УДК 669.174:620.187.3:539.27:539.261

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ ФАЗЫ В2 В ПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПОСЛЕ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ^{*}

Мейснер Л.Л.^{1, 2}, д.ф.-м.н., профессор, главный научный сотрудник (llm@ispms.tsc.ru) Нейман А.А.¹, к.т.н., младший научный сотрудник Лотков А.И.¹, д.ф.-м.н., профессор, зам. директора по научной работе Семин В.О.², магистрант Остапенко М.Г.^{1,3}, к.ф.-м.н., младший научный сотрудник

> ¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (6340216, Россия, Томск, пр-т Академический, 2/4)
> ² Национальный исследовательский Томский государственный университет (634036, Россия, Томск, пр. Ленина, 36)
> ³ Национальный исследовательский Томский политехнический университет (634036, Россия, Томск, пр. Ленина, 30)

Аннотация. Методами рентгеноструктурного анализа, оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследовано структурно-фазовое состояние поверхностных слоев никелида титана, подвергнутого воздействию низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками. Обнаружено, что в процессе обработки в перекристаллизованном слое толщиной 8 – 10 мкм формируется неравновесное однофазное структурное состояние, которое характеризуется искаженной структурой на основе фазы B2, текстурированной в направлении, близком к <410>. Нижележащий слой, расположенный на глубине от 10 до 20 мкм, кроме фазы B2 с незначительными искажениями кристаллической решетки содержит небольшую (до 5 % (по объему)) объемную долю фазы со структурой мартенсита B19′. В результате электронно-пучковой обработки происходит изменение химического состава модифицированного слоя в сторону обогащения титаном из-за расплавления частиц фазы Ti₂Ni. При этом интервалы мартенситных превращений смещаются в область более высоких температур; таким образом, уже при комнатной температуре можно было ожидать, что основным в этом слое будет мартенситное структурное состояние. Исследования с использованием просвечивающей электронной микроскопии показали, что мартенситной фазы в модифицированном слое не наблюдается. Высказывается предположение, объясняющее сложившееся в результате импульсного электронно-пучкового воздействия на поверхность никелида титана структурно-фазовое состояние.

Ключевые слова: никелид титана, импульсные низкоэнергетические сильноточные электронные пучки, кристаллическая структура, микродеформация.

Воздействия на поверхность металла или сплава низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП) приводят к изменениям химического, фазового составов, зеренной структуры и дефектной субструктуры как в тонких приповерхностных областях материалов, расположенных в зонах прямого воздействия, так и в их более глубоких слоях [1 – 5]. При этом отмечается улучшение механических свойств модифицированной поверхности [4 – 7].

В настоящее время пристальное внимание уделяется состоянию поверхности сплавов на основе никелида титана и способам модификации их поверхностных слоев, что связано с использованием этих сплавов как материалов для медицины [8]. Поверхностная обработка никелида титана с использованием НСЭП, наряду с изменением механических свойств модифицированного слоя, приводит к повышению биосовместимости изготовленных из них медицинских имплантатов [9 – 11]. Однако сформированная в результате электронно-пучкового воздействия сложная структура поверхностного слоя в этих сплавах остается недостаточно исследованной.

Цель настоящей работы – изучение неравновесного структурного состояния, сформированного в приповерхностных слоях сплава на основе никелида титана в результате электронно-пучковых воздействий в режимах импульсного плавления поверхностного слоя.

Сплав состава Ti_{49,5}Ni_{50,5} для исследования выплавлен методом электродугового шестикратного переплава из иодидного титана и никеля марки H0. Слиток гомогенизирован при температуре 1073 К в течение 3 ч и охлажден с печью. Температуры начала и конца прямого и обратного мартенситных превращений (МП) данного сплава составляют: $M_{\rm H} = 290$ К, $M_{\rm g} = 270$ К, $A_{\rm H} = 303$ К, $A_{\rm g} = 330$ К. Образцы в виде дисков толщиной 1 мм и диам. 13 мм вырезали из экструдированного слитка методом электроэрозионной резки перпендикулярно оси прутка, а затем отжигали при 1073 К в вакууме при давлении $P = 10^{-3}$ Па в течение 1 ч и охлаждали с печью.

Все образцы подвергали нескольким стадиям поверхностной обработки: *1* – химическому травлению в растворе кислот (3 части HNO₃ + 1 часть HF); *2* – механической шлифовке на шлифовальном станке Saphir 550 (ATM GMBH, Германия) до «зеркального блеска»; *3* – электролитической полировке в охлажденном до

^{*} Работа выполнена по проекту СО РАН № III.20.2.1.

273 К растворе кислот (3 части CH₃COOH + 1 часть HClO₄). Образцы с такой подготовкой поверхности далее называются исходными.

Поверхностную обработку образцов проводили на установке с сильноточным низкоэнергетическим электронным пучком «SOLO» (ИСЭ СО РАН, Томск) с плотностью энергии в пучке $E = 10 \text{ Дж/см}^2$; количество импульсов N = 10, длительность импульса $\tau = 50$ мкс, частота следования импульсов v = 0,3 Гц, давление рабочего газа (аргона) в камере при облучении $P_{\rm Ar} = 3,5 \cdot 10^{-2}$ Па.

Элементный анализ проводили на растровом электронном микроскопе EVO 50 (Zeiss, Германия, ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН) с применением волнодисперсионного спектрометра Oxford Instruments Wave 500.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия, ЦКП «Нанотех») в Со-*K*_а-излучении. Параметр решетки фазы В2 определяли прецизионным методом.

Оптическую металлографию (ОМ) проводили на микроскопе «Axiovert 200MAT» (Zeiss, Германия), просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) – на микроскопе JEM 2100 (JEOL, Япония) (ЦКП «Нанотех») при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Процедура приготовления фольг поперечного сечения из образцов с поверхностью, облученной электронным пучком, для просвечивающей электронной микроскопии схематически показана на рис. 1. Из массивного образца вырезали образец *1*, который механической шлифовкой уменьшали до размеров $1,0\times2,5\times0,1$ мм (π_{\perp} – облучаемая поверхность). После нанесения слоя эпоксидной смолы, который служил маркером уровня поверхности, образец закрепляли в установке ионного травления для образования вдоль ее кромки тонкого слоя для анализа в просвечивающем электронном микроскопе; это позволяет исследовать структуру материала на строго определенном удалении от поверхности.



Рис. 1. Схема приготовления образца для ПЭМ с помощью установки ионного травления:

 1 – образец после вырезки из массивного образца и механической шлифовки;
2 – образец после нанесения слоя эпоксидной смолы и утонения в установке до образования канавки;
3 – канавка Для расшифровки картин микродифракции электронов образцов никелида титана до и после их электронно-пучковой обработки была разработана в среде Mathcad специальная программа; при ее использовании учитывали данные о структуре всех фаз, характерных для системы Ti-Ni. Следует отметить, что разработанная программа позволяет не только определять индексы кристаллографических плоскостей отдельных фаз, но и рассчитывать значения параметров решеток конкретных фаз с заданной точностью.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа объемная доля фазы Ті₂Ni (фаза с ГЦК структурой) в исходном образце составляет менее 14 % (по объему), остальной (≥86 %) объем сплава составляет высокотемпературная фаза В2 (фаза с ОЦК структурой, упорядоченной по типу CsCl и близким к эквиатомному составом); по данным РСА параметр решетки исходной фазы B2 $a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}} = 3,0139 \pm 0,0008$ Å. В соответствии с данными волнодисперсионной спектрометрии соотношение компонентов (титана и никеля) в этой фазе соответствует составу Ті495Ni505. В фазе В2 данного состава реализуется схема мартенситного превращения В2 → В19′. Температуры начала прямых мартенситных превращений в данном сплаве находятся вблизи комнатной температуры, однако при температуре съемок рентгенограмм (T = 293 K) фаза B19' (мартенситная фаза с моноклинной структурой) в исходном образце никелида титана не наблюдалась.

С использованием оптической микроскопии были проведены исследования структуры исходного образца на поверхностях поперечного (π_{\perp}) и продольного (π_{\parallel}) шлифов (рис. 1). В плоскости π_{\perp} частицы фазы Ti₂Ni равномерно распределены по поверхности образца. В перпендикулярной ей плоскости π_{\parallel} (параллельной оси прутка) наблюдаются «потоки» преимущественно вытянутых частиц, расположенных вдоль границ зерен основной фазы.

После облучения образца электронным пучком, согласно данным РСА, объемная доля фазы B2 составляет 95 % или менее 95 % (параметр решетки фазы B2 $a_{B2}^{TiNi_oбn} = 3,0283 \pm 0,0013$ Å); объемная доля фазы B19' составляет 5 % или более. Фаза Ti₂Ni методом РСА не обнаружена.

Согласно данным ОМ и ПЭМ в исходном образце частицы фазы Ti_2Ni наблюдаются как в объеме материала, так и на самой поверхности (рис. 2). После электронно-пучкового воздействия частицы Ti_2Ni обнаруживаются лишь на глубине 8 – 10 мкм от поверхности и практически отсутствуют в приповерхностном модифицированном слое (рис. 3).

Отсутствие частиц фазы Ti₂Ni в наружном слое, вопервых, подтверждает то, что выбранный режим электронно-пучковой обработки действительно приводит к плавлению поверхностного слоя образца никелида титана TiNi; во-вторых, объясняется тем, что, поскольку согласно диаграмме состояния системы Ti – Ni темпе-



Рис. 2. Изображение (светлое поле) поверхности образца никелида титана до облучения электронным пучком

ратура плавления фазы TiNi (1523 ÷ 1583 К [12]) выше температуры плавления фазы Ti₂Ni (1285 К [12]), то частицы фазы Ti₂Ni расплавились прежде, чем расплавился слой из основной фазы B2. Десятикратное воздействие электронным пучком привело к тому, что локальные неоднородности химического состава в областях расположения растворившихся частиц Ti₂Ni квазиоднородно перемешались с расплавленной матрицей фазы TiNi.

Согласно данным РСА объемная доля мартенситной фазы В19' в облученном образце составляет не более 5 %. Этот результат носит качественный характер, фиксируя лишь наличие, а не количество данной фазы в приповерхностной области исследуемого образца. Это обусловлено тем, что объем, содержащий мартенситную фазу, расположен (согласно данным ПЭМ) не в поверхностном модифицированном слое, а на некотором удалении от него. Полученные результаты согласуются с данными работ [13, 14], где показано, что после электронно-пучковой обработки образцов никелида титана с режимами облучения, близкими к данным, под облученной поверхностью возникают плосконапряженные состояния, локализованные в области, которая состоит из одного слоя зерен, выходящих на поверхность. В работах [13, 14] показано, что поверхностный «перекристаллизованный» слой, образовавшийся из расплава в результате быстрой закалки, находится в напряженном состоянии, а также является концентратором внутренних напряжений для нижележащих слоев материала. Показано, что релаксация упругих внутренних напряжений в нижележащих слоях осуществляется путем образования мартенсита напряжения со структурой В19', о чем свидетельствует наличие этой фазы в слое, лежащем ниже перекристаллизованного слоя.

Рентгеновскими методами исследований не удается детально охарактеризовать структурное состояние перекристаллизованного слоя (в отличие от методов просвечивающей электронной микроскопии). С использованием рентгеновских значений параметров решеток фаз В2 и В19' был проведен анализ состояния структуры в



Рис. 3. Изображение (светлое поле) поверхности образца никелида титана после облучения электронным пучком

перекристаллизованном слое по картинам микродифракции, полученным на фольгах поперечного сечения. Оказалось, что в исходном образце TiNi до облучения на любой глубине от его поверхности картины электронной дифракции от фазы B2 однозначно расшифровываются при значении параметра решетки фазы B2 $a_{B2}^{TiNi} \cong 3,014$ Å.

Напротив, микродифракционные картины, полученные от модифицированного слоя после обработки образца никелида титана TiNi электронным пучком, не удается расшифровать с использованием полученных на этих образцах рентгеновских значений параметра решетки фазы В2: как величины $a_{\rm B2}^{\rm TiNi} \cong 3,014~{\rm \AA}$ для исходного состояния фазы В2, так и величины $a_{\rm B2}^{\rm TiNi_oбл} = 3,0283$ Å для фазы B2 после обработки образцов электронным пучком. Используя кристаллографическую форму общего вида с параметрами элементарной ячейки $a \neq b \neq c$ и и углами между элементарными трансляциями $\alpha \neq \beta \neq \gamma$ и варьируя значения этих параметров с использованием программы Mathcad, были рассчитаны значения структурных параметров, необходимых для расшифровки микродифракционных картин. Анализ полученных результатов показал:

 на различной глубине от поверхности внутри переплавленного слоя картина электронной дифракции сохраняет типичные признаки дифракции от кубической структуры (нет расщеплений, дублетов, новых рефлексов);

– однако структура основной фазы в этом слое не может быть описана только одним значением параметра решетки, характеризуется следующими параметрами: $a = b = 3,003 \div 3,033$ Å, $c = 3,033 \div 3,063$ Å, $\alpha = 89,3 \div 90,0^{\circ}, \beta = \gamma = 90^{\circ};$

 не просматривается строгой закономерности в изменении упомянутых структурных параметров в зависимости, например, от глубины залегания (относительно облученной поверхности) той области, от которой была получена дифракционная картина;

 данные особенности отчетливо наблюдаются в наружном слое толщиной приблизительно 10 мкм, который подвергался расплаву, и затухают при удалении от облученной поверхности так, что на глубине более 20 мкм микродифракционные картины соответствуют структуре фазы B2 с исходным значением параметра решетки $a_{B2}^{TiNi} \cong 3,014$ Å.

Наличие локализованных искажений кристаллической решетки фазы B2, распределенных внутри модифицированного электронным пучком слоя, можно количественно оценить, используя рентгеновское понятие микродеформации кристаллической решетки [15] и значения атомных объемов (*V*), рассчитанных по данным РСА и ПЭМ:

$$\varepsilon^{h} = \frac{\Delta V}{V} = \frac{V_{\text{HEM}} - V_{\text{PCA}}}{V_{\text{PCA}}}$$

(где $V_{\rm PCA} = (a_{\rm B2}^{\rm TiNi})^3 / N$,

 $V_{\text{пЕМ}} = abc\sqrt{1 - \cos \alpha - \cos \beta - \cos \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}/N$, N = 2). При расчете микродеформации ε^h кристаллической решетки в модифицированном слое использовали значения $V_{\text{PCA}}(a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}_o6\pi})$, а на большем удалении от облученной поверхности – значения $V_{\text{PCA}}(a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}})$, рассчитанные по соответствующим этим слоям значениям параметров решетки B2 ($a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}_o6\pi} = 3,0283 \pm 0,0013$ Å и $a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}} = 3,0139 \pm 0,0008$ Å).

Распределение величины микродеформации кристаллической решетки фазы В2 внутри модифицированного слоя образца никелида титана TiNi приведено на рис. 4 (прямая горизонтальная линия соответствует значению микродеформации, рассчитанному по значениям $a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}}$ фазы B2^{пов} и $a_{\text{B2}}^{\text{TiNi}}$ фазы B2 в исходном состоянии). Изменения величины микродеформации кристаллической решетки по глубине проплавленного слоя носят не закономерный, а случайный характер, что подтверждает высказанное предположение о формировании в модифицированном слое неравновесной, сильно искаженной, неоднородной структуры на основе ОЦКрешетки. В областях сплава, расположенных глубже модифицированного слоя, значения микродеформации кристаллической решетки отличны от нуля до глубины 20 мкм. Однако их величина здесь существенно меньше по сравнению с переплавленным слоем из-за малого отличия параметров решетки (a = b = 3,013 Å, c = 3,023 Å и $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$) от исходного значения a_{B2}^{TiNi} . На глубине более 20 мкм от облученной поверхности параметры решетки соответствуют параметрам исходного образца.

Важно отметить, что в исходном образце каждое отдельное зерно характеризуется индивидуальной ориентацией, о чем свидетельствуют разные индексы осей зон на микродифракционных картинах, полученных в различных областях одной фольги. После электронно-пучкового воздействия в модифицированном слое обнаружена преимущественная ориентация кристаллитов в направлении <410>_{в2} или близких ему направлений <13 4 1>_{в2}, <13 3 1>_{в2}. Аналогичный ре-



Рис. 4. Распределение величины микродеформации кристаллической решетки фазы В2 внутри модифицированного электронным пучком поверхностного слоя в образцах никелида титана

зультат с образованием текстуры кристаллизации в направлении типа $<110>_{B2}$ (лежащем в той же плоскости куба) авторы наблюдали и в случае использования электронных пучков с близкими энергетическими параметрами, но при более коротких длительностях импульсов (1 – 5 мкс [4]).

После обработки образцов никелида титана TiNi электронным пучком изменение химического состава в фазе В2^{пов} поверхностного модифицированного слоя в сторону обогащения титаном должно было привести к смещению температурных интервалов прямого и обратного мартенситных преврашений в область температур на 40 – 50 °C выше комнатной [16]. Соответственно можно было ожидать, что основным структурным состоянием в данном слое будет мартенситное со структурой В19'. Однако, как следует из данных ПЭМ, мартенситной фазы в модифицированном слое не наблюдается, а согласно данным РСА мартенситная фаза присутствует в приповерхностной области облученного образца никелида титана в малом количестве. Отсутствие мартенситной фазы в модифицированном слое облученного образца обусловлено тем, что закаленная структура фазы В2^{пов} является сильно искаженной, неоднородно деформированной по объему этого слоя. Это блокирует возможность кооперативной перестройки данной фазы в мартенситную структуру, предполагающей возможность однородных по всему объему дисторсий для осуществления такого типа структурных фазовых превращений.

Выводы. С использованием совокупности структурных методов исследования (рентгеноструктурного анализа, оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии) установлено, что в результате импульсного воздействия низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками в режиме плавления в приповерхностной области образцов никелида титана формируется многослойное структурнофазовое покрытие, в котором толщина поверхностного (модифицированного) слоя, возникшего путем затвердевания расплавленного электронным пучком слоя, составляет около 10 мкм. Этот слой характеризуется однофазным состоянием с искаженной структурой на основе фазы B2 с параметрами $a = b = 3.003 \div 3.033$ Å. $c = 3,033 \div 3,063$ Å и $\alpha = 89,3 \div 90,0^{\circ}, \beta = \gamma = 90^{\circ},$ квазиоднородным химическим составом, соответствующим формуле Ti₅₁₇Ni₄₈₃, текстурой кристаллизации в направлении, близком к <410>_{в2}; неоднородной по величине микродеформацией кристаллической решетки. Нижележащий слой, расположенный на глубине приблизительно 10 мкм и более от поверхности, кроме фазы В2 с незначительными искажениями кристаллической решетки содержит фазу со структурой мартенсита В19'. Отсутствие искажений и низкий уровень микродеформации решетки в фазе В2 позволяет сделать заключение о природе и роли мартенситной фазы в данном слое, а именно – фаза представляет собой мартенсит напряжения В19', формирование которого определяется механизмом релаксации остаточных напряжений в том слое, в котором присутствует данная фаза. Отсутствие в модифицированном слое облученного образца никелида титана мартенситной фазы В19' может быть обусловлено искаженной, неоднородно деформированной по объему слоя структурой фазы В2^{пов}. Отсутствие мартенситной фазы на поверхности образца никелида титана после его обработки низкоэнергетическим электронным пучком является положительным фактором: например, приводит к повышению коррозионной стойкости данных сплавов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Иванов Ю.Ф., Целлермаер И.Б., Ротштейн В.П., Громов В.Е. // Физическая мезомеханика. 2006. Т. 9, № 5. С. 107 – 114.
- 2. Zhang K.M., Zou J.X., Grosdidier T. etc. // Journal of Alloys and Compounds. 2007. № 434-435. P. 682 685.
- Мейснер Л.Л. // Физическая мезомеханика. 2004. Т. 7. № 2. Спец. С. 169 – 172.

- Meisner L.L., Lotkov A.I., Mironov Yu.P., Neyman A.A. // Hindawi Publishing Corporation. Journal of Nanotechnology. 2010. Vol. 2010. P. 1 – 8.
- Uglov V.V., Kuleshov A.K., Soldatenko E.A., Koval N.N., Ivanov Yu.F., Teresov A.D. // Surface and Coatings Technology. 2012. Vol. 206. № 11–12. P. 2972 – 2976.
- Grosdidier T., Zou J.X., Bolle B., Hao S.Z., Dong C. // Journal of Alloys and Compounds. 2010. Vol. 504. P. 508 – 511.
- Нейман А.А., Мейснер С.Н., Лотков А.И., Мейснер Л.Л. Повышение микротвердости и трещиностойкости в приповерхностных слоях никелида титана путем изменения параметров электроннопучкового воздействия // Перспективные материалы. Специальный выпуск, 19 – 22 сентября 2007, Астрахань. Т. 2. С. 429 – 431.
- Takayuki Yoneyama, Shuichi Miyazaki. Shape memory alloys for biomedical applications. – CRC Press, Cambridge, England, 2009. – 378 p.
- Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Сивоха В.П., Турова А.И., Бармина Е.Г. // Физика и химия обработки материалов. 2003. № 1. С. 83 – 89.
- 10. Мейснер Л.Л., Никонова И.В., Лотков А.И., Раздорский В.В., Котенко М.В. Влияние ионно- и электронно-лучевой модификации поверхности на коррозионные свойства и биосовместимость никелида титана в экспериментах in vivo. Перспективные материалы. 2008. № 3. С. 15 – 27.
- Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Ротштейн В.П. и др. // Физика и химия обработки материалов. 2011. № 4. С. 36 – 43.
- Ильиных Н.И., Куликова Т.В., Моисеев Г.К. Состав и равновесные характеристики металлических расплавов бинарных систем на основе железа, никеля и алюминия. – Екатеринбург: УрО РАН, 2006. – 235 с.
- Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Остапенко М.Г., Гудимова Е.Ю. // Физическая мезомеханика. 2012. Т. 15. № 3. С. 79 – 89.
- Meisner L.L., Lotkov A.I., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. // Appl. Surf. Science. 2013. № 280. P. 398 – 404.
- Сверхпроводящие соединения со структурой β-вольфрама / Л. Тестарди, М. Вегер, И. Гольдберг, Л.П. Горьков. – М.: Мир, 1977. – 435 с.
- Корнилов И.И., Белоусов О.К., Качур Е.В. Никелид титана и другие сплавы с эффектом «памяти». – М.: Наука, 1977. – 177 с.

© 2014 г. Мейснер Л.Л., Нейман А.А., Лотков А.И., Семин В.О., Остапенко М.Г. Поступила 20 января 2014 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA - FERROUS METALLURGY. 2014. No. 8. VOL. 57, pp. 60-65.

FEATURES OF THE B2 PHASE STRUCTURE CHANGE IN THE NITI SURFACE LAYER AFTER PULSED ELECTRON-BEAM IMPACT

Meisner L.L.^{1,2}, *Dr. Sci. (Phys.-math.), Professor, Chief Research* (llm@ispms.tsc.ru)

Neiman A.A.¹, Cand. Sci. (Eng.), Junior Research

Lotkov A.I.¹, Dr. Sci. (Phys.-math.), Professor, Deputy Director of scientific work

Semin V.O.², Postgraduate Student

Ostapenko M.G.^{1, 3}, Cand. Sci. (Phys.-math.), Junior Research

¹ Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS (2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634021, Russia)

³ National Research Tomsk Polytechnic University (30, pr. Lenina, Tomsk, 634050, Russia) Abstract. By X-ray diffraction, optical, scanning and transmission electron microscopy methods the structural-phase state of NiTi surface layers affected by low-energy high-current electron beams have been investigated. It was found that during treatment in recrystallized layer thickness of 8-10 µm a nonequilibrium single-phase structural state forms, which is characterized by a deformed B2 based phase structure, textured in a direction close to the <410>. The downstream with depths ranging from 10 to 20 µm layer except B2 phase with insignificant distortions of the crystal lattice contains a small volume fracture (up to 5 vol. %) of martensitic phase with B19' structure. As a result of electron-beam treatment the modified layer chemical composition has changed to titanium enrichment due to Ti₂Ni phase particles melting. At the same time intervals of martensitic transformations are shifted to higher temperatures thus even at room temperature can be expected that in the present layer the main structural state is martensitic. Using transmission electron microscopy the studies have showed that in the modified layer the martensitic phase is not observed. The assumption,

² National Research Tomsk State University (36, pr. Lenina, Tomsk, 634050, Russia)

explaining the created by a pulsed electron beam impact on the NiTi surface structure-phase state is expressed.

Keywords: nickel titanium, pulsed low-energy high-current electron beam, crystal structure, lattice strain.

REFERENCES

- 1. Ivanov Yu.F., Tsellermaer I.B., Rotshtein V.P., Gromov V.E. Electron-beam modification of hardened steel. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2006. Vol. 9, no. 5, pp. 107–114. (In Russ.).
- 2. Zhang K.M., Zou J.X., Grosdidier T. etc. *Journal of Alloys and Compounds*. 2007, no. 434–435, pp. 682–685.
- Meisner L.L. Mechanical and physico-chemical properties of alloys based on NiTi thin surface layers, modified streams of charged particles. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2004. Vol. 7, no. 2. Spec., pp. 169–172. (In Russ.).
- Meisner L.L., Lotkov A.I., Mironov Yu.P., Neiman A.A. Hindawi Publishing Corporation. *Journal of Nanotechnology*. 2010. Vol. 2010, pp. 1–8.
- Uglov V.V., Kuleshov A.K., Soldatenko E.A., Koval N.N., Ivanov Yu.F., Teresov A.D. *Surface and Coatings Technology*. 2012. Vol. 206, no. 11–12, pp. 2972–2976.
- Grosdidier T., Zou J.X., Bolle B., Hao S.Z., Dong C. Journal of Alloys and Compounds. 2010. Vol. 504, pp. 508–511.
- Neiman A.A., Meisner S.N., Lotkov A.I., Meisner L.L. Increase of microhardness and fracture in the surface layers of NiTi by changing the parameters of electron-beam exposure. *Perspektivnye materialy*. 2007. Spec. issue. Vol. 2, pp. 429–431. (In Russ.).
- Takayuki Yoneyama, Shuichi Miyazaki. Shape memory alloys for biomedical applications. CRC Press, Cambridge, England, 2009. 378 p.
- **9.** Meisner L.L., Lotkov A.I., Sivoha V.P., Turova A.I., Barmina E.G. Effects of surface modification, structure and phase composition on

corrosion properties of TiNi based alloys. *Fizika i khimiya obrabot-ki materialov*. 2003. Vol. 1, pp. 83–89. (In Russ.).

- Meisner L.L., Nikonova I.V., Lotkov A.I. Razdorskii V.V., Kotenko M.V. Effect of ion-and electron-beam surface modification on the corrosion properties and biocompatibility NiTi experiments in vivo. *Perspektivnye materialy.* 2008, no. 3, pp. 15–27. (In Russ.).
- 11. Meisner L.L., Lotkov A.I., Rotshtein V.P., Mironov Yu.P., Meisner S.N. Neiman A.A. Formation of alloyed layers with nano- and submicrocrystalline structure on the surface of NiTi upon irradiation with pulsed electron beams. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*. 2011, no. 4, pp. 36–43. (In Russ.).
- 12. Il'inyh N.I., Kulikova T.V., Moiseev G.K. Sostav i ravnovesnye kharakteristiki metallicheskikh rasplavov binarnykh sistem na osnove zheleza, nikelya i alyuminiya [Composition and equilibrium characteristics of metal melts of binary systems based on iron, nickel and aluminum]. Ekaterinburg: UrO RAN, 2006. 235 p. (In Russ.).
- Meisner L.L., Lotkov A.I., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. Analysis by X-ray diffraction of the gradient of the internal stresses in titanium nickelide after electron beam surface treatment. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2012. Vol. 15, no. 3, pp. 79–89. (In Russ.).
- Meisner L.L., Lotkov A.I., Ostapenko M.G., Gudimova E.Yu. Appl. Surf. Science. 2013. Vol. 280, pp. 398–404.
- 15. Testardi L., Veger M., Gol'dberg I., Gor'kov L.P. Sverkhprovodyashchie soedineniya so strukturoi β-vol'frama [Superconducting compounds with β-tungsten structure]. Moscow: Mir, 1977. 435 p. (In Russ.).
- Kornilov I.I., Belousov O.K., Kachur E.V. Nikelid titana i drugie splavy s effektom "pamyati". [Titanium nikelide and other alloys with a "memory" effect]. Moscow: Nauka, 1977. 177 p. (In Russ.).

Keywords. The work was prepared for the project of SB RAS no.III.20.2.1. Received January 20, 2014