

# 原位中子衍射研究两相 NiTi 合金的微力学 相互作用和相变机理\*

孙光爱<sup>1)2)†</sup> 王虹<sup>1)</sup> 汪小琳<sup>1)2)</sup> 陈波<sup>1)</sup> 常丽丽<sup>3)</sup> 刘耀光<sup>1)</sup>  
盛六四<sup>2)</sup> Woo W<sup>4)</sup> Kang MY<sup>4)</sup>

1) (中国工程物理研究院中子物理学重点实验室, 核物理与化学研究所, 绵阳 621900)

2) (中国科学技术大学核科学技术学院, 合肥 230026)

3) (北京理工大学材料学院, 北京 100081)

4) (韩国原子能科学研究院中子科学部, 韩国大田 305-353)

(2012 年 4 月 13 日收到; 2012 年 6 月 18 日收到修改稿)

NiTi 合金的形状记忆效应与其微观结构特征密切相关, 中子衍射技术可以在力学加载过程中原位观察块体 NiTi 合金的相变、晶间应变以及孪晶再取向等演化特征。结合两相 NiTi 合金宏观应力 - 应变曲线呈现的四种阶段性变形特征, 利用原位中子衍射技术对其变形过程中的微观结构演化进行了分析。奥氏体初始体积份额约 22%, 在低应变硬化阶段, 晶面  $(110)_{B2}$  和  $(002)_{B19'}$  的应变分别突然减小和增大表明出现了应力诱发马氏体相变, 奥氏体体积份额迅速减小, 产生了  $\langle 011 \rangle$  II 型孪晶; 同时初始马氏体也开始发生再取向, 随着应变量的增加, 开始出现新的  $\{20\bar{1}\}$  型马氏体孪晶, 这种孪晶引起的应变卸载时不能回复。在高应变硬化阶段孪晶变形起主导作用, 衍射峰半高宽变化较小; 而在应变硬化饱和阶段则以滑移机制为主, 大量位错的产生使衍射峰半高宽显著增加。

**关键词:** 形状记忆合金, 中子衍射, 微力学相互作用, 相变

**PACS:** 61.05.fm, 81.40.Jj

## 1 引言

热弹性马氏体相变是 NiTi 合金产生形状记忆效应的根本原因, NiTi 二元合金中, 奥氏体母相是有序结构的立方 B2 相, 马氏体相变的位移特性是在相变过程中单个原子作有规则的迁徙, 相变会产生单斜 B19' 相的马氏体, 其空间群为  $P2_1/m$ <sup>[1]</sup>. B2→B19' 的相变过程中有时还会出现三斜结构的中间 R- 相, 关于 R- 相的产生机理及 B2→R→B19' 转变过程已开展了较多研究, 并取得了较为深入的认识<sup>[2,3]</sup>. 通常 B2→B19' 相变生成的马氏体自身不是简单排列, 为适应相变过

程中马氏体周围的弹性应变, 马氏体相之间往往具有多种孪晶取向关系<sup>[4–6]</sup>. 由于对称性的差异, B2→B19' 的相变过程所形成的马氏体将具有 12 种不同的取向, 每种取向对应一种变体。为适应相变过程中马氏体周围的弹性应变, 两个或多个马氏体变体将对称排列形成孪生关系<sup>[4–6]</sup>. Kulkov 等利用同步辐射 X 射线衍射研究 NiTi 合金加热和冷却过程中的马氏体转变, 结果发现了 B19' 相马氏体单胞的 b 和 c 轴的可逆转化, 同时表明马氏体相优先出现在结合较为松散的晶格处, 而不是出现在平衡态<sup>[7,8]</sup>. 最初的中子衍射研究发现相变过程中奥氏体相和马氏体相的组织演化都很明显, 近期, Allafi 等研究表明在超弹性平台的末端奥氏体没有

\* 国家自然科学基金(批准号: 91126001, 11105128 和 51001024), 中国工程物理研究院科学技术发展基金(批准号: 2010A0103002) 和中国工程物理研究院核物理与化学研究所科学技术创新基金(批准号: 2009CX01) 资助的课题。

† E-mail: guangaisun\_80@163.com

完全转化为马氏体, 因而残余奥氏体可能会承受极大的应力导致塑性变形的产生<sup>[9–11]</sup>, 最近的透射电子显微镜(TEM)结果又给出了NiTi合金的位错环扩展与孪晶面的关系以及位错增值机制<sup>[12,13]</sup>。

到目前为止, 通过各种表征手段对于温度引起的形状记忆效应及相关机理基本都得到了合理解释, 但为了发挥NiTi形状记忆合金忆合金的特性, 必须找到描述形状记忆合金应力-应变行为的有效方法, 而力学行为又受到很多因素影响, 包括材料组织、加载路径、加载速率等<sup>[14,15]</sup>。原位衍射技术在定量表征NiTi合金在应力-应变行为方面可发挥重要作用, 主要优势就是能够直接反映加载过程中马氏体相变特点、晶粒取向分布、多尺度应力以及变体取向等信息<sup>[16]</sup>。常见的衍射技术有X射线和中子衍射两种, 由于X射线(波长=1.54 Å)衰减50%时, 可穿过NiTi试样的厚度约为9 μm, 而相同波长的中子衰减50%时可穿透试样的厚度为3 cm, 因而中子衍射在NiTi块体材料应力-应变行为研究方面具有更大的优势<sup>[17]</sup>。因而, 本文拟通过原位中子衍射实验进一步分析和解释力学加载过程中NiTi合金的相变和微观力学相互作用机理, 从而为描述其形状记忆效应和应力-应变行为提供帮助<sup>[18]</sup>。

## 2 实验

实验样品为等近原子比的NiTi合金, 厚度为2 mm, 具体几何尺寸如图1所示。经示差热分析(DSC)实验测量, 温度引起的马氏体转化开始温度 $M_s$ 、马氏体转化结束温度 $M_f$ 、逆转化开始温度 $A_s$ 和逆转化结束温度 $A_f$ 分别为47 °C, 10 °C, 51 °C和90 °C。为了合理选择不同变形量下的中子衍射测量点, 先用拉伸装置对相同NiTi合金进行了力学拉伸测试, 据此在宏观应力-应变曲线上选择了如图2所示的11个测量点。中子衍射实验在每个测量点收集衍射数据的时间约为30 min, 为了检验样品在这种较长时间的拉伸状态下是否会发生应力松弛, 将在中子衍射测量时得到的宏观应力-应变曲线与准静态连续拉伸得到的宏观应力-应变曲线进行了比较, 结果发现两组拉伸曲线基本一致, 没有明显的应力松弛现象, 均在拉伸变形量达到47%时试样发生断裂。

中子衍射实验在韩国HANARO反应堆ST1线站的中子应力分析谱仪上进行, 选择中子束波长为1.47 Å, 样品内发生衍射的有效体积

为 $2 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ , 设置原位力学加载的拉伸速率为0.001 mm/s。为了减小衍射几何引起的应变测量误差, 通常需要入射中子束和衍射中子束夹角( $2\theta$ )在90°附近, 结合韩国中子衍射装置和NiTi合金的结构特征, 实际测量时只能选择衍射角( $2\theta$ )分别为42°与56°。设置样品拉伸方向与入射中子束之间的角度为45°, 可计算得到测量晶面点阵应变与拉伸方向的夹角分别为24°和17°。原位中子衍射测量晶格应变的原理是利用布拉格公式将中子衍射测量的衍射峰位置( $2\theta$ )转化为晶面间距 $d_{hkl}$ , 未拉伸时初始状态的晶面间距为 $d_0$ , 则拉伸后相对于初始态的晶面应变 $\varepsilon_{hkl}$ 可表示为

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} = \frac{\Delta d}{d_0} = -\frac{\Delta\theta}{\tan\theta}.$$

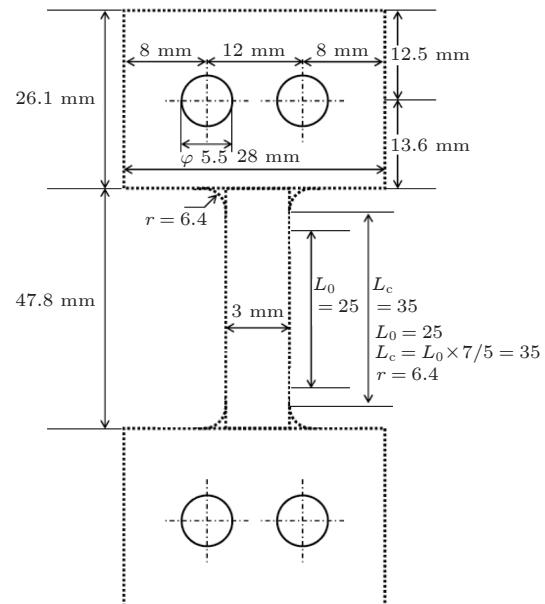


图1 NiTi合金样品的几何尺寸

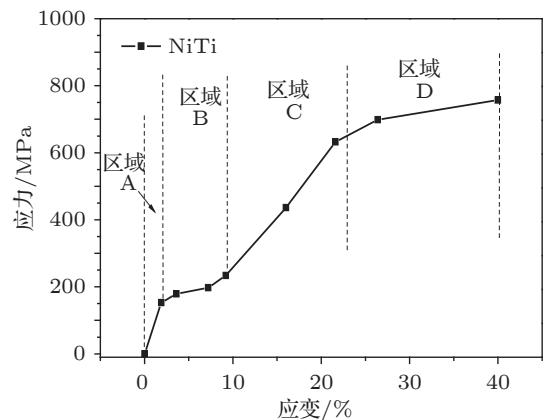


图2 NiTi拉伸时的宏观应力-应变曲线

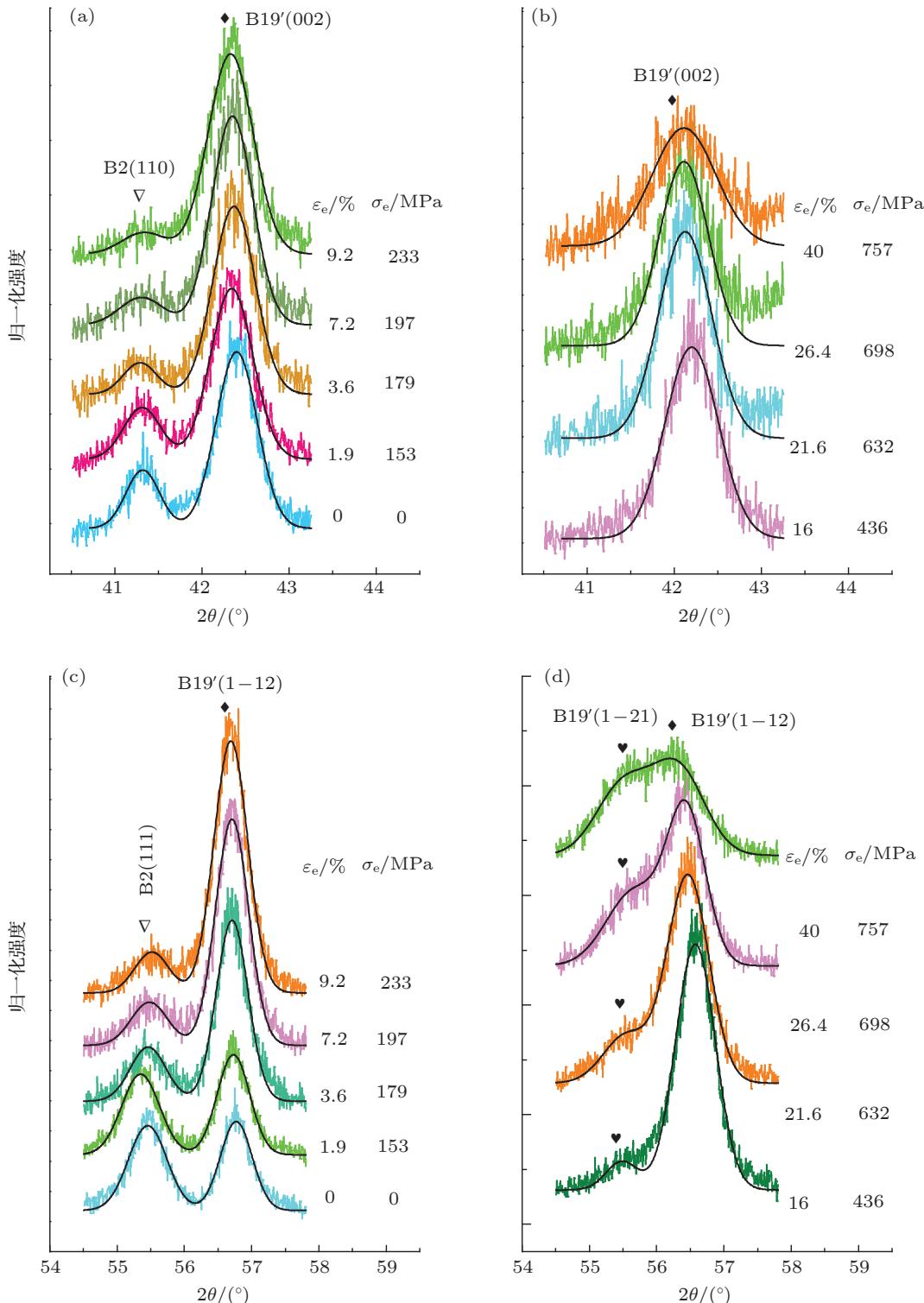


图 3 中子衍射的图谱随外力和应变量增加而产生的变化 (a), (c) 线形变形和低应变硬化阶段的衍射峰; (b), (d) 高应变硬化和应变饱和阶段的衍射峰

### 3 实验结果与分析

根据图 2 中宏观应力 - 应变曲线特点, 可将加载过程中 NiTi 合金的变形行为分成四个阶段: A 为

线性变形阶段,B 为低应变硬化阶段,C 为高应变硬化阶段,D 为应变硬化饱和阶段. 原位中子衍射测量得到拉伸过程中的衍射峰如图 3 所示, 由于反应堆中子源在测量过程中的中子束强度基本不变, 因

此将实验数据进行了归一化处理,也就是将累积中子计数除以测量时间得到了单位时间内的中子计数。由图 3 可知,在 B 区域奥氏体  $(110)_{B2}$  和  $(111)_{B2}$  衍射峰逐渐减弱,而马氏体  $(002)_{B19'}$  和  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  逐渐增强,表明此过程是奥氏体向马氏体 ( $B2 \rightarrow B19'$ ) 转变的过程。而在 C 和 D 区域的变形阶段,马氏体峰强有所减弱,衍射峰线宽有所增加,特别是出现了新的  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  马氏体衍射峰,表明此过程产生了新的马氏体孪晶,将在后面详细讨论。

由于中子衍射实验样品为多晶状态,为了判断样品是否存在择优取向以便有助于中子衍射结果的定量分析,利用 X 射线衍射 (XRD) 方法对拉伸前初始状态的样品沿不同方向进行了初步测量分析,个别结果如图 4 所示,图中的衍射谱已进行了理论拟合和指标化处理。由图 4 可知,样品初始状态主要由  $B19'$  相组成,同时存在部分  $B2$  相,  $B2$  相的衍射峰与  $B19'$  相相邻且部分重合。图 3 和图 4 中衍射峰的差异主要来源于中子和 X 射线对相同元素的散射截面不同,经比较 XRD 实验结果与晶体结构数据库中的粉末衍射谱可以发现衍射峰强弱分布基本一致,结果说明中子衍射实验所用样品不存在明显的择优取向。

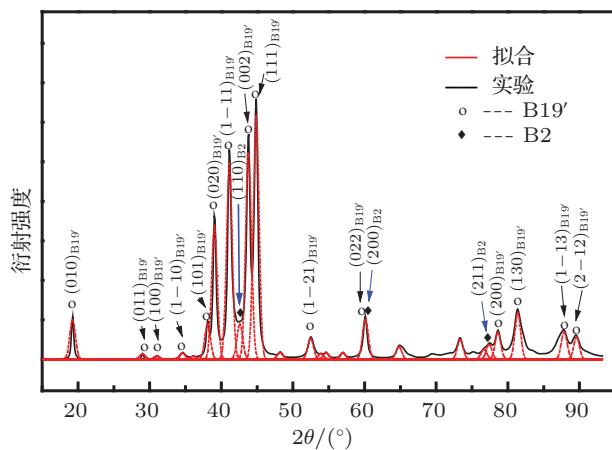


图 4 拉伸前初始状态 NiTi 合金的 X 射线衍射实验与理论拟合谱

为了进一步分析中子衍射实验结果,利用高斯函数对不同拉伸状态的衍射峰进行了拟合,图 3 中的黑色实线为理论曲线,通过拟合可得到衍射峰的峰值、半高宽、峰积分强度等参数。根据第 2 部分的公式计算得到了各晶面的点阵应变 - 应力曲线,如图 5 所示。图 5 中在线性变形的 A 阶段各晶面的晶面间距都在增加,但在相同外力

加载下(约 150 MPa)各晶面所承载的应变明显不同,其中应变量最小和最大的晶面分别为奥氏体的  $(110)_{B2}$  和  $(111)_{B2}$  晶面,而马氏体  $B19'$  相的两个晶面介于中间,这说明  $B2$  相奥氏体晶间应变在线弹性变形阶段具有明显的各向异性。

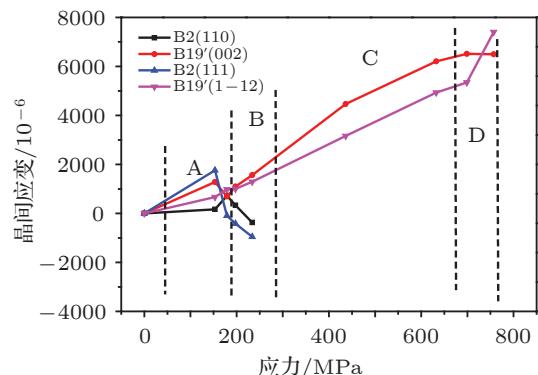


图 5 通过峰形拟合得到的奥氏体和马氏体晶间应变随外加应力的变化

图 5 中晶面应力 - 应变曲线在 B 阶段出现: $(111)_{B2}$  的应变减小,  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  的应变继续增加。 $(111)_{B2}$  的减小和  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  的增加表明此时外力承载状态开始转变,外加拉力由原来的奥氏体和马氏体共同承担转变为由马氏体承担;从相间应力的角度,此时奥氏体的受力状态逐渐开始由拉应力转变为压应力状态,也就是说应力引起马氏体相变过程实际上是奥氏体相晶粒是受压应力而发生的相变。图 5 中 B 阶段更为重要的现象是  $(110)_{B2}$  应变先增加后减小,而  $(002)_{B19'}$  应变先减小后增加,马氏体相变伴随着孪晶生成的过程,孪晶通常在高应力集中处形核,形成孪晶时会发生一定的应力松弛,也就会在应力 - 应变曲线上出现一次起伏,这种在晶面  $(110)_{B2}$  和  $(002)_{B19'}$  发生相反的应力 - 应变起伏现象应与  $\langle 011 \rangle$  II 型孪晶相关<sup>[19]</sup>。NiTi 合金中最主要的点阵不变切变方式为  $\langle 011 \rangle$  II 型孪晶,其点阵转化方式如图 6 所示。由图中  $B2$  相奥氏体和  $B19'$  相马氏体相的结构对应关系可知,奥氏体的  $[001]_{B2}$  晶向缩小变为马氏体的单胞参数  $a$ ,  $[1\bar{1}0]_{B2}$  晶向伸长变成马氏体单胞参数  $b$ ,  $[110]_{B2}$  晶向缩小变为马氏体单胞参数  $c$ <sup>[20]</sup>。由于晶面  $(002)_{B19'}$  是经奥氏体晶面  $(110)_{B2}$  缩小演变而来,因而在产生  $\langle 011 \rangle$  II 型孪晶的相变过程中,  $(110)_{B2}$  与  $(002)_{B19'}$  的晶面间距会有一个相互接近的过程,也就会导致  $(110)_{B2}$  应变反常增加和  $(002)_{B19'}$  应变反常减小。

在高应变硬化的 C 阶段晶面  $(002)_{B19'}$

和  $(\bar{1}\bar{2})_{B19'}$  点阵应变基本均为线性增加, 由于在此区域应力引起的马氏体相变已基本结束, 此过程的主要变化是应力增加引起的马氏体变体再取向<sup>[21]</sup>. 在应变硬化饱和的 D 阶段马氏体晶面应变出现了各向异性的改变, 应该是由于此阶段滑移机制开始起主导作用<sup>[22]</sup>.

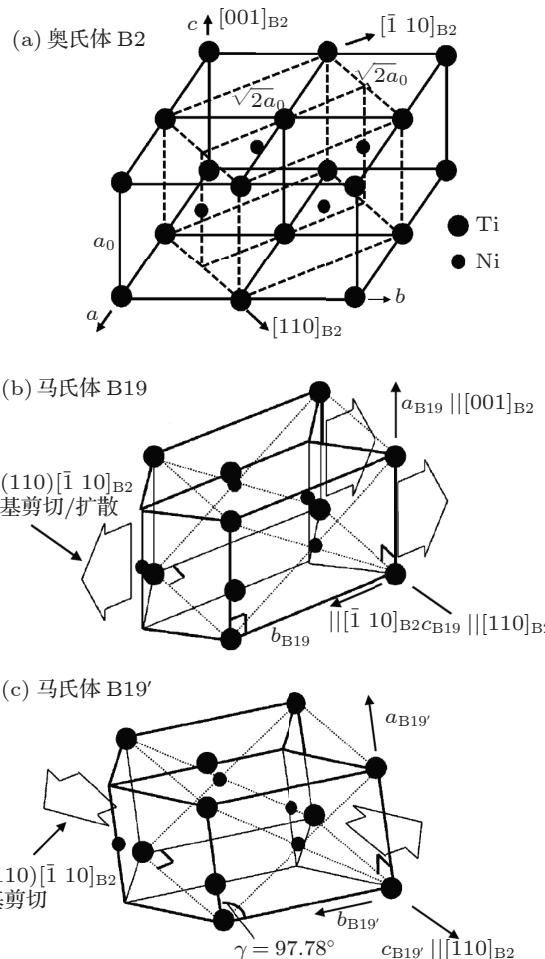


图 6 奥氏体 B2 相和两种马氏体相 (B19 和 B19') 的结构关系 (a) B2 结构的奥氏体母相; (b) 正交结构 B19 的马氏体相, 通过基面  $(110)_{B2}$  沿  $[1\bar{1}0]_{B2}$  方向剪切或扩散形成; (c) 单斜结构 B19' 的马氏体相, 可以看作是 B19 结构通过非基剪切  $(001)[1\bar{1}0]_{B2}$  切变形成<sup>[20]</sup>

拟合得到各衍射峰半高宽的变化与宏观应力对应关系如图 7 所示. 图中 A 阶段的衍射峰半高宽变化很小, 仅晶面  $(110)_{B2}$  衍射峰半高宽数值有所增加, 应是奥氏体中产生  $\langle 100 \rangle \{011\}$  滑移系所致. B 阶段各晶面衍射峰半高宽的变化趋势也十分类似, 均为先减少后增大, 此时衍射峰半高宽减小应主要由于马氏体相变释放了应变能; 但相变发生后, B2 相晶粒尺寸减小, B19' 相局部不均匀、亚结构增多, 引起了衍射峰半高宽的继续增加. 马氏体

晶面  $(002)_{B19'}$  和  $(\bar{1}\bar{2})_{B19'}$  的衍射峰半高宽在 C 阶段增加缓慢, 而在 D 阶段又显著增加, 这种变化趋势的差异进一步说明了两个区域变形微观主导机理的不同. 由于衍射峰半高宽主要受到位错和晶粒尺寸影响, 在 C 阶段应是孪晶变形起主导作用, 孪晶或解孪晶过程主要对应马氏体变体的边界迁移或取向转化, 因而衍射区域的位错或晶粒尺寸变化相对较小; 而在应变硬化饱和的 D 阶段, 变形机制以滑移为主, 产生了大量的位错, 同时也伴随着孪晶变化, 与前面的点阵应力 - 应变分析结果相一致.

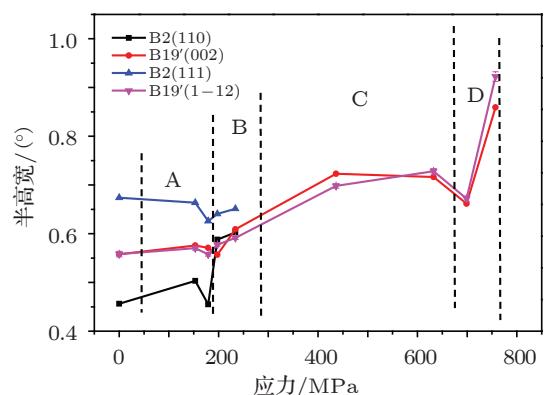


图 7 奥氏体和马氏体各晶面的衍射峰半高宽随外加应力的变化

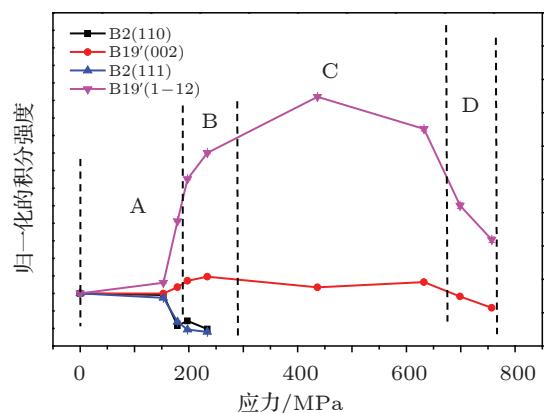


图 8 奥氏体和马氏体各晶面的衍射峰积分强度随外加应力的变化关系, 图中数据根据各晶面拉伸前的衍射峰初始强度进行了归一化处理

峰积分强度正比于衍射环境中某取向的晶粒的数量, 对多相材料而言, 峰积分强度的变化反映了相体积分数的变化. 由于各衍射峰积分强度相差很大, 为便于比较, 将每个衍射峰的积分强度除以初始状态的积分强度, 图 8 为各个衍射峰积分强度与宏观应力的关系. 在 B 区 B2 相减少而 B19' 相增加, 衍射峰积分强度的变化对应 B2 到 B19' 的相转变, 但  $(\bar{1}\bar{2})_{B19'}$  的衍射峰强度比  $(002)_{B19'}$  增

加显著,  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  的积分强度几乎加大到了原来的两倍, 而  $(002)_{B19'}$  的积分强度仅增加约 30%, 这说明除了奥氏体发生相变使马氏体含量增加外, 初始的马氏体在此阶段也发生了再取向, 生成了大量特定取向的马氏体。在后续 C 和 D 变形阶段, 晶面  $(002)_{B19'}$  的积分强度几乎不变, 与其为孪生不畸变面有关, 在孪晶和解孪晶过程中该晶面没有发生旋转<sup>[23]</sup>。

## 4 讨论

由于中子衍射测量的衍射角范围较小, 测量结果中只有 1 组 B2 相和 B19' 相的晶面转化对应关系  $(110)_{B2} \rightarrow (002)_{B19'}$ , 根据公式  $\xi = (1 - I_{hkl}/I_{0,hkl})$  可计算各相的体积分数, 结合图 4 中拟合 XRD 实验谱确定的初始状态相体积分数, 计算得到 B2 相的体积分数如图 9 所示。图 9 中由于 C 阶段 B2 相已经消失, 因而假定在 C 阶段起始点 B2 相体积分数为 0(奥氏体可能在此之前就已经完全转化为马氏体, 但此点可作为参考), 此时外加应力值为 436 MPa。由图 9 可知, 奥氏体的初始体积份额约为 22%, 外加应力在 150—200 MPa 之间时, 近半数的奥氏体发生相变, 之后随应力增加相变转变过程较为缓慢。大量奥氏体到马氏体相变转变发生在应力-应变平台的初期阶段, 表明在此区域不单是马氏体形核而引发的相变, 更主要的是一种马氏体长大的相变, 使马氏体相含量突然增加。这种变形的特点是以不均匀的方式进行, 已发生应力诱发马氏体相变的相邻区域比未发生马氏体相变的其他区域更易发生马氏体形核(Lüders 变形<sup>[24]</sup>), 也就是说在变形和未变形区域界面的应力集中使变形区域近邻部分产生大量的应力诱发马氏体相变。

在 B 阶段末端和 C 阶段, 奥氏体的体积份额已经降到 10% 以内, 样品已经几乎全部为马氏体, 由于单斜晶系可能发生的滑移面很少, 根据 Taylor 准则, 多晶作为一个整体, 需要各晶粒变形能够相互协调, 因而孪晶在此变形过程中将起到重要的作用, 主要孪晶类型为  $\langle 011 \rangle$  II 型孪晶。图 3 中的衍射峰则表明 C 阶段末期和 D 阶段的大变形区域, 出现了新的马氏体  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  衍射峰, 鉴于马氏体晶面  $(20\bar{1})_{B19'}$  几乎位于晶面  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  和  $(1\bar{1}2)_{B19'}$

夹角的平分位置, 结合有关文献研究结果, 表明应该是产生了  $\{20\bar{1}\}$  型孪晶<sup>[25]</sup>。这种孪晶模式由于是一种较大的孪晶剪切, 因而对增加变形量是非常有效的; 另一方面, 由于这种孪晶不是点阵不变剪切, 因而由它引入的应变在卸载时也就不会产生回复<sup>[26,27]</sup>。外力卸载过程中测量的中子衍射谱变化, 如图 10 所示。图中随着外加应力减小, 马氏体晶面  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  并没有消失, 而且由于卸载过程中孪晶取向不同对应的回复程度不同引起了衍射峰位移动程度不同, 使得晶面  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  和  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  的衍射峰已经可以被明显地分离, 也进一步证实了  $\{20\bar{1}\}$  型孪晶的不完全回复特征<sup>[27]</sup>。

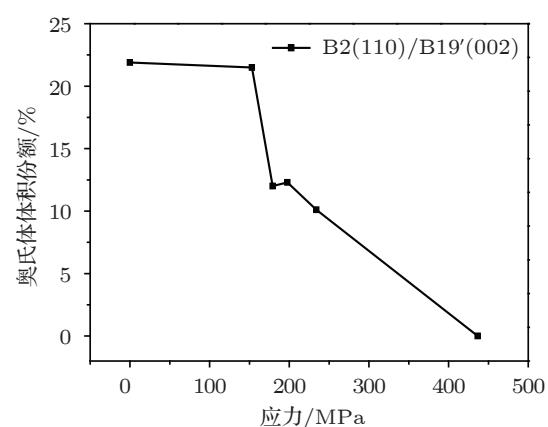


图 9 根据  $(110)_{B2}/(002)_{B19'}$  晶面对应关系计算奥氏体体积份额随外加应力的变化

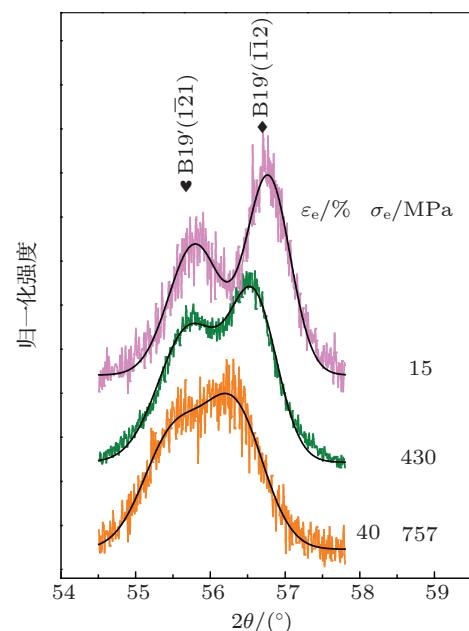


图 10 卸载过程中马氏体晶面  $(1\bar{2}1)_{B19'}$  和  $(1\bar{1}2)_{B19'}$  的中子衍射峰随外加应力的变化

## 5 结 论

两相 NiTi 合金的宏观应力 - 应变曲线呈现了四种不同阶段性变形特征, 本文利用力学原位中子衍射技术对其变形微观机理进行了细致分析。在线弹性阶段, 奥氏体晶间应变具有明显的各向异性。在低应变硬化阶段奥氏体因受压而发生应力诱发马氏体相变, 晶面  $(110)_{B2}$  和  $(002)_{B19'}$  应变分别

突然减小和增大表明产生了  $\langle 011 \rangle$  II型孪晶, 由衍射峰积分强度计算得知此时初始奥氏体体积份额由 22% 迅速减小至 12%, 初始马氏体开始发生再取向。在高应变硬化阶段随着应变量的增加, 开始出现新的  $\{20\bar{1}\}$  型马氏体孪晶, 衍射峰半高宽变化则表明此阶段是孪晶变形起主导作用, 而在应变硬化饱和阶段转变则以位错滑移机理为主。

- 
- [1] Hatcher N, Kontsevoi O Y, Freeman A J 2009 *Phys. Rev. B* **79** 020202
  - [2] Allafi J K, Ren X, Eggeler G 2002 *Acta Mater.* **50** 793
  - [3] Fan G, Chen W, Yeng S, Zhu J, Ren X, Otsuka K 2004 *Acta Mater.* **52** 4351
  - [4] Krishman M, Singh J B 2000 *Acta Mater.* **48** 1325
  - [5] Bhattacharya K, Conti K S, Zanzotto G, Zimmer J 2004 *Nature* **428** 55
  - [6] Liu Y, Xie Z L 2003 *Acta Mater.* **51** 5529
  - [7] Kulkov S N, Mironov Y P 1995 *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A* **359** 165
  - [8] Sitepu H, Schmahl W W, Allafi J K, Eggeler G, Dlouhy A, Toebbens D M, Tovar M 2002 *Scripta Mater.* **46** 543
  - [9] Allafi J K, Schmahl W W, Wagner M, Sitepu H, Toebbens D M, Eggeler G 2004 *Mater. Sci. Eng. A* **378** 161
  - [10] Allafi J K, Schmahl W W, Toebbens D M 2006 *Acta Mater.* **54** 3171
  - [11] Allafi J K, Eggeler G, Schmahl W W, Sheptyakov D 2006 *Mater. Sci. Eng. A* **438-440** 593
  - [12] Young M L, Wagner M F X, Frenzel J, Schmahl W W, Eggeler G 2010 *Acta Mater.* **58** 2344
  - [13] Simon T, Kroger A, Somsen C, Dlouhy A, Eggeler G 2010 *Acta Mater. 58* 1850
  - [14] Bhattacharya K, Kohn R V 1996 *Acta Mater.* **44** 529
  - [15] Gall K, Lim T J, McDowell D L, Sehitoglu H, Chumlyakov Y I 2000 *Inter J. Plast.* **16** 1189
  - [16] Bourke M A M, Vaidyanathan R, Dunand D C 1996 *Appl. Phys. Lett.* **69** 21
  - [17] Vaidyanathan R, Bourke M A M, Dunand D C 1999 *J. Appl. Phys.* **86** 3020
  - [18] Rathod C R, Clausen B, Bourke M A M, Vaidyanathan R 2006 *Appl. Phys. Lett.* **88** 201919
  - [19] Knowles K M, Smith D A 1981 *Acta Metall.* **29** 101
  - [20] Ren X, Otsuka K 1998 *Scripta Mater.* **38** 1669
  - [21] Liu Y, Liu Y, Van H J 1998 *Scripta Mater.* **39** 1047
  - [22] Miyazaki S, Otsuka K, Suzuki Y 1981 *Scripta Metall.* **15** 287
  - [23] Otsuka K, Ren X 2005 *Pro. Mater. Sci.* **50** 511
  - [24] Shaw J A, Kyriakides S 1997 *Acta Mater.* **45** 683
  - [25] Nishida M, Li S, Kitamura K, Furukawa T, Chiba A, Hara T 1998 *Scripta Mater.* **39** 1749
  - [26] Goo E, Duerig T, Melton K, Sinclair R 1985 *Acta Metal.* **33** 1725
  - [27] Li S, Yamauchi K, Maruhashi Y, Nishida M 2003 *Scripta Mater.* **49** 723

# In-situ neutron diffraction study of micromechanical interaction and phase transformation in dual phase NiTi alloy during tensile loading\*

Sun Guang-Ai<sup>1)(2)†</sup> Wang Hong<sup>1)</sup> Wang Xiao-Lin<sup>1)(2)</sup> Chen Bo<sup>1)</sup> Chang Li-Li<sup>3)</sup>  
Liu Yao-Guang<sup>1)</sup> Sheng Liu-Si<sup>2)</sup> Woo Wanchuck<sup>4)</sup> Kang Mi-Hyun<sup>4)</sup>

1) (*Key Laboratory for Neutron Physics of Chinese Academy of Engineering Physics, Institute of Nuclear Physics and Chemistry, Mianyang 621900, China*)

2) (*Department of Nuclear Science and Technology, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China*)

3) (*School of Materials Science and Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China*)

4) (*Neutron Science Division Korea Atomic Energy Research Institute, Daejon 305-353, South Korea*)

(Received 13 April 2012; revised manuscript received 18 June 2012)

## Abstract

It is well known that the shape memory effect of NiTi alloy is closely related to the micro-structural characteristics. Neutron diffraction method can be used to explore the changes of the phase transformation, lattice strain and twining reorientation of bulk NiTi alloy during deformation caused by the applied stress. In this paper, combining the four types of deformation characteristics in the macro stress-strain curves of dual phase NiTi alloy and using in-situ neutron diffraction measurement, the micromechanical interactions and phase transformation are determined. The volume fraction of the initial austenite before deformation is about 22%. The contrast transformation, which is corresponding to the lattice strain rapid decreasing of  $(110)_{B2}$  and increasing of  $(002)_{B19'}$ , reveals that the stress-induced transformation from austenite to martensite phase appears with the volume fraction of austenite decreasing rapidly and  $\langle 011 \rangle$  II type twinning increases at the low strain hardening stage. At the same time, the initial martensite grains change their orientation to a favorable direction and the new  $\{20\bar{1}\}$  type martensite twinnings induced with the increase of applied stress cannot recover after unloading. At the high strain hardening stage, the twinning deformation is considered to be the main mechanism from the observing of the changes in the full width at half maximum (FWHM). Meanwhile, the slipping caused by dislocation is the main deformation mechanism corresponding to the obvious increase of the FWHM at the saturated stage of the strain hardening.

**Keywords:** shape memory alloy, neutron diffraction, micromechanical interactions, phase transformation

**PACS:** 61.05.fm, 81.40.Jj

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 91126001, 11105128, 51001024), the Science and Technology Foundation of Chinese Academy of Engineering Physics (Grant No. 2010A0103002), and the Science and Technology Innovation Fund of Institute of Nuclear Physics and Chemistry of Chinese Academy of Engineering Physics (Grant No. 2009CX01).

† E-mail: guangaisun\_80@163.com