

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФфуЗИЯ

УДК 536.424

СТРУКТУРА И МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ДЕФОРМИРОВАННЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Ni–Mn–Ga

© 2023 г. И. И. Мусабилов^а, *, Р. Ю. Гайфуллин^а, И. М. Сафаров^а, Р. М. Галеев^а,
Д. Д. Афоничев^а, К. К. Кирилук^б, В. В. Коледов^с, А. В. Маширов^с, Р. Р. Мулюков^а

^аИнститут проблем сверхпластичности металлов РАН,
ул. Ст. Халтурина, 39, Уфа, Башкортостан, 450001 Россия

^бУфимский университет науки и технологий, ул. Заки Валиди, 32, Уфа, Башкортостан, 450076 Россия

^сИнститут радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,
ул. Моховая, 11, корп. 7, Москва, 125009 Россия

*e-mail: irektusabirov@mail.ru

Поступила в редакцию 16.06.2023 г.

После доработки 31.07.2023 г.

Принята к публикации 14.08.2023 г.

Представлены результаты исследования влияния всесторонней изотермической ковки на микроструктуру и мартенситное превращение в сплаве Ni₅₈Mn₁₈Ga₂₄. Ковку выполняли в два этапа: 1 этап – ковка при 700°C (4 прохода, истинная степень деформации $e \approx 1.64$), 2 этап – ковка при 500°C (1 проход, $e \approx 0.24$). Деформация ковкой привела к трансформации исходной равноосной зеренной структуры. В результате 1 этапа обработки новых зерен не образуется. Только после 2 этапа деформации начинают наблюдаться новые рекристаллизованные зерна, доля которых весьма незначительна. По всей видимости, механизм фрагментации зеренной структуры на первом этапе не запускается из-за недостаточной плотности дефектов при деформации при 700°C. Анализ характеристических температур мартенситного превращения показывает, что в результате ковки эти температуры сдвигаются в область низких температур. Анализ анизотропии термического расширения деформированных образцов в области мартенситного превращения демонстрирует ангармоническое изменение длины образца. В целом это свидетельствует о низком уровне плотности дефектов и внутренних напряжений в образце.

Ключевые слова: сплав Гейслера, Ni–Mn–Ga, ковка, мартенситное превращение, микроструктура

DOI: 10.31857/S0015323023601046, **EDN:** HGPKPH

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы Гейслера на базе системы Ni–Mn проявляют такие важные с практической точки зрения эффекты, как магнитоуправляемая память формы [1–4], магнитокалорический эффект (МКЭ) [5–10], эластокалорический эффект [11–14] и др. В настоящее время ведутся интенсивные исследования многокомпонентных составов, демонстрирующих большие по сравнению с базовыми трехкомпонентными сплавами величины функциональных эффектов. Достигаемые в этих сплавах значения функциональных эффектов вполне достаточны для практического применения в соответствующих устройствах. Однако основным препятствием на пути разработки подобных устройств встают низкие эксплуатационные свойства сплавов Гейслера. Так, например, при многократных циклах мартенситного превращения образец может демонстрировать деградацию функциональных свойств и в конце концов разрушиться [15].

Высокие относительного литого состояния механические свойства демонстрируют образцы сплавов, полученные быстрой закалкой из расплава (БЗР ленты). Обычно толщина лент составляет менее 50 мкм. После рекристаллизационного отжига они имеют зерненую структуру на уровне мелкозернистой структуры и обладают высокой термостойкостью к многократным циклам мартенситного превращения [16, 17]. Они показывают такой же уровень МКЭ, как и литые сплавы [18–20]. Однако общеизвестно, что получить качественную ленту достаточно трудно. Трудоемкость заключается в получении ленты, однородной по элементному составу, равномерной толщины для серии образцов. Плюс толщина лент порядка 50 мкм вносит свои ограничения на использование данного материала в магнитокалорике, поскольку малая масса образца соответственно обеспечивает малое количество тепла при его передаче от рабочего тела к теплоносителю в холодильном устройстве. При использова-

нии в качестве актюатора малая толщина будет иметь ограничения по величине нагрузки на исполнительный элемент.

Известно, что улучшение механических свойств материала наиболее эффективно достигается за счет деформационно-термической обработки (ДТО). К сплавам Гейслера возможно применение интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [21–24]. Образцы в форме диска толщиной 0.3–1 мм после рекристаллизационного отжига демонстрируют функциональные свойства, близкие к литому состоянию. Однако отжиг позволяет получить размер зерен порядка 50 мкм и менее. Нетекстурированный поликристаллический образец с такой структурой не сможет продемонстрировать высокие магнитодеформационные свойства. Имеется ряд работ по экструзионной обработке, где показана возможность получения острой текстурированной структуры, которая потенциально может демонстрировать высокие магнитодеформационные характеристики [25–27]. Данные об улучшении механических свойств в работах не представлены.

В случае сплавов Гейслера необходимо учитывать тот факт, что обработка может существенно снизить величины функциональных эффектов за счет размерного фактора зеренной структуры, уровня плотности дефектов и внутренних напряжений. Поэтому структура сплава после ДТО должна отличаться не только повышенной прочностью, но и достаточной величиной функционального эффекта. Ранее авторами уже было показано существенное повышение циклической и усталостной прочности сплава системы Ni–Mn–Ga–Si, подвергнутого деформационно-термической обработке методом всесторонней изотермическойковки (ВИК) [28]. Преимуществом этого метода для сплавов Гейслера является формирование структуры типа “ожерелье”, которая состоит из исходных крупных зерен размером 100–200 мкм, окруженных прослойкой рекристаллизованных зерен размером около 10 мкм. Преимуществом полученной структуры типа “ожерелье” является то, что исходные крупные зерна будут нести функциональную нагрузку и демонстрировать высокие величины по сравнению с образцами с мелкозернистой структурой (БЗР, ИПДК), а прослойка мелкозернистой структуры будет выступать в качестве демпфера и стока напряжений, вызванных фазовым превращением.

В рамках данной работы исследовано влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и мартенситное превращение в сплаве системы Ni–Mn–Ga. Целью исследования является получение структуры типа “ожерелье” в сплаве системы Ni–Mn–Ga. Для сравнения со сплавом системы Ni–Mn–Ga–Si в работе приводятся некоторые экспериментальные данные работы [29].

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Сплав $\text{Ni}_{58}\text{Mn}_{18}\text{Ga}_{24}$ (сплав А) был выплавлен методом аргонно-дуговой плавки из элементов Ni, Mn и Ga высокой чистоты. При данном методе кристаллизация сплава происходит в медном водоохлаждаемом тигле, что способствует формированию крупных вытянутых кристаллов. Такая структура сплава отличается плохой деформируемостью и хрупкостью, т.е. мало пригодна для дальнейшей ДТО. Для получения более однородной микроструктуры сплав подвергали вакуумной индукционной переплавке в керамическом тигле. В результате удалось получить образцы сплава с однородной равноосной зеренной структурой. Полученные экспериментальные результаты сравнивали с результатами, полученными ранее на сплаве $\text{Ni}_{56}\text{Mn}_{19}\text{Ga}_{23}\text{Si}_2$ (сплав Б) [29]. Далее по умолчанию имеется в виду сплав А, если нет указания на сплав Б.

Анализ микроструктуры и элементного состава сплава выполняли на растровом электронном микроскопе Vega 3 SBH (Tescan) с приставкой для энерго-дисперсионного анализа X-Act (Oxford Instruments). Шлиф для исследований был подготовлен механической полировкой на абразивной бумаге различной зернистости и финишной электрополировкой в электролите 10% HCl – 90% $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$. Характеристические температуры мартенситного и магнитного фазовых превращений определяли с помощью дифференциально-сканирующей калориметрии на приборе DSC 8000 (PerkinElmer) со скоростью изменения температуры 10°C/мин.

Образец сплава перед ковкой имел форму цилиндра диаметром 15 и высотой 11.5 мм. Всестороннюю изотермическуюковку проводили на испытательной машине Schenck Trebel RMC 100 при двух температурных этапах. Образцы сплава на каждом проходе ВИК осаживали на 35–40% со скоростью деформирования 0.2 мм/мин. Первый этап ВИК при температуре 700°C предполагал получение структуры типа “ожерелье”, второй этап при более низкой температуре деформации 500°C должен был сформировать высокий уровень внутренних напряжений в структуре.

ВИК при температуре 700°C включала четыре осадки в последовательности направлений сжатия образца как $OX \rightarrow OY \rightarrow OZ \rightarrow OY$ [28], при этом истинная степень деформации составила $e \approx 1.64$. После этого этапа обработки образец имел форму параллелепипеда $8.5 \times 12 \times 15$ мм. Этот образец был разрезан пополам в плоскости YOX , и одну из частей образца деформировали далее при 500°C. На втором этапековки проводили одну осадку в направлении OX ($e \approx 0.24$). Суммарная истинная степень деформации за два этапа ВИК составила $e \approx 1.88$. Размеры образца после осадки при 500°C составили $9.8 \times 9.3 \times 7.0$ (мм).

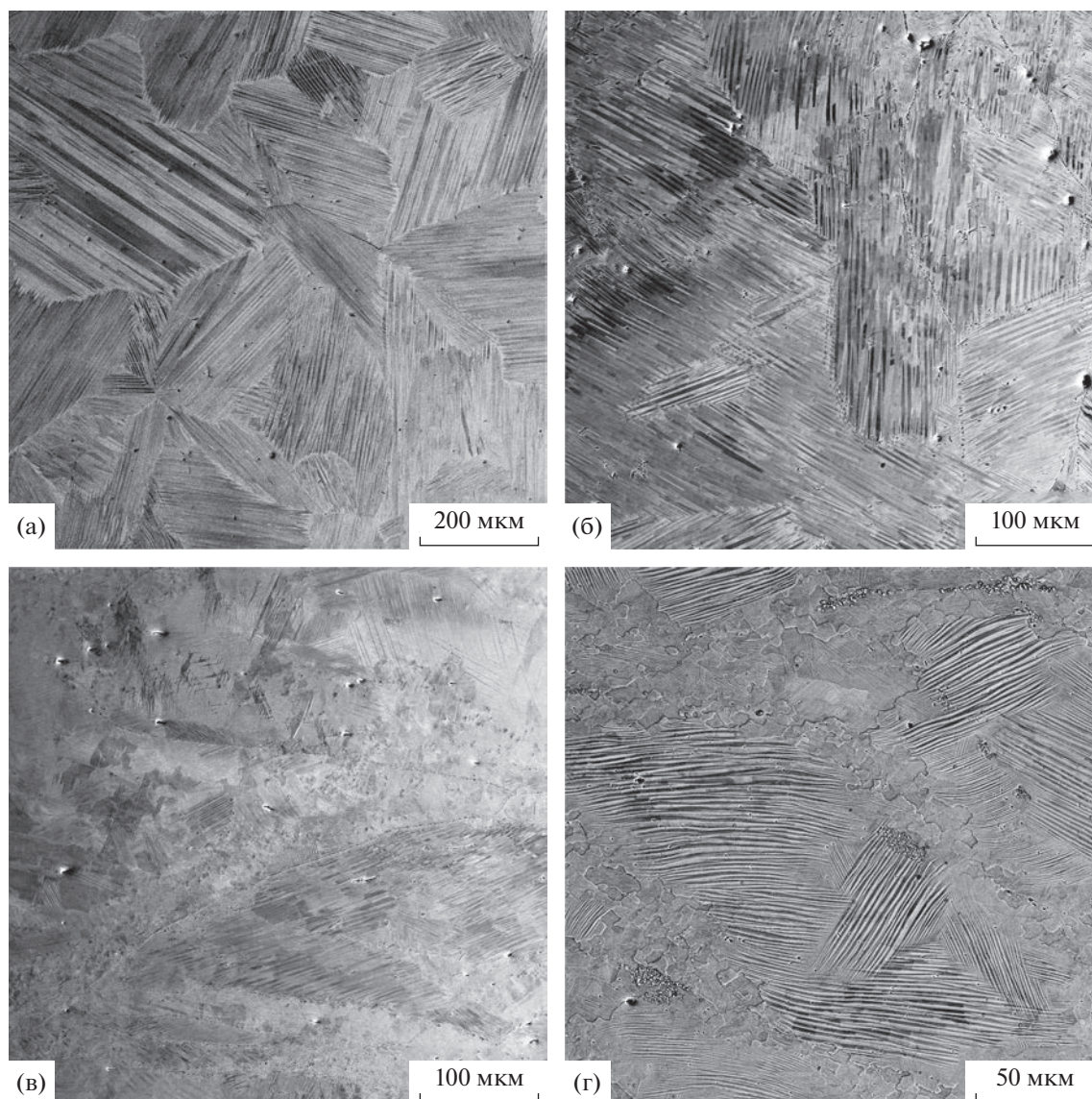


Рис. 1. Микроструктура сплавов: а — литое состояние (сплав А); б — после 4 проходов ВИК при 700°С (сплав А); в — после 4 проходов ВИК при 700°С и 1 прохода ВИК при 500°С (сплав А); г — после 7 проходов ВИК при 700°С (сплав Б) [29].

ДТО образцов сплава выполняли в воздушной среде, поэтому на поверхности образца наблюдался окисленный слой. Микроструктурный анализ поперечного сечения образца показал, что толщина окисленного поверхностного слоя сплава была ограничена несколькими микрометрами, т.е. существенного проникновения кислорода вглубь материала не происходило.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура сплава в литом и ковном состояниях

Изображение микроструктуры сплава в исходном литом состоянии представлено на рис. 1а, где отчетливо видна мартенситная структура. Шири-

на мартенситных двойников составляет порядка 10 мкм. По характеру взаимного наложения или примыкания областей различной ориентации мартенсита можно качественно оценить размер зерен в 200–300 мкм.

Как упоминали выше, дополнительная вакуумная индукционная переплавка в керамическом тигле позволяет получить равноосную зеренную структуру, что благоприятно сказывается на дальнейшей деформационно-термической обработке сплава. Можно отметить, что в теле зерен с достаточно правильной округлой формой существует несколько групп мартенситных полос разной ориентации, что характерно для исходной бездефектной структуры [28–31].

В результате 4 проходов ВИК при 700°C была сформирована структура, по характеру близкая к литому состоянию (рис. 1б). Съемка выполнена в плоскости YOX -образца. Структура представлена крупными исходными зернами с мартенситными колониями внутри. Можно заметить, что в рамках одной группы колоний мартенсита незначительно искажается параллельность пластин, что обусловлено повышением плотности дислокаций и частичной фрагментацией мартенситных двойников при деформации. Это может свидетельствовать о некотором росте уровня дефектов в образце по сравнению с литым состоянием. В ходе данного этапа деформации происходит только пластическая деформация зерен, без образования субструктуры или новых рекристаллизованных зерен.

На втором этапе обработки после 5 прохода при 500°C характер структуры начинает меняться. На границах крупных зерен начинают появляться области с рекристаллизованной мелкозернистой структурой (рис. 1в). Однако данные области не наблюдаются по всему объему образца. В теле крупных зерен характер мартенсита тоже меняется. Как и в предыдущем состоянии, параллельность пластин мартенсита в колониях все больше нарушается. Это говорит о еще большем повышении уровня дефектов в образце.

Таким образом, ковка исследуемого сплава при 700 (4 прохода) и 500°C (1 проход) с итоговой истинной степенью деформации $\epsilon \approx 1.88$ не привела к формированию структуры типа “ожерелье”. Для сравнения на рис. 1г дано изображение микроструктуры близкого по составу кованого сплава $Ni_{56}Mn_{19}Ga_{23}Si_2$ (сплав Б), легированного кремнием. Для этого сплава ковка была выполнена при 700°C (7 проходов) с истинной степенью деформации $\epsilon \approx 3.19$. Как видно, полученная структура характеризуется четко выраженной структурой “ожерелье”. Очевидно, что дополнительное легирование кремнием сплава $Ni-Mn-Ga$ приводит к более интенсивному протеканию процессов рекристаллизации в приграничных областях и облегчает получение структуры типа “ожерелье” по всему объему заготовки. Вероятно, что сегрегация атомов кремния на границах зерен приводит к более эффективному торможению дислокаций и позволяет достигать необходимой плотности дефектов на более ранних стадияхковки, чем в сплаве без кремния. Образование повышенной плотности дислокаций вблизи границ зерен запускает процесс зарождения и роста зерен в этих областях, что приводит к формированию зерно-граничных прослоек рекристаллизованной мелкозернистой структуры. В случае сплава без кремния достаточный для начала динамической рекристаллизации уровень плотности дефектов

вблизи границ зерен не удалось достичь при исследованных параметрах ДТО соответственно, не удалось получить требуемую структуру типа “ожерелье”. Для окончательного установления эффекта влияния кремния на процесс формирования структуры типа “ожерелье” предполагается проведениековки с большим количеством проходов с целью увеличения суммарной степени деформации при температуре 500°C и ниже.

Мартенситное превращение

Характер влиянияковки на характеристические температуры мартенситного превращения был исследован с помощью дифференциально-сканирующей калориметрии как наиболее чувствительного инструмента. На рис. 2 представлены данные калориметрии для сплава в литом и в деформированном состоянии после 1 и 2 этаповковки. Видно, что для всех трех состояний характер кривых одинаков. Слабый пик в области комнатных температур соответствует точке Кюри. Для всех структурных состояний $T_C = 48^\circ C$. Большие экзотермический и эндотермический пики соответствуют прямому и обратному мартенситному превращению. Характеристические точки фазового превращения имеют следующие значения: $M_S = 328^\circ C$, $M_F = 252^\circ C$, $A_S = 290^\circ C$, $A_F = 364^\circ C$. Гистерезис фазового превращения ($A_S - M_F$) составляет $40^\circ C$. В результате первого этапаковки (700°C, 4 прохода) точки превращения сместились влево и имеют следующие значения: $M_S = 312^\circ C$, $M_F = 244^\circ C$, $A_S = 260^\circ C$, $A_F = 352^\circ C$. После второго этапаковки (500°C, 1 проход) характеристические температуры имеют значения: $M_S = 304^\circ C$, $M_F = 236^\circ C$, $A_S = 248^\circ C$, $A_F = 348^\circ C$. Ранее было показано, что ковка сплавов системы $Ni-Mn-Ga-Si$ приводит к смещению характеристических точек мартенситного превращения в область более низких температур на величину порядка $10^\circ C$ [28, 29, 31]. В случае исследуемого сплава порядок величины смещения такой же. Смещение свидетельствует о том, что плотность дефектов все же выше, чем в литом состоянии сплава. Однако этого недостаточно для запуска процесса динамической рекристаллизации новых зерен в деформируемой структуре. Для точного ответа необходимо выполнить дополнительные исследования уровня внутренних напряжений литых и деформированных сплавов систем $Ni-Mn-Ga-Si$ и $Ni-Mn-Ga$ методом рентгено-структурного анализа.

Термическое расширение сплавов

Кривые температурной зависимости термического расширения исследуемого сплава представ-

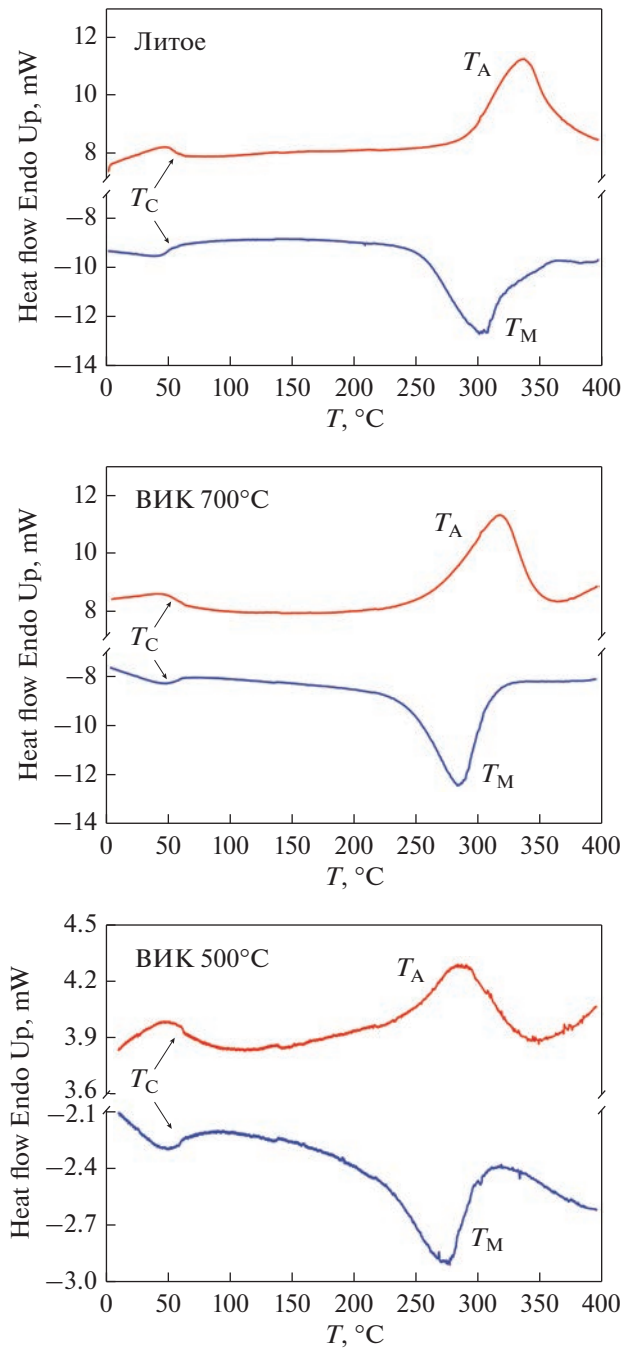


Рис. 2. Кривые дифференциально-сканирующей калориметрии сплава $\text{Ni}_{58}\text{Mn}_{18}\text{Ga}_{24}$ (сплав А) в литом и ковном состояниях.

лены для образцов, вырезанных в направлениях OX (рис. 3а). Для состояния после ВИК при 500°C это направление последней осадки образца. Как видно, в обоих случаях во всем интервале нагрева наблюдается только ангармоническое удлинение образца. Это должно свидетельствовать о формировании структуры в процессе мартенситного превращения с полностью изотропной ориентацией

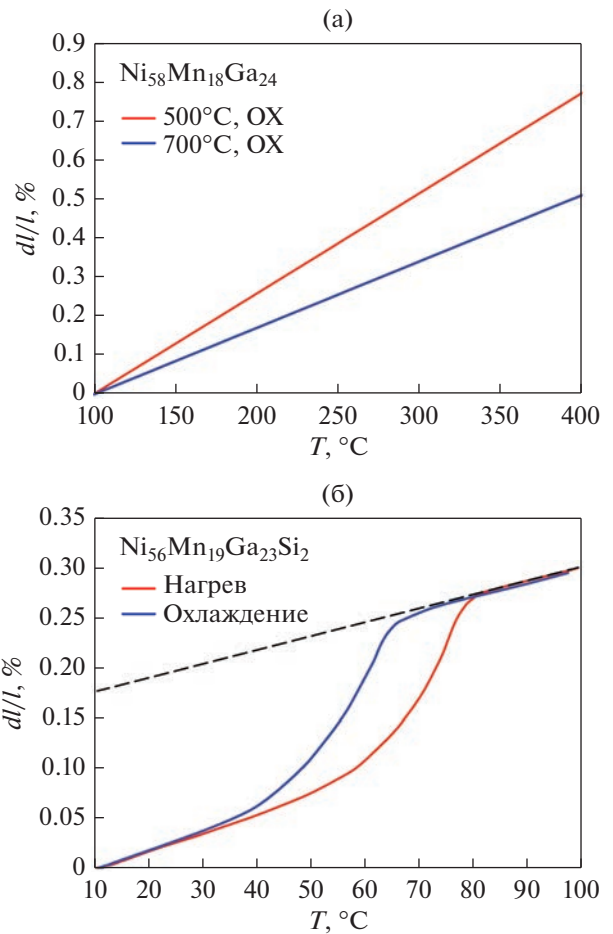


Рис. 3. Кривые термического расширения для кованных образцов: а – сплав $\text{Ni}_{58}\text{Mn}_{18}\text{Ga}_{24}$ (сплав А); б – сплав $\text{Ni}_{56}\text{Mn}_{19}\text{Ga}_{23}\text{Si}_2$ (сплав Б) вдоль направления последней осадки. Измерения выполнены в области мартенситного превращения для сплава А при нагреве образцов, для сплава Б при нагреве и охлаждении.

мартенситных двойников. Как показано нами ранее, именно формирование преимущественной ориентации мартенсита в образце приводит к скачкообразному изменению длины образца в процессе мартенситного превращения [32]. В свою очередь, текстура мартенсита может быть обусловлена наличием в образце поля высоких внутренних напряжений от группировки дислокаций с одинаковой преимущественной ориентацией, которые могут служить центрами зарождения кристаллов мартенсита и их роста в каком-то преимущественном направлении. Было показано, что при исследовании термического расширения в зависимости от направления последней осадки при ковке и направления измерения, образец сплава скачкообразно либо сокращается, либо удлиняется в процессе прямого мартенситного превращения. Для сравнения на рис. 3б представлены данные для деформированного сплава, ле-

гированного кремнием (сплав Б). Образец был вырезан длинной стороной вдоль направления последней осадки. Как видно, в процессе прямого мартенситного превращения наблюдается скачкообразное сокращения длины образца, которое обратимо при обратном мартенситном превращении. Наложение касательной к кривой в области аустенитной фазы показывает вклад мартенситного превращения в скачкообразное изменение длины, которое составляет 0.17%.

Как обсуждали выше, в сплаве Б наличие кремния привело к накоплению более высокой плотности дефектов, и, соответственно, высокого уровня внутренних напряжений, в деформированном состоянии, что подтверждается формированием структуры типа “ожерелье” в результате динамической рекристаллизации, локализованной по границам зерен.

Коэффициент линейного термического расширения (КЛТР) для исследуемого сплава А для образца в состоянии после двух этаповковки (направление измерения OX) больше, чем у образца в состоянии после первого этапаковки (направление измерения OX). Качественное сравнение наклона всех кривых рис. 3 показывает, что КЛТР образцов сплава А (500°C, OX) и сплава Б (700°C, вдоль последней осадки) близки по значению. Все это также свидетельствует о высоком уровне плотности дефектов в образце в данных состояниях.

Как известно, в рамках ангармонического приближения в зависимости от межатомного расстояния меняется их потенциальная энергия взаимодействия. В деформированном образце решетка находится в сжатом состоянии и присутствуют большие растягивающие внутренние напряжения. Таким образом, увеличение потенциала взаимодействия приводит к росту КЛТР.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Легирование сплавов системы Ni–Mn–Ga кремнием оказывает существенное влияние на процесс формирования структуры в результате обработки методом всесторонней изотермическойковки. В сплаве $Ni_{56}Mn_{19}Ga_{23}Si_2$ в результатековки при 700°C ($e \approx 3.19$) формируется структура “ожерелье”. В случае сплава $Ni_{58}Mn_{18}Ga_{24}$ ковка при этой же температуре ($e \approx 1.64$) не позволяет получить аналогичную структуру. Только снижение температуры деформации до 500°C ($e \approx 0.24$) на последнем этапе деформации способствует появлению на границе исходного зерна новых рекристаллизованных зерен. Однако их доля незначительна. По всей видимости, в случае сплавов с кремнием в процессе деформации при данной температуре происходит эффективное торможение

дислокаций на границе зерна и достижение плотности дефектов, необходимой для запуска механизма динамической рекристаллизации. В случае сплава без кремния для достижения данного уровня плотности дефектов необходимо значительное понижение температуры деформации, в данном случае до 500°C. Однако сравнительно небольшая по величине степень деформации при этой температуре ВИК не позволила развиваться процессу динамической рекристаллизации в полной мере. Недостаточный уровень плотности дефектов подтверждается отсутствием анизотропии термического расширения в области мартенситного превращения. Для окончательного установления эффекта влияния кремния на процесс формирования структуры типа “ожерелье” предполагается проведениековки с большим количеством проходов с целью увеличения суммарной степени деформации при температуре 500°C и ниже.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН. Исследования выполнены на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием Института проблем сверхпластичности металлов РАН “Структурные и физико-механические исследования материалов”.

Нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kamantsev A., Mashirov A., Dilmieva E., Zakharov D., Zhikharev A., Koledov V., Shavrov V., Irzhak F., Shelyakov A., Albertiti F. New Approaches to Manipulation of Microbiological Objects // Phys. Procedia. 2016. V. 82. P. 15–20.
2. 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 $Ni_{49.5}Mn_{28}Ga_{22.5}$ polycrystalline alloy // J. Alloys Compd. 2019. V. 792. P. 399–404.
3. Mendonca A.A., Jurado J.F., Stuard S.J., Silva L.E.L., Eslava G.G., Cohen L.F., Ghivelder L., Gomes A.M. Giant magnetic-field-induced strain in Ni_2MnGa -based polycrystal // J. Alloys Compd. 2018. V. 738. P. 509–514.
4. Gaitzsch U., Potschke M., Roth S., Rellinghaus B., Schultz L. A 1% magnetostrain in polycrystalline 5M Ni–Mn–Ga // Acta Mater. 2009. V. 57. I. 2. P. 365–370.
5. Родионов И.Д., Кошкидько Ю.С., Цвик Я., Кюитц А., Пандей С., Арял А., Дубенко И.С., Стадлер Ш., Али Н., Титов И.С., Блинов М., Прудникова М.В., Прудников В.Н., Ладеранта Э., Грановский А.Б. Магнитокалорический эффект в сплаве Гейслера $Ni_{50}Mn_{35}In_{15}$ в слабых и сильных полях // Письма в ЖЭТФ. 2015. Т. 101. № 6. С. 419–423.
6. Алиев А.М., Батдалов А.Б., Ханов Л.Н., Маширов А.В., Дильмиева Э.Т., Коledov В.В., Шавров В.Г. Дегградация магнитоткалорического эффекта в $Ni_{49.3}Mn_{40.4}In_{10.3}$ в циклических магнитных полях // ФТТ. 2020. Т. 62. № 5. С. 748–751.

7. Yang J., Li Z., Yang B., Yan H., Cong D., Zhao X., Zuo L. Effects of Co and Si co-doping on magnetostructural transformation and magnetocaloric effect in Ni–Mn–Sn based alloys // *J. Alloys Compd.* 2022. V. 892. P. 162190.
8. Соколовский В.В., Мирошкина О.Н., Бучельников В.Д., Марченков В.В. Магнитокалорический эффект в металлах и сплавах // *ФММ.* 2022. Т. 123. № 4. С. 339–343.
9. Соколовский В.В., Мирошкина О.Н., Бучельников В.Д. Обзор современных теоретических методов исследования магнитокалорических материалов // *ФММ.* 2022. Т. 123. № 4. С. 344–402.
10. Wei L., Zhang X., Gan W., Ding C., Liu C., Geng L., Yan Y. Large rotating magnetocaloric effects in polycrystalline Ni–Mn–Ga alloys // *J. Alloys and Compd.* 2021. V. 874. I. 5. P. 159755.
11. Chen J., Lei L., Fang G. Elastocaloric cooling of shape memory alloys: A review // *Mater. Today Commun.* 2021. V. 28. P. 102706.
12. Feng Y., Gao J., Zhou M., Wang H. Giant elastocaloric effect induced by lower stress in Ni–Mn–In–Fe ferromagnetic shape memory alloys // *J. Magn. Magn. Mater.* 2022. V. 563. P. 169906.
13. Gui W., Qu Y., Cao Y., Zhao Y., Liu C., Zhou Q., Chen J., Liu Y. The effect of Tb substitution for Ni on microstructure, martensitic transformation and cyclic stability of elastocaloric effect in Ni–Mn–Sn magnetic shape memory alloys // *J. Mater. Research Technol.* 2022. V. 19. P. 4998–5007.
14. Zhu Y., Xuan H., Su J., Chen F., Zhang K., Han P., Qiao J. Large elastocaloric effect in as-cast Ni–Mn–Sn–Fe ferromagnetic shape memory alloys // *Phys. Lett. A.* 2022. V. 451. I. 5. P. 128374.
15. Everhart W., Newkirk J. Mechanical properties of Heusler alloys // *Heliyon.* 2019. V. 5. I. 5. P. e01578.
16. Пушин В.Г., Марченкова Е.Б., Королев А.В., Коуров Н.И., Белослудцева Е.С., Пушин А.В., Уксусников А.Н. Магнитоуправляемые термоупругие мартенситные превращения и свойства мелкозернистого сплава $\text{Ni}_{54}\text{Mn}_{21}\text{Ga}_{25}$ // *ФТТ.* 2017. Т. 59. № 7. С. 1297–1306.
17. Марченкова Е.Б., Пушин В.Г., Казанцев В.А., Королев А.В., Коуров Н.И., Пушин А.В. Особенности термоупругих мартенситных превращений и свойства ультрамелкозернистых сплавов $\text{Ni}_{54}\text{Mn}_{20}\text{Fe}_1\text{Ga}_{25}$, полученных закалкой из расплава // *ФММ.* 2018. Т. 119. № 10. С. 992–1001.
18. Dey S., Roy R.K., Mallick A.B., Mitra A., Panda A.K. Influence of rapid solidification on magnetostructural and magnetocaloric effect in $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{23}$ alloy // *Materials Today Commun.* 2018. V. 17. P. 140–143.
19. Yang J., Li Z., Yang B., Yan H., Cong D., Zhao X., Zuo L. Strain manipulation of magnetocaloric effect in a $\text{Ni}_{39.5}\text{Co}_{8.5}\text{Mn}_{42}\text{Sn}_{10}$ melt-spun ribbon // *Scripta Mater.* 2023. V. 224. P. 115141.
20. Zhang Y., Ouyang J., Wang X., Tian Y., Ren Z. Magneto-structural transformations and magnetocaloric effect in the Heusler type $\text{Ni}_{48}\text{Cu}_2\text{Mn}_{36}\text{Sn}_{14-x}\text{Ti}_x$ melt-spun ribbons // *Mater. Chem. Phys.* 2022. V. 290. P. 126527.
21. Pushin V., Korolyov A., Kuranova N., Marchenkova E., Ustyugov Y. New Metastable Baro- and Deformation-Induced Phases in Ferromagnetic Shape Memory Ni_2MnGa -Based Alloys // *Materials.* 2022. V. 15. I. 6. P. 2277.
22. Калетина Ю.В., Грешинова Е.Д., Калетин А.Ю. Эволюция структуры и свойств сплава $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$ после пластической деформации // *ФТТ.* 2019. Т. 61. № 11. С. 2204–2209.
23. Chulist R., Böhm A., Rybacki E., Lippmann T., Oertel C.G., Skrotzki W. Texture Evolution of HPT-Processed $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{29}\text{Ga}_{21}$ // *Mater. Sci. Forum.* 2011. V. 702–703. P. 169–172.
24. Chulist R., Skrotzki W., Oertel C.-G., Böhm A., Lippmann T., Rybacki E. Microstructure and texture in $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{29}\text{Ga}_{21}$ deformed by high-pressure torsion // *Scripta Mater.* 2010. V. 62. I. 9. P. 650–653.
25. Chulist R., Skrotzki W., Oertel C.-G., Böhm A., Brokmeier H.-G., Lippmann T. Cyclic fibre texture in hot extruded $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{29}\text{Ga}_{21}$ // *Intern. J. Mater. Research.* 2012. V. 103. I. 5. P. 575–579.
26. 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 Mater.* 2019. V. 168. P. 28–32.
27. Wei L., Zhang X., Qian M., Cui X., Geng L., Sun J., Panina L.V., Peng H. Introducing equiaxed grains and texture into Ni–Mn–Ga alloys by hot extrusion for superplasticity // *Mater. & Design.* 2016. V. 112. P. 339–344.
28. Musabirov I.I., Safarov I.M., Galeev D.D., Afonichev R.M., Gaifullin R.Y., Kalashnikov V.S., Dilmieva E.T., Koledov V.V., Taskaev S.V., Mulyukov R.R. Influence of multi-axial isothermal forging on the stability of martensitic transformation in a Heusler Ni–Mn–Ga alloy // *Trans. Indian. Inst. Met.* 2021. V. 74. P. 2481–2489.
29. Гайфуллин Р.Ю., Гаджиев А.Б., Алиев А.М., Таскаев С.В., Мусабиров И.И. Магнитокалорический эффект в сплаве $\text{Ni}_{2.25}\text{Mn}_{0.75}\text{Ga}_{0.93}\text{Si}_{0.07}$ // *Радиотехника и электроника.* 2023. Т. 68. № 4. С. 346–352.
30. Musabirov I.I., Galeev R.M., Safarov I.M. Thermal expansion anisotropy formed by extrusion for $\text{Ni}_{2.26}\text{Mn}_{0.80}\text{Ga}_{0.89}\text{Si}_{0.05}$ alloy // *J. Magn. Magn. Mater.* 2020. V. 514. P. 167160.
31. Мусабиров И.И., Сафаров И.М., Галеев Р.М., Афоницев Д.Д., Гайфуллин Р.Ю., Коледов В.В., Таскаев С.В., Мулюков Р.Р. Влияние деформации изотермической ковкой на мартенситное превращение в сплаве Гейслера системы Ni–Mn–Ga // *Челябинский физико-математический журн.* 2020. Т. 5. № 4–2. С. 601–611.
32. Мусабиров И.И., Мулюков Х.Я., Коледов В.В., Шафров В.Г. Термическое расширение сплава $\text{Ni}_{2.08}\text{Mn}_{0.96}\text{Ga}_{0.96}$ // *Журн. технич. физики.* 2011. Т. 81. № 3. С. 108–111.

Influence of Si on the Structure and Martensitic Transformation in Deformed Ni–Mn–Ga Alloys

I. I. Musabirov^{1,*}, R. Yu. Gaifullin¹, I. M. Safarov¹, R. M. Galeev¹, D. D. Afonichev¹, K. K. Kirilyuk², V. V. Koledov³, A. V. Mashirov³, and R. R. Mulyukov¹

¹ *Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences (IMSP RAS), Ufa, Republic of Bashkortostan, 450001 Russia*

² *Ufa University of Science and Technology, Ufa, Republic of Bashkortostan, 450076 Russia*

³ *Kotelnikov Institute of Radio engineering and Electronics of the Russian Academy of Sciences (IRE RAS), Moscow, 125009 Russia*

*e-mail: irekmusabirov@mail.ru

Abstract—The studying the effect of multiaxial isothermal forging on the microstructure and martensitic transformation in the Ni₅₈Mn₁₈Ga₂₄ alloy is presented. Forging was carried out in two stages: stage 1 — forging at 700°C (4 passes, true degree of deformation $e \approx 1.64$), stage 2 — forging at 500°C (1 pass, $e \approx 0.24$). Forging led to the transformation of the original equiaxed grain structure. As a result of the 1st stage of processing, no new grains are formed. The new recrystallized grains are observed only after the 2nd stage of deformation, the proportion of which is very small. Apparently, the mechanism of fragmentation of the grain structure at the first stage is not triggered due to insufficient defect density at a deformation of 700°C. The characteristic temperatures of martensitic transformation are shifted to the low temperature region. The anharmonic change in the sample length is observed in the region of martensitic transformation for the both treated states. In general, this indicates a low level of defect density and internal stresses in the sample.

Keywords: Heusler alloy, Ni–Mn–Ga, forging, martensitic transformation, microstructure