**МИКРОСТРУКТУРНАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ СПЛАВА ТИ-50,8 АТ.% НИ,
ДОСТИГНУТАЯ МЕТОДОМ ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ***Анна Александровна Чуракова^{1а}, Элина Маратовна Каюмова²*

¹ Институт физики молекул и кристаллов – обособленное структурное подразделение Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук, Россия, 450075, Уфа, пр. Октября, 151

² Уфимский государственный нефтяной технический университет, Россия, 450064, Уфа, ул. Космонавтов, 1

^a churakovaa_a@mail.ru

АННОТАЦИЯ

Исследовано влияние термоциклирования с большим числом циклов на микроструктуру сплава с памятью формы Ti-50,8 ат.% Ni в крупнозернистом (КЗ) и ультрамелкозернистом (УМЗ) состояниях. Эффект микроструктурной стабильности обнаружен как в крупнозернистом, так и в ультрамелкозернистом состояниях, начиная с 100-го цикла мартенситного превращения. Кроме того, начиная со 100 циклов, наблюдаются участки структуры, на которых видны паке-

ты мартенситных пластин (толщина пластин в диапазоне 50–300 нм). В отдельных пластинах при большом увеличении присутствуют составные (001)B19' нанодвойники I типа шириной до 5 нм. Образование нанодвойников, вероятно, связано с насыщением структуры после определенного числа циклов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Сплав TiNi; термоциклирование; ультрамелкозернистая структура; микроструктурная стабильность.

Введение

Явление памяти формы характерно для некоторых сплавов на основе титана, железа, меди или марганца. Особое отношение к материалам с эффектом памяти формы (ЭПФ) связано с их способностью восстанавливать значительные неупругие деформации при нагреве. Наиболее известным представителем таких материалов является никелид титана. Его уникальные свойства широко используются в мировой промышленности и медицине [1, 2]. Свойства ЭПФ в никелиде титана обусловлены термоупругими мартенситными превращениями (МП) B2–B19', происходящими в области температур, близких к комнатной [1–4]. Цикл мартенситных превращений при охлаждении и нагреве приводит к зарождению дислокаций в кристаллической решетке. Понимание характера влияния многократных циклов «охлаждения и нагрева» ниже и выше точек мартенситного превращения – термоциклирования (ТЦ) – на структуру и свойства материалов имеет большое значение, особенно для сплавов TiNi. Явление фазового наклепа (ФН) – накопления дислокаций при мартенситных превращениях – не является тривиальным в случае мартенситного превращения с обратимым движением мартенситных границ. Термин «термоупругое превращение» не подразумевает необратимых изменений в структуре. В то же время в реальных условиях в материалах, в том числе и в сплавах TiNi, при многократных циклах МП происходит образование и накопление дислокаций,

что, в свою очередь, сопровождается изменением температур мартенситных превращений, повышением предела текучести сплавов при механическом нагружении [5–7].

К изделиям с ЭПФ предъявляются определенные требования физико-механических и функциональных характеристик и их стабильности. Дальнейшее улучшение свойств в сплавах с памятью формы возможно путем формирования ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния методами интенсивной пластической деформации (ИПД), в частности, методом равноканального углового прессования (РКУП) [8–13]. Поскольку сплавы системы TiNi являются наиболее интересными для технологического применения и обладают лучшим комплексом свойств среди сплавов с эффектом памяти формы, влияние термоциклов на их структуру и свойства изучается уже много лет. В сплавах TiNi превращение B2 в B19' характеризуется несовместностью деформации решетки, что способствует возникновению локальных напряжений на границе раздела фаз, а релаксация напряжений приводит к накоплению пластической деформации и, как следствие, к необратимому изменению кинетики мартенситных превращений с каждым циклом термоциклирования [14]. Первые работы [5, 6] были посвящены влиянию термоциклирования на структуру и характерные температуры мартенситных превращений, механические характеристики в сплаве TiNi. В других работах было показано, что термоциклирование через интервал мартенситных

превращений приводит к изменению стадийности превращений [15–19]. Сплав $Ti_{50,0}Ni_{50,0}$ при охлаждении претерпевает превращение $B19' \rightarrow B2$. Однако после нескольких термоциклов при охлаждении сплав начинает испытывать многостадийное превращение $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$. В то же время в некоторых работах сообщается о несколько иных зависимостях температур превращения при термоциклировании под приложенной нагрузкой [20, 21]. Существуют исследования дополнительной «термоциклической тренировки» сплавов $TiNi$ для усиления эффектов памяти [20, 22–24]. Однако в основном весь комплекс исследований проводился на сплавах в крупнозернистом состоянии, либо в состояниях с небольшой степенью деформации, и имеется ограниченное количество исследований процессов накопления дислокаций и изменения свойств при термоциклировании сплавов $TiNi$ в ультрамелкозернистом и нанокристаллическом (НК) состояниях [25]. Кроме того, большой комплекс исследований не дает однозначного ответа о количестве циклов для получения оптимальных характеристик свойств в этих сплавах. Исследования в данной работе были направлены на определение оптимального количества термоциклов, необходимого для формирования стабильности структуры сплава $TiNi$ в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях.

1. Материал и методы

В качестве материала исследования был выбран двухкомпонентный сплав системы $TiNi$ – стехиометрический сплав $Ti-50,8$ ат.% Ni , обогащенный никелем, производства ООО «МАТЭК-СПФ» (Москва, Россия). Данный сплав имеет ОЦК-решетку, упорядоченную по типу $B2$ ($CsCl$) и фазу, обогащенную никелем Ti_2Ni_3 [1, 4]. Для получения твердого раствора была проведена закалка из области гомогенности (нагрев при температуре 800 °С в печи Nabertherm в те-

чение 1 ч) в воду. Средний размер зерна закаленного сплава составлял около 20 ± 2 мкм.

Для формирования УМЗ структуры закаленные цилиндрические образцы сплава $TiNi$ ($\varnothing 20$ мм, длина 100 мм) были подвергнуты 8 проходам РКУП по маршруту Bc при температуре 450 °С, угол пересечения каналов (φ) составлял 120° [9]. Термоциклирование образцов в различных исходных состояниях проводили следующим образом: образцы последовательно погружали в жидкий азот (-196 °С), затем нагревали до температуры 150 °С, что ниже и выше температур M_k прямого и A_k обратного мартенситного превращения. Количество термоциклов «нагрев–охлаждение» варьировалось от 0 до 250. Толщина образцов, подвергнутых ТЦ в сечении, составляла менее 1 мм для обеспечения их быстрого нагрева и охлаждения. Время выдержки при температурах нагрева и охлаждения составляло 5 мин [25]. Количественный и качественный анализ исходной структуры проводили с помощью металлографического микроскопа OLYMPUS GX51. Для выявления микроструктуры использовали травитель состава $60\% H_2O + 35\% HNO_3 + 5\% HF$. Методом случайных секущих были рассчитаны размеры элементов конструкции.

Рентгеноструктурные исследования образцов проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV ($U = 40$ кВ, $I = 35$ мА) при комнатной температуре в диапазоне углов $2\theta = 30^\circ - 120^\circ$. Основные параметры структуры определяли методом Ритвельда с использованием программы Materials Analysis Using Diffraction MAUD. Плотность дислокаций рассчитывали путем обработки данных рентгеновской дифракции в программе MATLAB. Для расчета плотности дислокаций использовалась формула [8]: $\rho = 2 \sqrt{3} \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} / Db$, где $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ – микроискажения; D – средний размер зерна; b – вектор Бюргерса.

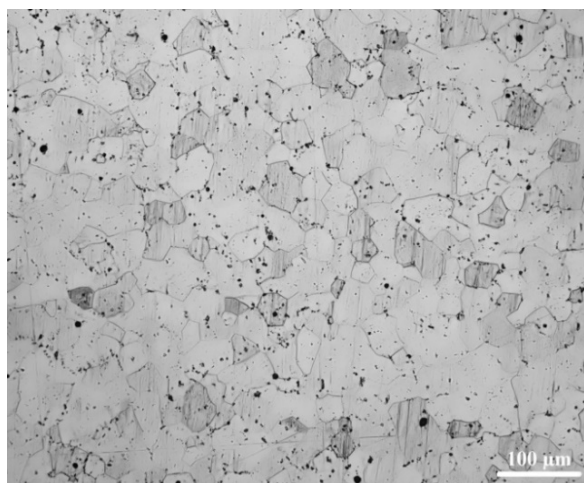
Тонкую структуру материала изучали при комнатной температуре с помощью просвечивающего микроскопа JEOL JEM-2100 («JEOL Ltd.», Токио, Япония) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы для тонких фольг, вырезанные электроэрозионным методом, изготавливали двухсторонней струйной электролитической полировкой на установке Tenipol-5 («Struers», Копенгаген, Дания) в растворе 10% хлорной кислоты (HClO_4) и 90% бутанола ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH}$). Средний размер структурных элементов (зерен, субзерен, мартенситных двойников) оценивали с помощью программного комплекса «GrainSize» путем измерения длин хорд, относительная погрешность измерения которых не превышала 5%.

2. Результаты исследования

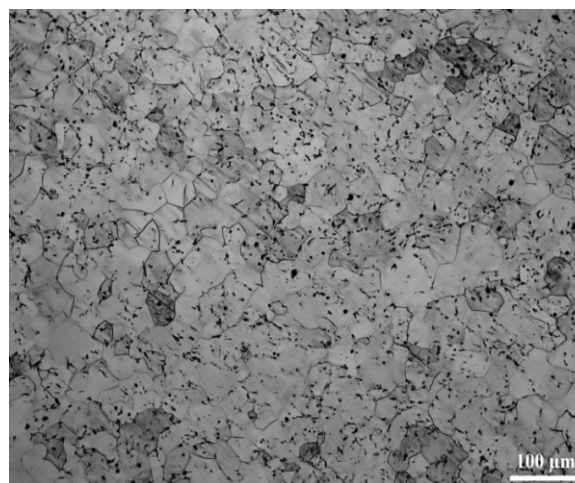
Фазовый состав сплавов TiNi существенно влияет на микроструктуру, функциональные и механические свойства, а также на процессы, которые могут протекать при тер-

моциклировании. Известно, что с увеличением содержания Ni снижается склонность к фазовому упрочнению и, соответственно, чувствительность структуры к накоплению дефектов. В данной работе особенности влияния ТЦ на характеристики сплава рассмотрены на примере заникеленного сплава Ti-50,8 ат.% Ni до 250 циклов.

В исходном состоянии после закалки сплав при комнатной температуре имеет преимущественно равноосную структуру фазы В2 (аустенита) со средним размером зерна около 20 ± 5 мкм (рис. 1, а). Кроме того, в структуре внутри и по границам зерен наблюдаются глобулярные включения размером 0,5–1 мкм. Оптическая микроскопия (ОМ) и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) (рис. 2) не позволяют точно оценить изменения в структуре после многократного термоциклирования (рис. 1, б), поэтому был использован метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (рис. 3).



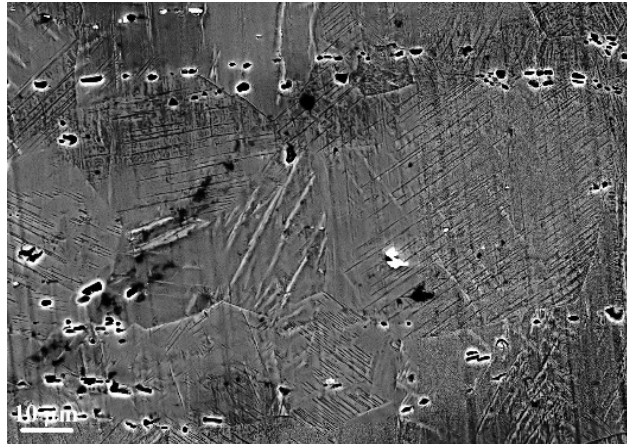
а



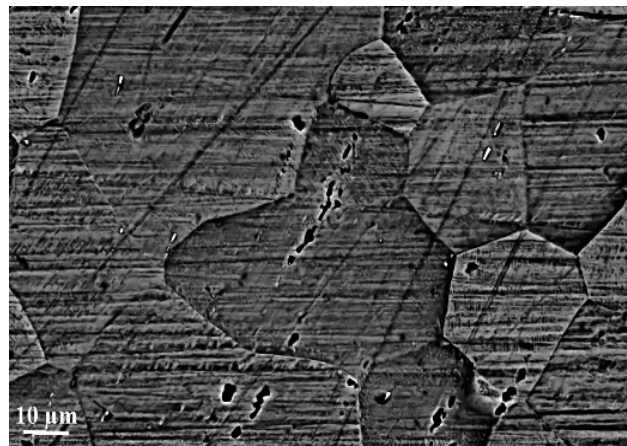
б

Рис. 1. Микроструктура сплава Ti-50,8 ат.% Ni, полученного ОМ:
а – в исходном крупнозернистом состоянии; б – после термоциклирования
с максимальным числом циклов ($n = 250$)

Fig. 1. Microstructure of the Ti-50.8 at.% Ni alloy obtained by OM:
а – in the initial coarse-grained state; б – after thermal cycling
with a maximum number of cycles ($n = 250$)



а



б

Рис. 2. СЭМ-изображение микроструктуры сплава Ti-50,8 ат.% Ni в крупнозернистом состоянии:
а – исходное состояние; б – 250 термоциклов

Fig. 2. SEM image of the microstructure of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the coarse-grained state:
а – initial state; б – 250 thermal cycles

По полученным ПЭМ данным в КЗ состоянии без термоциклирования в микроструктуре сплава наблюдаются свободные от дислокаций границы зерен и тройные стыки зерен (рис. 3, а). После термоциклирования в интервале температур МП В2→В19' с числом циклов, равным 50, присутствуют развитые скопления дислокаций, образующие так называемый «дислокационный лес». Средний размер зерна уменьшился незначительно и составил около 18 ± 3 мкм. С увеличением числа термоциклов в структуре наблюдалось образование крупных скоплений дислокаций и дислокационных стенок, образующихся

при фазовом наклепе. Впервые это было заметно вблизи границ зерен (рис. 3, б). При этом происходит уширение контуров экстинкции, что также связано с увеличением уровня внутренних напряжений и искажений кристаллической решетки. Средний размер зерна при максимальном количестве циклов по сравнению с исходным значением уменьшился примерно на 45 % (оценка проводилась по данным ОМ и СЭМ). Термоциклирование с максимальным числом термоциклов сохраняет дислокационную структуру в виде скоплений и дислокационных стенок и клубков дислокаций (рис. 3, е).

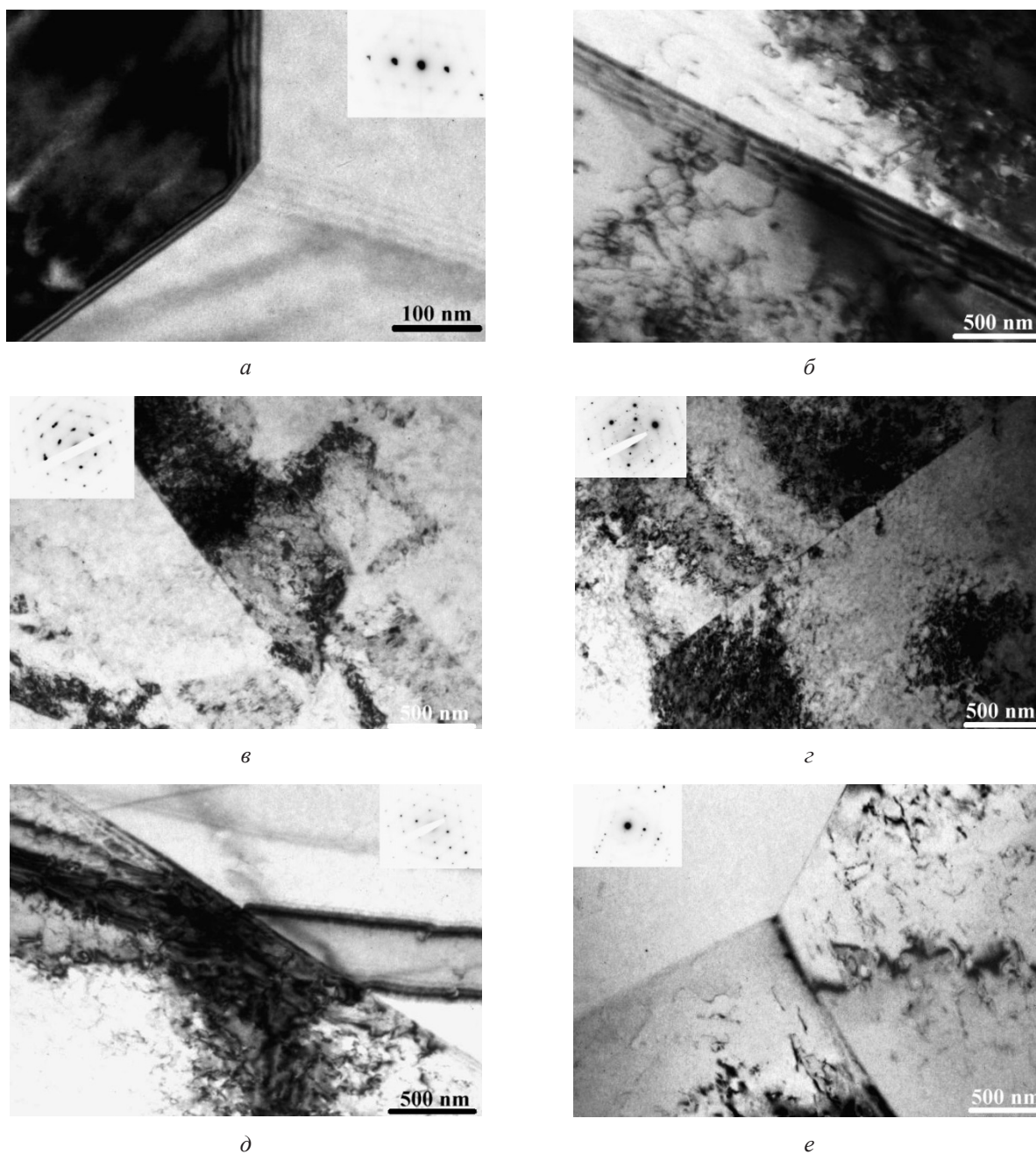


Рис. 3. ПЭМ изображения микроструктуры сплава Ti-50,8 ат.% Ni в крупнозернистом состоянии при различном числе термоциклов:
 $a - n = 0$; $b - n = 50$; $c - n = 100$; $d - n = 150$; $e - n = 200$; $f - n = 250$

Fig. 3. TEM images of the microstructure of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in a coarse-grained state with different numbers of thermal cycles:
 $a - n = 0$; $b - n = 50$; $c - n = 100$; $d - n = 150$; $e - n = 200$; $f - n = 250$

На рис. 4 представлены структуры после $n = 200$ и $n = 250$ циклов с полями с контурами экстинкции, ширина которых достигает 150 ± 20 нм, что может свидетельствовать о высокой плотности дефектов, на-

копленных при многократных мартенситных превращениях.

На рис. 5 показан график зависимости среднего размера зерна от количества циклов.

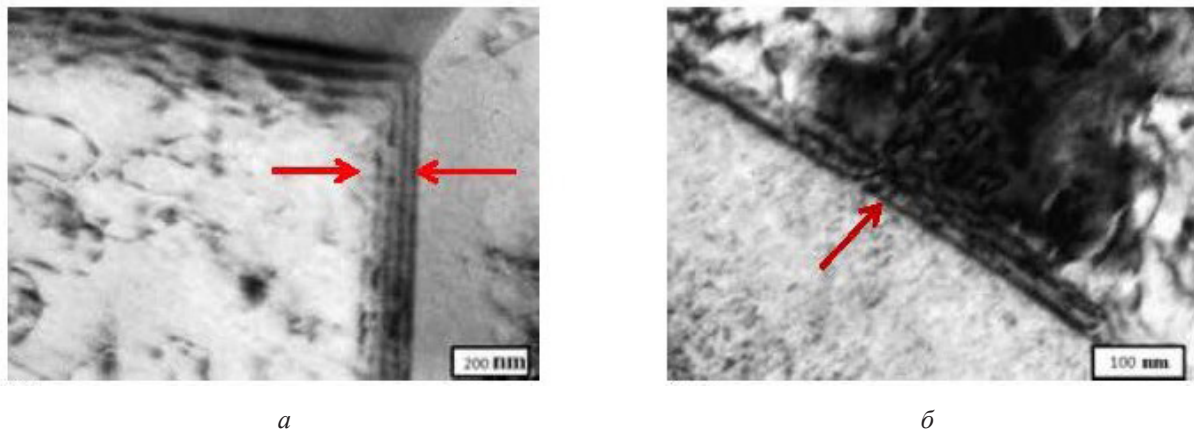


Рис. 4. Микроструктуры сплава Ti-50,8 ат.% Ni в крупнозернистом состоянии после термоциклирования с $n = 200$ (а) и $n = 250$ (б) с указанными экстинкционными контурами

Fig. 4. Microstructures of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in a coarse-grained state after thermal cycling with $n = 200$ (a) and $n = 250$ (b) with fields of the extinction contours

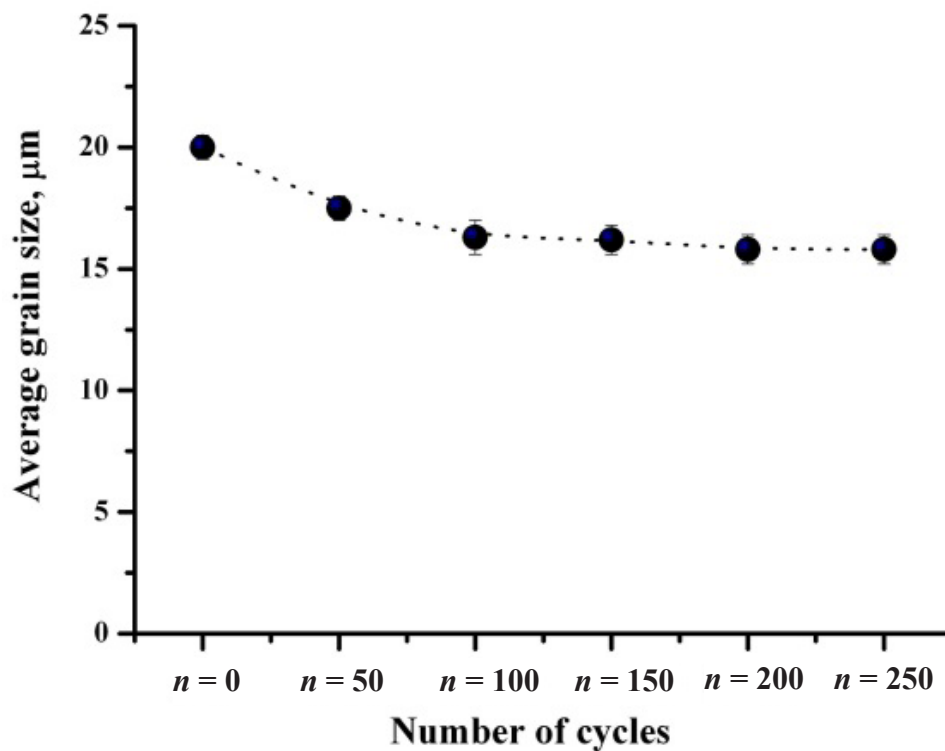


Рис. 5. График изменения среднего размера зерна при увеличении термоциклов в КЗ состоянии

Fig. 5. Graph of changes in the average grain size with an increase in thermal cycles in the CG state

Кроме того, начиная со 100 циклов мартенситного превращения, наблюдаются участки структуры, на которых видны пакеты мартенситных пластин (толщина пластин в диапазоне 50–300 нм). В отдельных пласти-

нах при большом увеличении присутствуют составные (001) B19' нанодвойники I типа шириной до 5 нм. Образование нанодвойников, вероятно, связано с насыщением структуры после определенного числа циклов.

После применения метода РКУП наблюдалась трансформация исходной крупнозернистой структуры в неоднородную зеренно-субзеренную ультрамелкозернистую структуру с повышенной плотностью дислокаций (рис. 6). Картина микродифракции соответствует ультрамелкозернистой структуре с наличием диффузных тяжей.

По мере увеличения числа циклов мартенситного превращения в структуре наблюдаются зерна с преимущественно не-

равновесными границами, что может свидетельствовать о высоко дефектной структуре (рис. 7). Тем не менее в зернах образованы сложные дислокационные структуры – разнообразные скопления и сплетения, увеличилась плотность дислокаций. Средний размер структурных элементов в УМЗ состоянии без термоциклирования составил 320 ± 15 нм, после максимального термоциклирования он уменьшился до 260 ± 20 нм (рис. 8).

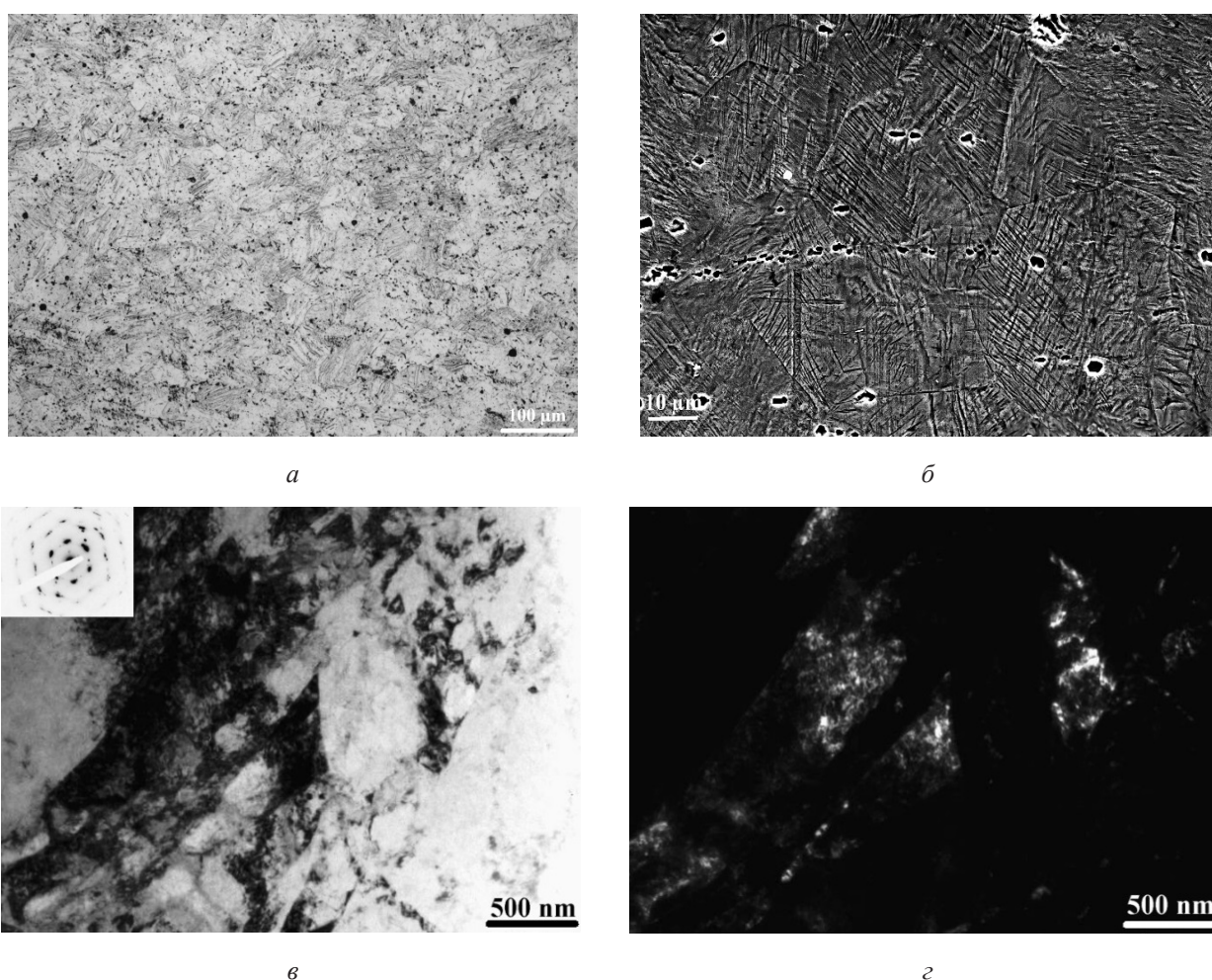


Рис. 6. Микроструктура сплава Ti-50,8 ат.% Ni в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии: а – оптическая микроскопия (ОМ); б – сканирующая электронная микроскопия (СЭМ); в – светлопольное изображение; г – темнопольное изображение

Fig. 6. Microstructure of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the ultrafine-grained (UFG) state: а – optical microscopy (OM); б – scanning electron microscopy (SEM); в – bright-field image; г – dark-field image

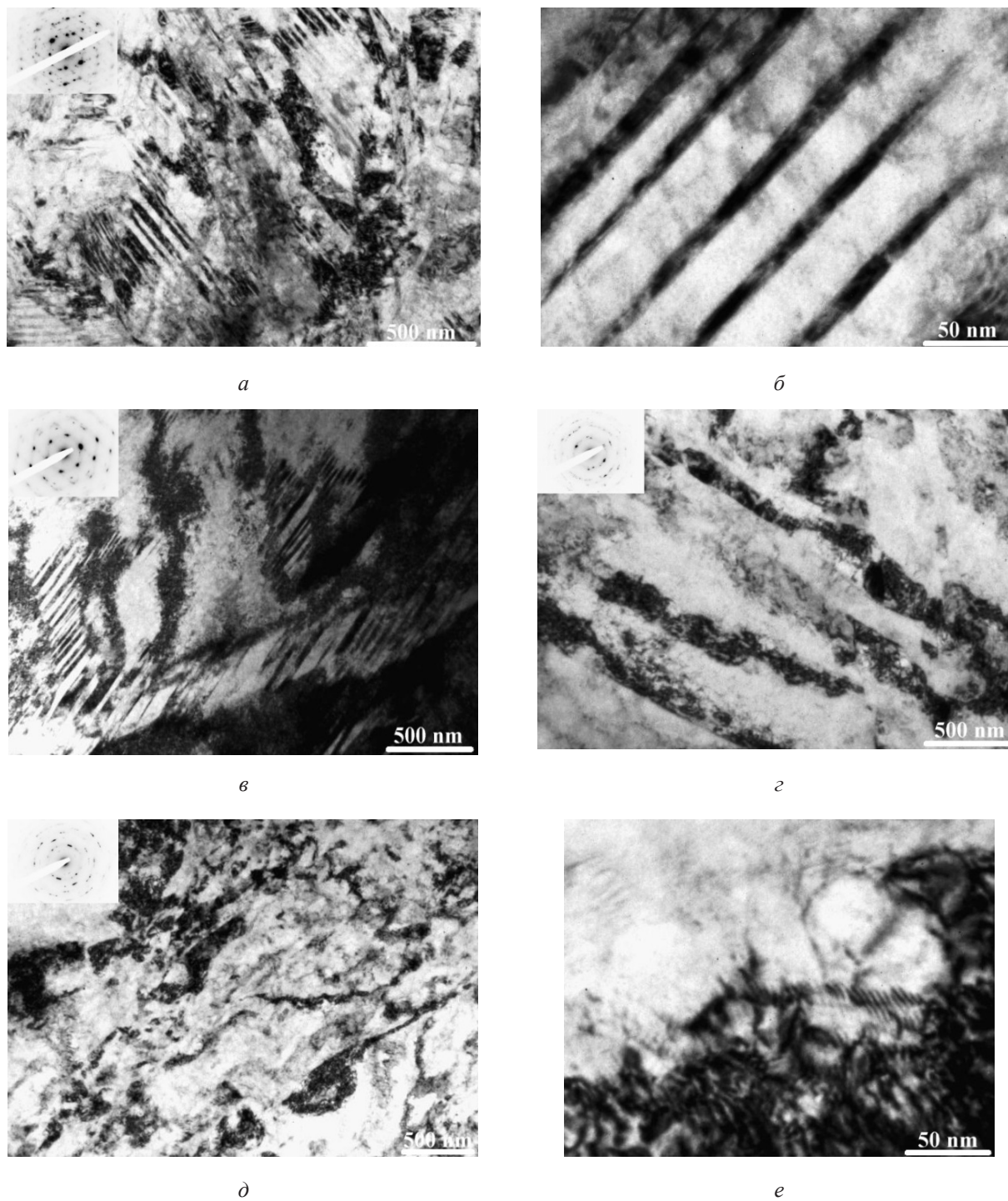


Рис. 7. ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Ti-50,8 ат.% Ni в УМЗ-состоянии:
a – $n = 100$; *б* – $n = 100$ с нанодвойниками; *в* – $n = 150$; *г* – $n = 200$;
д – $n = 250$; *е* – $n = 250$ при большом увеличении

Fig. 7. TEM images of the microstructure of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the UFG state:
a – $n = 100$; *б* – $n = 100$ with nanotwins; *в* – $n = 150$; *г* – $n = 200$;
д – $n = 250$; *е* – $n = 250$ with large magnification

Для определения влияния многократных мартенситных превращений на структурные характеристики сплава Ti-50,8 ат.% Ni был проведен рентгеноструктурный анализ при комнатной температуре. Рентгенограммы сплава свидетельствуют о том, что основной фазой в КЗ состоянии является B2 аустенит (рис. 9). После ТЦ с максимальным числом циклов рентгенограмма свидетельствует

об изменении фазового состава, вместо пиков фазы B2 наблюдается дублетный пик фазы B19'. Наблюдается небольшое уширение всех пиков и снижение их интенсивности (рис. 9). Это можно объяснить структурными изменениями в сплаве – увеличением плотности дислокаций, накапливающихся в течение многократных циклов, и увеличением внутренних микроискажений.

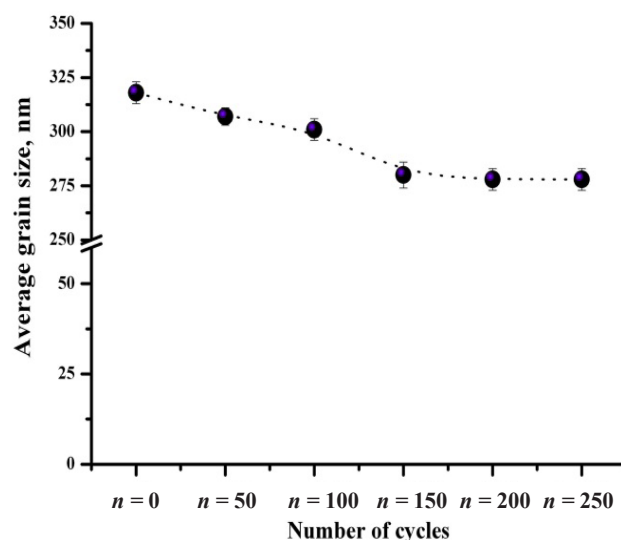


Рис. 8. Изменение среднего размера зерна при увеличении термоциклов в УМЗ состоянии

Fig. 8. Changes in the average grain size with an increase in thermal cycles in the UFG state

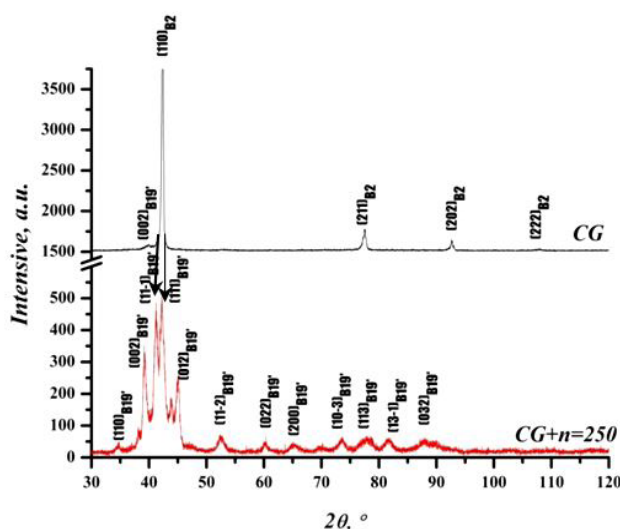


Рис. 9. Рентгенограммы сплава Ti-50,8 ат.% Ni в крупнозернистом состоянии до термоциклирования и после максимального количества циклов термоциклирования

Fig. 9. XRD patterns of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the coarse-grained state before thermal cycling and after maximum thermal cycling

Рентгенограмма сплава в УМЗ состоянии также соответствует фазе В2 аустенита (рис. 10). Причем пиков на рентгенограмме в этом состоянии больше, чем в крупнозернистом. После ТЦ наблюдается уширение основных пиков (рис. 10), что обусловлено искажениями кристаллической решетки и большими величинами микроискажений. Однако фазовый состав сплава не изменился. Наличие только фазы В2 на рентгенограмме в ультрамелкозернистом состоянии после максимального числа циклов можно объяснить тем, что в этом состоянии структура более однородна и обратное превращение протекает с образованием промежуточной R-фазы с меньшей энергией превращения. В случае крупнозернистого состояния структура более неоднородна, что сказывается на неоднородности мартенситного превращения, поэтому часть материала может содержать мартенситную фазу, наличие ко-

торой фиксируется рентгеноструктурным анализом.

На основании полученных рентгеноструктурных данных были рассчитаны следующие структурные параметры: области когерентного рассеяния (ОКР), параметр решетки (a), величина среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки ($\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$) и плотности дислокаций (ρ) [26]. Результаты представлены в табл. 1. Анализ структурных параметров показал, что в обоих состояниях наблюдается снижение значений ОКР, увеличение внутренних микроискажений и связанное с ними увеличение плотности дислокаций. Плотность дислокаций увеличилась больше в ультрамелкозернистом состоянии, чем в крупнозернистом, что позволяет предположить, что более высокая плотность границ зерен и меньший размер зерна вносят вклад в интенсивность накопления дефектов.

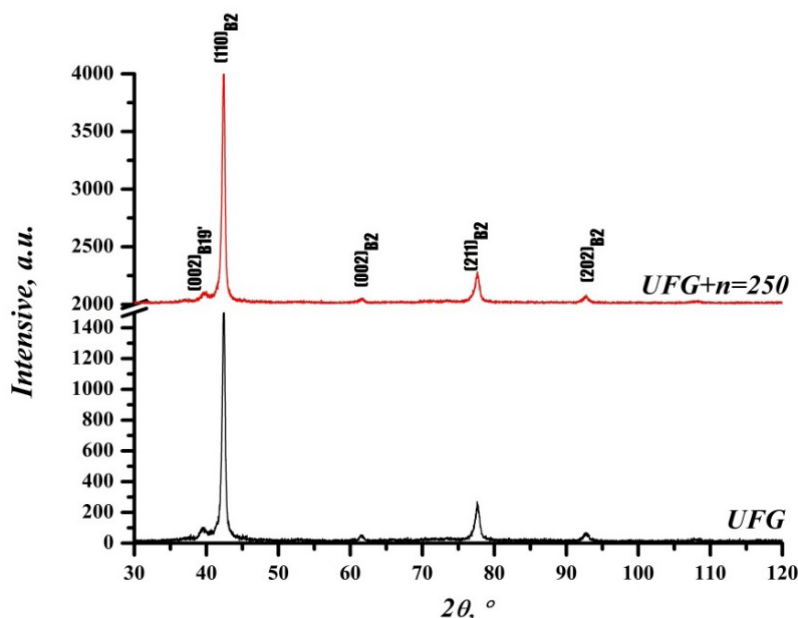


Рис. 10. Рентгенограммы сплава Ti-50,8 ат.% Ni в ультрамелкозернистом состоянии до термоциклирования и после максимального количества циклов термоциклирования

Fig. 10. XRD patterns of the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the ultrafine-grained state before thermal cycling and after maximum thermal cycling

Таблица 1. Структурные параметры сплава Ti-50,8 ат.% Ni**Table 1.** Structural parameters of the Ti-50.8 at.% Ni alloy

Состояние / State	Параметры структуры / Parameters of Structure			
	Параметр решетки / Parameter Lattice a, Å	ОКР / CSR, нм / nm	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} \times 10^{-4}$	$\rho \times 10^{15}, \text{m}^{-2}$
КЗ / CG	3,013±0,001	97±2	0,8±0,1	0,5±0,1
КЗ+ТЦ / CG+TC	2,895±0,001 (monoclinic)	37±2	2,2±0,1	1,6±0,1
Δ	0,118	60	1,4	1,1
УМЗ / UFG	3,011±0,003	35±3	2,7±0,1	5,3±0,15
УМЗ+ТЦ / UFG + TC	3,013±0,001	19±2	3,4±0,1	7,1±0,1
Δ	0,002	16	0,7	1,8

Δ = разница параметров между исходным состоянием сплава и состоянием после ТЦ

Δ = Parameter difference between the initial state of the alloy and the state after TC

Результаты данного исследования показали, что при многократных мартенситных превращениях в сплаве Ti-50,8 ат.% Ni образуются и накапливаются дислокации. Этот процесс интенсивно протекает в первые 100 циклов, после чего наблюдается эффект насыщения, что сопровождается тем, что практически не изменяется микроструктура сплава. Таким образом, полученные результаты позволяют констатировать, что в результате термоциклирования до 100–150 циклов наблюдается изменение структурных параметров, но последующее увеличение количества циклов, в целом, приводит к стабилизации сплава как в крупнозернистом, так и в ультрамелкозернистом состояниях.

Выводы

1. В результате термоциклирования в сплаве Ti-50,8 ат.% Ni происходит увеличение плотности дислокаций, возрастают внутренние напряжения в КЗ и УМЗ состояниях, незначительно уменьшаются размеры структурных составляющих, что связано с образованием дислокационных стенок и субграниц.

2. Сплав Ti-50,8 ат.% Ni в УМЗ состоянии более привлекателен для применений, т.к. проявляет большую стабильность при термоциклировании с большим числом циклов.

Благодарности / Acknowledgments

Исследования выполнены за счет средств гранта в области науки из бюджета Республики Башкортостан для государственной поддержки молодых ученых (НОЦ-ГМУ-2022, Соглашение № 1 от 12.12.2022).

The research was carried out at the expense of a grant in the field of science from the budget of the Republic of Bashkortostan for state support of young scientists (REC-GMU-2022, Agreement No. 1 dated 12.12.2022).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Khachin V. N., Pushin V. G., Kondratyev V. V. Titanium Nickelide: Structure and Properties. Moscow: Nauka, 1992. 161 p.
2. Brailovski V., Prokoshkin S., Terriault P., Trochu F. Shape Memory Alloys: Fundamentals, Modeling, Applications. Montréal, QC, Canada: Ecole de technologie supérieure (ETS), 2003. 851 p.
3. Otsuka K., Wayman C. M. Shape Memory Materials. Cambridge: Cambridge University Press, 1999. 284 p.
4. Gunther V. E., Dambaev G. C., Sysolyatin P. G., Ilyushenov V. N. Medical Materials and Implants with Shape Memory. Tomsk: TSU, 1998. 487 p.
5. Miyazaki S., Igo Y., Otsuka K. Effect of thermal cycling on the transformation temperatures of Ti-Ni alloys // Acta Metall. 1986. V. 34, Iss. 10. P. 2045–2051. DOI: 10.1016/0001-6160(86)90263-4.
6. Erofeev V., Ya E. V., La M., Yu P. Phase hardening during martensitic transformation of titanium nickelide // FMM. 1982. V. 53. P. 963–965.

7. Mironov Y. P., Erokhin P. G., Kul'kov S. N. Evolution of the crystal structure during phase hardening of titanium nickelide // *Univ. News Phys.* 1997. No. 2. P. 100–104.
8. Valiev R. Z., Alexandrov I. V. *Bulk Nanostructured Metallic Materials: Preparation, Structure and Properties.* Moscow: Akademkniga, 2007. 398 p.
9. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Prog. Mater. Sci.* 2000. V. 45, Iss. 2. P. 103–189. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00007-9.
10. Tatyani E. V., Kurdyumov V. G., Fedorov V. B. Obtaining an amorphous TiNi alloy during shear deformation under pressure // *FMM.* 1986. V. 62. P. 133–137.
11. Valiev R. Z., Gunderov D. V., Pushin V. G. Metastable nanostructured SPD TiNi alloys with unique properties // *J. Metastable Nanocryst. Mater.* 2005. V. 24. P. 7–12. DOI: 10.4028/www.scientific.net/JMNM.24-25.7.
12. Prokoshkin S. D., Khmelevskaya I. Y., Trubitsyna I. B., Dobatkin S. V., Tata'yanin E. V., Stolyarov V. V., Prokof'ev E. A. Structure evolution during intense plastic deformation of shape memory alloys based on TiNi // *FMM.* 2004. V. 97. P. 84–90.
13. Valiev R. Z., Gunderov D. V., Lukyanov A. V., Pushin V. G. Mechanical behavior of nanocrystalline TiNi alloy produced by SPD // *J. Mater. Sci.* 2012. V. 47. P. 7848–7853. DOI: 10.1007/s10853-012-6579-8.
14. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys // *Prog. Mater. Sci.* 2005. V. 50, Iss. 5. P. 511–678. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.
15. Wagner M. F.-X., Dey S. R., Gugel H., Frenzel J., Somsen C., Eggeler G. Effect of low-temperature precipitation on the transformation characteristics of Ni-rich NiTi shape memory alloys during thermal cycling // *Intermetallics.* 2010. V.18, Iss. 6. P. 1172–1179. DOI: 10.1016/j.intermet.2010.02.048.
16. Tang W., Sandström R. Analysis of the influence of cycling on TiNi shape memory alloy properties // *Mater. Des.* 1993. V. 14, Iss. 2. P. 103–113. DOI: 10.1016/0261-3069(93)90003-E.
17. Pelton A. R., Huang G. H., Moinec P., Sinclair R. Effects of thermal cycling on microstructure and properties in Nitinol // *Mater. Sci. Eng. A.* 2012. V. 532. P. 130–138. DOI: 10.1016/j.msea.2011.10.073.
18. Wayman C. M., Cornelis I., Shimizu K. Transformation behavior and the shape memory in thermally cycled TiNi // *Scr. Metall.* 1972. V. 6, Iss. 2. P. 115–122. DOI: 10.1016/0036-9748(72)90261-X.
19. Wasilewski R. J., Butler S. R., Hanlon J. E. On the martensitic transformation in TiNi // *Metal Sci.* 1967. V. 1. P. 104–110.
20. Jones N. G., Dye D. Martensite evolution in a NiTi shape memory alloy when thermal cycling under an applied load // *Intermetallics.* 2011. V. 19, Iss. 10. P. 1348–1358. DOI: 10.1016/j.intermet.2011.03.032.
21. McCormick P. G., Liu Y. Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi— II. Effect of transformation cycling // *Acta Metal. Mater.* 1994. V. 42, Iss. 7. P. 2407–2413.
22. Belyaev S., Resnina N., Sibirev A. Peculiarities of residual strain accumulation during thermal cycling of TiNi alloy // *J. Alloys Compd.* 2012. V. 542. P. 37–42. DOI: 10.1016/j.jallcom.2012.07.082.
23. Belyaev S., Resnina N., Zhuravlev R. Deformation of Ti-51.5at.% Ni alloy during thermal cycling under different thermal-mechanical conditions // *J. Alloys Compd.* 2013. V. 577. P. S232–S236. DOI: 10.1016/j.jallcom.2012.02.039.
24. Belyaev S., Resnina N. Stability of mechanical behavior and work performance in TiNi-based alloys during thermal cycling // *Inter. J. Mater. Res.* 2013. V. 104, No. 1. P. 11–17. DOI: 10.3139/146.110830.
25. Churakova A. A., Gunderov D. V., Dmitriev S. V. Microstructure transformation and physical and mechanical properties of ultrafine-grained and nanocrystalline TiNi alloys in multiple martensitic transformations B2-B19' // *Materialwissenschaft Werkstofftechnik.* 2018. V. 49, Iss. 6. P. 769–778. DOI: 10.1002/mawe.201700179.
26. Scardi P., Lutterotti L., Di Maggio R. Size-Strain and quantitative analysis by the Rietveld method // *Adv. X-Ray Anal.* 1991. V. 35A. P. 69–76. DOI: 10.1154/S0376030800008685.