

14,08

# Влияние поверхностного Ti-Ni-Ta сплава субмикронной толщины на механические свойства сплава TiNi до и после термоциклирования системы [поверхностный Ti-Ni-Ta сплав|TiNi-подложка]

© Ф.А. Дьяченко, Д. Чепелев, В.В. Лобань, Л.Л. Мейснер

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,  
Томск, Россия

E-mail: dfa@ispms.ru

Поступила в Редакцию 6 марта 2025 г.

В окончательной редакции 7 марта 2025 г.

Принята к публикации 7 марта 2025 г.

Установлены закономерности изменения механических свойств сплава TiNi с синтезированным поверхностным сплавом на основе системы Ti-Ni-Ta толщиной  $< 1 \mu\text{m}$  при испытаниях на кручение. Синтез проводили путем чередования операций осаждения легирующей пленки  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  (at.%) и жидкофазного перемешивания системы пленка|подложка с помощью низкоэнергетического сильноточного электронного пучка. Показано, что наличие поверхностного сплава приводит к сохранению напряжений начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M \approx 460$  МПа, увеличению ширины механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  на  $\sim 25$  МПа, а также к улучшению способности материала накапливать и возвращать неупругую деформацию  $\gamma_{SE}$  на  $\sim 0.2\%$  больше по сравнению со значениями в образцах TiNi без облучения и легирования. Обнаружено, что уменьшение толщины поверхностного сплава не приводит к повышению трещиностойкости синтезированного поверхностного слоя. Установлено, что термоциклирование модифицированных образцов в интервале температур мартенситного превращения B2–B19' приводит к изменению упруго-напряженного состояния в системе [поверхностный сплав|TiNi-подложка], что оказывает влияние на снижение напряжений  $\tau_M$  на  $\sim 100$  МПа, а также на повышение трещиностойкости синтезированного поверхностного слоя.

**Ключевые слова:** электронно-пучковый синтез, испытания на кручение, мартенситные превращения, морфология поверхности.

DOI: 10.61011/FTT.2025.03.60273.45-25

## 1. Введение

Для изготовления миниатюрных изделий медицинского (эндохирургический инструментарий, сосудистые имплантаты, стоматологические изделия и др.) [1–6] и немедицинского (актуаторы, датчики температуры, демпфирующие устройства и др.) [7–9] назначения используют сплавы на основе никелида титана (сплавы TiNi), обладающие эффектами памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ). Ключевыми проблемами сплавов TiNi являются: 1) деградация их физико-механических [10] и коррозионных [11] свойств в связи с накоплением усталостных дефектов; 2) низкая рентгеноконтрастность миниатюрных изделий из данных сплавов [12] и 3) их токсичное воздействие на человеческий организм [3,4,6].

Для улучшения физико-механических свойств, коррозионной стойкости, рентгеноконтрастности и биосовместимости сплавов TiNi, при условии сохранения неупругих характеристик сплава (ЭПФ-СЭ), используют аддитивный тонкопленочный электронно-пучковый способ синтеза [13], который позволяет формировать многокомпонентные поверхностные сплавы (ПС, SA) [13–20] за-

данного химического состава (на основе трех- (Ti-Ni-Ta, Ti-Ni-Nb) [13–18] и четырехкомпонентных (Ti-Ni-Ta-Si, Ti-Ni-Nb-Si) [19,20] систем) и толщины ( $\sim 1\text{--}2 \mu\text{m}$ ). Способ синтеза ПС [13–20] заключается в многократном чередовании операций осаждения легирующей пленки определенного состава ( $\text{Ti}_{85-70-60}\text{Me}_{15-30-40}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Me}_{30}\text{Si}_{10}$  (at.%), где Me: Ta, Nb) и толщины ( $\sim 50\text{--}100$  nm) и жидкофазного перемешивания компонентов пленки и подложки с помощью импульсного широкоапертурного (до  $\sim 10 \text{cm}^2$ ) низкоэнергетического ( $\leq 30 \text{keV}$ ) сильноточного (до  $\sim 25 \text{kA}$ ) электронного пучка (НСЭП) с плотностью энергии до  $\sim 2.5 \text{J/cm}^2$  при длительности импульса  $\sim 2\text{--}4 \mu\text{s}$  в едином вакуумном цикле.

В исследованиях [13–15] продемонстрирована эффективность электронно-пучкового способа синтеза аморфного ПС на основе системы Ti-Ni-Ta толщиной  $\sim 2 \mu\text{m}$  с заданными структурными характеристиками и свойствами. Показано, что синтезированный ПС с аморфной структурой по своим физико-механическим свойствам (высокая прочность и пластичность, механическая совместимость с TiNi-подложкой [14,15]) и пониженной концентрацией никеля на поверхности [13,14] обла-

дает большим потенциалом применения в индустрии миниатюрных изделий медицинского и немедицинского назначения в качестве защитных барьерных слоев на поверхности сплавов TiNi. В [12,13] показано, что проводочные образцы из сплава TiNi, легированные Ta, в ходе ангиографических съемок обладают в  $\sim 2$  раза большей рентгеноконтрастностью по сравнению с ангиограммами от голометаллических образцов. Результаты недавних исследований [15] показали, что при циклических испытаниях на кручение аморфный ПС толщиной  $\sim 2 \mu\text{m}$  не оказывает критического влияния на интегральные свойства TiNi-подложки, а, напротив, приводит к улучшению неупругих характеристик образцов-прототипов миниатюрных изделий из сплава TiNi. Электронно-микроскопические исследования поверхности показали [15], что после механических испытаний данный ПС не отслаивается от TiNi-подложки.

Известно, что размеры миниатюрных изделий из сплавов TiNi для медицины и техники варьируются в диапазоне от нескольких сотен нанометров до десятков миллиметров [3–6,8]. Для миллиметровых изделий контролируемые модификация поверхности и улучшение свойств поверхностных слоев толщиной от  $\sim 100 \text{ nm}$  до  $\sim 1\text{--}5 \mu\text{m}$  позволяют, кардинально изменяя свойства материала в прилежащих к поверхности слоях, сохранять его объемную структуру и свойства (в том числе ЭПФ-СЭ) [13–20]. В тех случаях, когда миниатюрные изделия из сплавов TiNi имеют размеры  $\leq 1 \text{ mm}$  (например, эндохирургический инструментарий, сосудистые имплантаты, стоматологические изделия [1–6]), объемная структура и свойства материала подложки во многом будут определяться свойствами модифицированного слоя (его твердостью и пластичностью, уровнем остаточных упругих напряжений, возникающих после облучения). В этом случае, с одной стороны, необходимо, чтобы материал сохранял необходимые неупругие свойства (ЭПФ-СЭ). С другой стороны, требуется улучшать как физико-механические, так и поверхностно-чувствительные свойства материала подложки. В связи с этим, перспективной представляется возможность модификации поверхности миниатюрных изделий ( $\leq 1 \text{ mm}$ ) из сплавов TiNi и управления механическими свойствами материала подложки путем изменения толщины аморфного ПС, то есть синтезировать поверхностный слой толщиной  $\leq 1 \mu\text{m}$ .

Второй причиной понижения толщины аморфного ПС являются результаты, полученные в работе [15]. Показано, что после циклических испытаний на кручение (при 20 циклах нагружения/разгружения, до накапливаемой деформации кручения  $\gamma_{\text{max}} \approx 4\%$ , со скоростью кручения  $\sim 4\%/ \text{min}$ ) на поверхности ПС были обнаружены локальные области с микротрещинами. Как показывают результаты исследований [21–23], формирование тонких ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ) аморфных металлических пленок на поверхности функциональных (сплав TiNi [21]) и конструкционных (нержавеющая сталь [22], сплав Ti-6Al-4V [23]) материалов, способствует увеличению пластичности синте-

зированного поверхностного слоя, а также усталостных характеристик (предела выносливости, критического напряжения до разрушения) систем [пленка|подложка]. Результаты собственных исследований [17] показывают, что после испытаний на изгиб (до деформации  $\sim 2\%$ , со скоростью нагружения  $\sim 0.5 \text{ mm/min}$ ) на поверхности аморфного ПС на основе Ti-Ni-Ta (толщиной  $\leq 1 \mu\text{m}$ ) [16] не было обнаружено нарушений сплошности поверхностных слоев (растрескивания или отслоения ПС от TiNi-подложки).

Таким образом, учитывая результаты исследований [16,17,21–23], есть основания предполагать влияние масштабного фактора на свойства системы [SA|TiNi-подложка], то есть уменьшение толщины аморфного ПС может 1) обеспечивать улучшение свойств миниатюрных изделий (толщиной  $\leq 1 \text{ mm}$ ) без критического влияния на неупругие свойства TiNi-подложки (ЭПФ-СЭ), а также 2) способствовать повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка].

Известно [6,9,24], что перед применением миниатюрные изделия из сплавов TiNi термомеханически циклируют для получения стабилизированных значений термомеханических и неупругих характеристик. Для этого достаточно выполнить циклирование с набором от  $\sim 10$  до  $\sim 20$  циклов [24], что позволяет достичь на последних циклах оптимальные значения термомеханических и неупругих характеристик для эксплуатации материала.

В [25–27] показано, что в ходе термоциклирования (ТС) сплавов TiNi с увеличением числа циклов в материале может накапливаться необратимая пластическая деформация, которая является причиной деградации неупругих свойств (ЭПФ-СЭ), в том числе уменьшения работоспособности материала. Одним из самых простых способов термоциклирования является схема через интервал температур мартенситного превращения B2–B19', которая заключается в многократном повторении цикла „охлаждение ниже температуры завершения прямого мартенситного превращения  $M_f$  — нагрев выше температуры завершения обратного мартенситного превращения  $A_f$ “. В [26] обнаружено, что для сплавов TiNi в крупно- и ультрамелкозернистом состояниях термоциклирование может приводить к изменениям микроструктуры, например, к образованию и размножению дислокаций, изменению внутренних напряжений в материале. Структурные изменения, возникающие в ходе термоциклирования, могут оказывать влияние на механические свойства материала, в том числе на параметры, характеризующие ЭПФ-СЭ.

Ранее, в работах [13–20] не было установлено, какое влияние оказывает наличие ПС на механические свойства сплава TiNi после термоциклирования систем [SA|TiNi-подложка] в интервале температур мартенситного превращения B2–B19'. Не установлено, как после термоциклирования изменяются механические свойства системы [SA|TiNi-подложка] в условиях испытаний на кручение. Отсутствуют сведения о том, окажет ли влияние термоциклирование на нарушение сплошности ПС.

В ходе продолжения исследований [15], в настоящей работе обсуждаются следующие вопросы:

1) каким образом изменение толщины синтезированного ПС с аморфной структурой окажет влияние на деформационное поведение системы [SA|TiNi-подложка] при механических испытаниях на кручение;

2) не установлено поведение системы [SA|TiNi-подложка] после термоциклирования, в том числе не исследовано влияние термоциклирования на механические свойства и морфологию поверхности системы [SA|TiNi-подложка].

Цель работы — при испытаниях на кручение неплюсских образцов-прототипов миниатюрных изделий установить закономерности изменения механических свойств сплава TiNi с синтезированным на его поверхности ПС на основе системы Ti-Ni-Ta, обладающим аморфной структурой и толщиной  $\leq 1 \mu\text{m}$ , в том числе установить поведение системы [SA|TiNi-подложка] после термоциклирования в интервале температур мартенситного превращения B2–B19'.

## 2. Материалы, методы обработок и исследований

### 2.1. Материалы и методы подготовки поверхности

В работе использовали сплав TiNi марки ТН-1, полученный методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем (МАТЭК-СПФ, Россия). Химический состав сплава: Ti (баланс)-55.75 Ni-0.035 O-0.02 C-0.003 N-0.001 H (wt.%). Соотношение Ti:Ni в фазе B2(TiNi) соответствовало составу 49:51 (at.%). Температуры начал ( $M_s, A_s$ ) и завершений ( $M_f, A_f$ ) прямого и обратного мартенситных превращений B2  $\rightleftharpoons$  B19':  $M_s=288 \pm 2 \text{ K}$ ,  $M_f=268 \pm 2 \text{ K}$ ,  $A_s=308 \pm 2 \text{ K}$ ,  $A_f=313 \pm 2 \text{ K}$ .

Образцы в форме прямоугольных параллелепипедов размерами  $1 \times 1 \times 25 \text{ mm}$  были вырезаны методом электроэрозионной резки в воде из исходного листового полуфабриката. Подготовку поверхности образцов проводили поэтапно: (1) химическое травление, (2) вибромеханическая обработка, (3) ультразвуковая очистка, (4) электролитическая полировка, (5) ультразвуковая очистка. В [15] приведено подробное описание режимов подготовки поверхности. Образцы, приготовленные таким образом, обозначены как TiNi.

### 2.2. Аддитивный тонкопленочный электронно-пучковый синтез поверхностного сплава на основе системы Ti-Ni-Ta

Синтез ПС на основе Ti-Ni-Ta на поверхности образцов TiNi проводили на модифицированной автоматизированной установке „РИТМ-СП“ (Микросплав, Россия) [28,29] в едином вакуумном цикле. В рабочей

камере установки прямоугольные образцы закрепляли в оснастке таким образом, чтобы модификация поверхности происходила одновременно для двух граней образцов. Образцы устанавливали на подвижном рабочем столе, который перемещали, что позволяло проводить операции осаждения пленки и ее импульсного электронно-пучкового жидкофазного перемешивания с подложкой в едином вакуумном цикле. Затем проводили напуск, переворачивали образцы и проводили обработку двух оставшихся граней.

С целью выглаживания поверхности и гомогенизации поверхностного слоя образцов TiNi применяли импульсную обработку низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) в режиме поверхностного плавления (плотность энергии электронного пучка  $E_s = 2.5 \text{ J/cm}^2$ , количество импульсов воздействия  $n = 10$ , максимальная энергия электронов  $U = 21 \text{ keV}$ , длительность импульса  $\sim 2-3 \mu\text{s}$ ).

Затем на поверхность образцов TiNi магнетронным методом, одновременно с двух магнетронов, осаждали пленку Ti<sub>60</sub>Ta<sub>40</sub> (at.%) толщиной  $\sim 100 \text{ nm}$  путем распыления однокомпонентных мишеней из чистых элементов Ti (99.95 wt.%) и Ta (99.95 wt.%) (Гирмет, Россия). Состав осаждаемой пленки контролировали методом энергодисперсионной спектроскопии (кремниевый дрейфовый детектор X-АСТ (Oxford Instruments, Великобритания)) на растровом электронном микроскопе (РЭМ) LEO EVO 50 (Zeiss, Германия) при ускоряющем напряжении  $U = 10 \text{ kV}$ . Согласно измерениям, состав пленки соответствовал расчетному с точностью до  $\pm 2 \text{ at.}\%$ . Пленка практически не содержала углерода. Концентрация кислорода в ней не превышала нескольких at.%.

Электронно-пучковое жидкофазное перемешивание системы [Ti-Ta-пленка|TiNi-подложка] выполняли с помощью НСЭП в режиме  $E_s = 2 \text{ J/cm}^2$ ,  $n = 10$ ,  $U = 17 \text{ keV}$ , длительность импульса  $\sim 2-3 \mu\text{s}$ . Число циклов синтеза „осаждения/плавления“ повторяли 2 раза. Температура TiNi-подложки к концу синтеза не превышала  $\sim 473 \text{ K}$ . С использованием данного режима, ожидаемая толщина синтезированного ПС на основе Ti-Ni-Ta составляла  $\sim 200 \text{ nm}$ . Образцы TiNi после синтеза ПС на его поверхности обозначены как TiNi-SA.

### 2.3. Термоциклирование системы [поверхностный сплав|TiNi-подложка]

Образцы TiNi-SA подвергали термоциклированию с числом циклов „нагрев/охлаждение“, равным 20. Цикл термоциклирования осуществляли путем охлаждения образцов в жидком азоте до температуры 77.4 K и последующего нагрева в кипящей воде до температуры 373 K, что, соответственно, ниже и выше температур завершений прямого  $M_f$  и обратного  $A_f$  мартенситных превращений B2  $\rightleftharpoons$  B19'. Время выдержки в нагретом и охлажденном состояниях составляло  $\sim 30 \text{ s}$ . Образцы TiNi-SA после термоциклирования обозначены как TiNi-SA-TC.

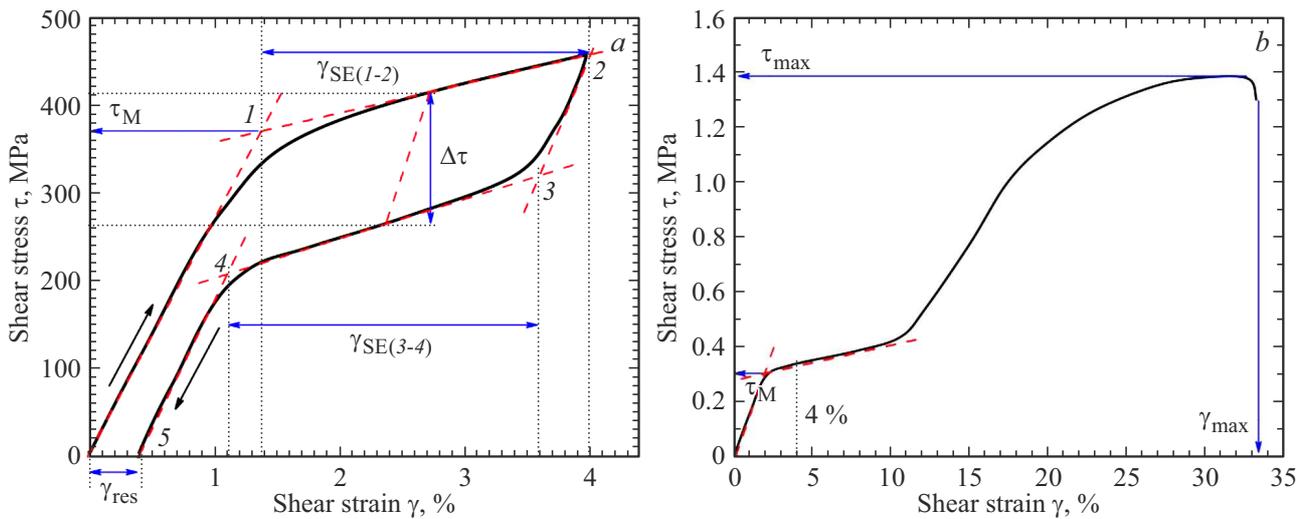


Рис. 1. Схематический вид зависимостей напряжение сдвига  $\tau$  от деформации кручения  $\gamma$  *a* — в ходе циклических испытаний и *b* — до разрушения образцов.

## 2.4. Испытания на кручение

Испытания на кручение проводили на испытательной машине „НДВ-100“ (Метротест, Россия) в соответствии с ГОСТ 3565-80 [30]. С использованием программного обеспечения „М-Text АСУ“ (Метротест, Россия) проводили управление испытательной машиной и построение деформационных кривых. Длина рабочей части образцов  $l \approx 18$  mm. Кручение проводили при температуре  $T \approx 298 \pm 1$  K, по часовой стрелке. Перед испытаниями один конец образца закрепляли неподвижно вместе с датчиком измерения крутящего момента силы  $M$ , второй — помещали в подвижный патрон с закрепленным на нем датчиком угла закручивания  $\varphi$ . Регистрацию прилагаемых к образцам нагрузок проводили с использованием тензометрического датчика, для которого верхний предел измерений крутящего момента составлял  $\sim 10$  N·m. Перед проведением испытаний для всех образцов проводили измерения площади их поперечного сечения. При разных режимах нагружения испытаниям на кручение подвергали минимум по 3 образца из групп TiNi, TiNi-SA, а также TiNi-SA-TC.

Накапливаемую и возвращаемую деформацию в ходе кручения фиксировали в виде кривых „крутящий момент силы  $M$  — угол закручивания  $\varphi$ “, которые перестраивали в зависимости „напряжения сдвига  $\tau$  — деформация кручения  $\gamma$ “ (рис. 1).

Значения касательных напряжений  $\tau$  рассчитывали по формуле [31]

$$\tau = \frac{M}{J} = \frac{M6}{d^3},$$

где  $M$  — крутящий момент силы,  $J$  — момент сопротивления,  $d$  — среднее арифметическое толщины образца.

Деформацию кручения  $\gamma$  определяли по формуле [31]

$$\gamma = \frac{\varphi d 0.5}{l 180^\circ / \pi} \cdot 100\%,$$

где  $\varphi$  — угол закручивания,  $l$  — длина рабочей части образца.

**2.4.1. Циклические испытания.** Цикл испытаний состоял из закручивания образца с постоянной скоростью  $\sim 4\%/min$  до величины деформации  $\gamma_{max} \approx 4\%$ . Затем с такой же скоростью вращения в противоположном направлении снимали нагрузку до нуля. Количество циклов испытаний  $N$  было выбрано равным 20, так как известно [6,9,24], что готовые миниатюрные изделия из сплавов TiNi термомеханически циклируют с набором от  $\sim 10$  до  $\sim 20$  циклов и рассматривают стабилизированные значения их термомеханических и неупругих характеристик на последних циклах. По полученным экспериментальным данным определяли параметры (рис. 1, *a*):

- 1)  $\tau_M$  — напряжение начала накопления мартенситной деформации,
- 2)  $\Delta\tau$  — механический гистерезис напряжений,
- 3)  $\gamma_{SE}$  — неупругая деформация, накапливаемая при нагружении выше предела упругости  $\gamma_{SE(I-2)}$  и обратимая при разгрузке  $\gamma_{SE(3-4)}$ ,
- 4)  $\gamma_{res}$  — остаточная деформация, накапливаемая после каждого цикла испытаний.

Далее строили зависимости этих параметров от цикла испытаний  $N$ .

**2.4.2. Испытания до разрушения.** Испытания состояли из закручивания образцов с постоянной скоростью  $\sim 4\%/min$  до регистрации их разрушения. После испытаний определяли параметры (рис. 1, *b*):

- 1)  $\tau_M$  — напряжение начала накопления мартенситной деформации,

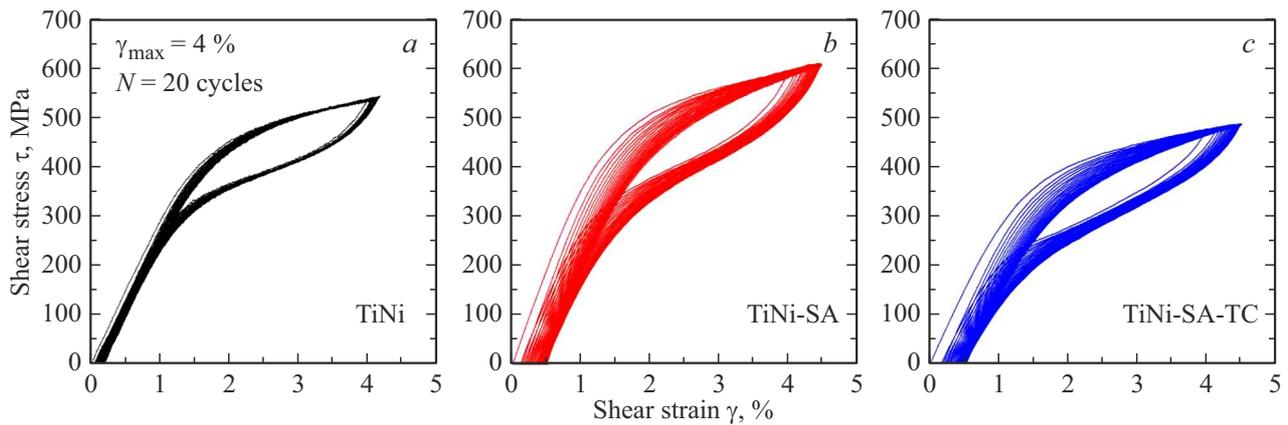


Рис. 2. Зависимости напряжения сдвига  $\tau$  от деформации кручения  $\gamma$ , полученные при циклических испытаниях на кручение образцов: *a* — TiNi, *b* — TiNi-SA и *c* — TiNi-SA-TC.

- 2)  $\tau_{\max}$  — предел прочности при кручении,
- 3)  $\gamma_{\max}$  — максимальная деформация до разрушения.

## 2.5. Электронно-микроскопический анализ поверхности

Исследования морфологии поверхности образцов выполнены на микроскопах LEO EVO 50 (Zeiss, Германия) и Apreo 2S (Thermo Fisher Scientific, США) в режимах получения изображений во вторичных и обратно-рассеянных электронах при ускоряющем напряжении  $U = 10\text{--}20\text{ кВ}$  и силе тока  $I = 1.5\text{--}2\text{ нА}$ .

Исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования „НАНОТЕХ“ Института физики прочности и материаловедения СО РАН (Россия, Томск).

## 3. Результаты и их обсуждение

Согласно данным [16], сформированный в данной работе по тому же режиму ПС на основе системы Ti-Ni-Ta состоит преимущественно из аморфной структуры и имеет толщину  $< 1\text{ мкм}$ . Средний химический состав ПС описывается формулой  $\text{Ti}_{\sim 50}\text{Ni}_{\sim 40}\text{Ta}_{\sim 10}$  (at.%). Под аморфным слоем расположен мартенситный подслои толщиной  $\leq 100\text{ нм}$ , состоящий из фазы B19'(TiNi), который граничит с нелегированной областью TiNi-подложки, расположенной в зоне термического влияния. Рассмотрим изменения механических свойств в образцах TiNi-SA при испытаниях на кручение.

### 3.1. Влияние поверхностного Ti-Ni-Ta сплава субмикронной толщины на механические свойства сплава TiNi при испытаниях на кручение

**3.1.1. Циклические испытания.** На рис. 2 приведены кривые „напряжение сдвига  $\tau$  — деформация

кручения  $\gamma$ “, полученные при испытаниях образцов TiNi (рис. 2, *a*) и TiNi-SA (рис. 2, *b*).

Как видно, в обеих группах образцов кривые накопления и возврата деформации подобны и имеют „флагообразный“ вид с узким гистерезисом, характерный для сплавов TiNi с эффектом сверхэластичности [3,4,15,20,24]: вначале, при увеличении приложенной нагрузки, наблюдается линейная стадия накопления упругой деформации в фазе B2(TiNi), за которой следует площадка, где накопление неупругой деформации  $\gamma_{SE}$  осуществляется при напряжении начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$ , в результате мартенситного превращения, инициированного нагружением и увеличением объемной доли мартенситной фазы. Если в пределах накопленной неупругой деформации убрать приложенную нагрузку, то материал вернет неупругую и упругую деформации, накапливаемые в ходе нагружения.

Из рис. 2, *a* видно, что при испытаниях образцов TiNi на линейных стадиях накопления и возврата упругой деформации форма кривых  $\tau(\gamma)$  повторяется при накоплении  $N$  от 1 до 20. На стадиях накопления и возврата неупругой деформации форма кривых  $\tau(\gamma)$  изменяется от 1-го до 10-го цикла, после чего, при  $N$  от  $\sim 10$  до 20, стабилизируется. При испытаниях образцов TiNi-SA обнаружено влияние синтезированного ПС на форму кривых  $\tau(\gamma)$ , что указывает на изменение механических свойств в этих образцах (рис. 2, *b*). Далее, в образцах TiNi до и после синтеза ПС, для оценки циклической устойчивости механических и неупругих свойств значения исследуемых параметров приведены на 20-м цикле.

На рис. 3, *a* приведены зависимости напряжения начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  от количества циклов  $N$ . Видно, что при накоплении  $N$  от 1 до 20 в образцах TiNi и TiNi-SA значения  $\tau_M$ , измеренные на 20-м цикле, равны между образцами и составляют  $\sim 460\text{ МПа}$  (кривые 1 и 2). Повышенные значения  $\tau_M$  в образцах TiNi-SA при накоплении  $N$  от 1

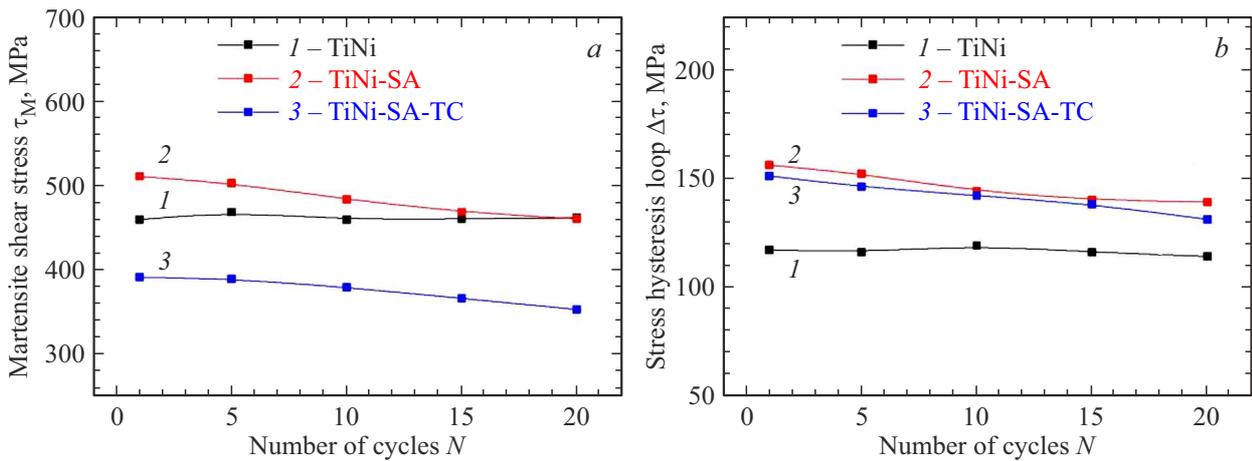


Рис. 3. Зависимости напряжения начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  (a) и механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  (b) от количества циклов нагружения/разгружения  $N$  для образцов: 1 — TiNi, 2 — TiNi-SA и 3 — TiNi-SA-TC.

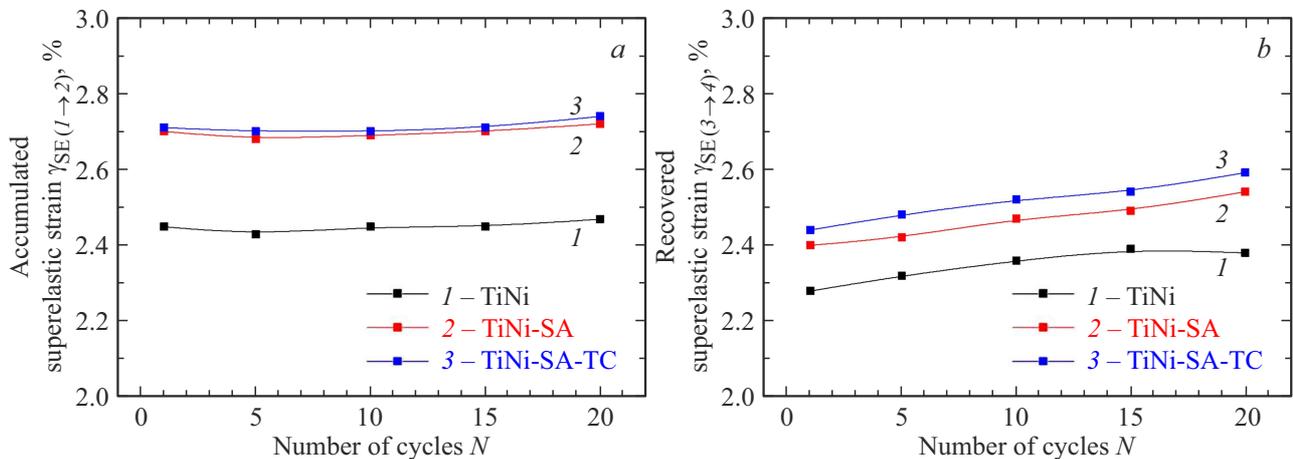


Рис. 4. Зависимости неупругой деформации  $\gamma_{SE}$ , накапливаемой при нагружении  $\gamma_{SE(1 \rightarrow 2)}$  (a) и обратимой при разгрузении  $\gamma_{SE(3 \rightarrow 4)}$  (b), от количества циклов нагружения/разгружения  $N$  для образцов: 1 — TiNi, 2 — TiNi-SA и 3 — TiNi-SA-TC.

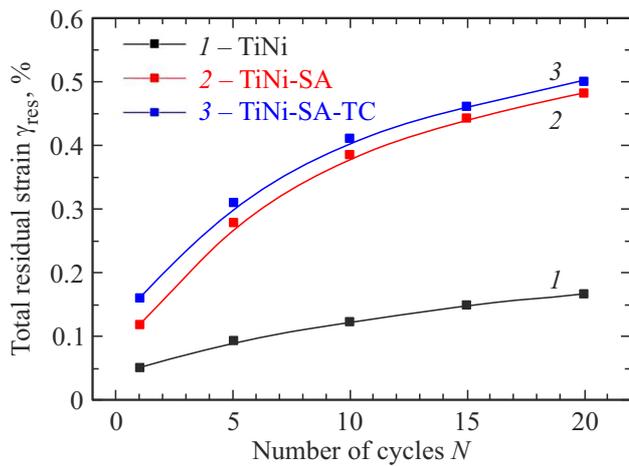
до  $\sim 10$  обусловлены тем, что на стадиях накопления деформации кручения к модифицированным образцам требуется приложить более высокий крутящий момент сил, что, вероятно, связано с упрочнением поверхностного слоя в этих образцах.

На рис. 3, b приведены зависимости механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  от количества циклов  $N$ . Обнаружено, что в образцах TiNi-SA при накоплении  $N$  от 1 до 20 произошло расширение петли механического гистерезиса на  $\sim 25$  МПа (кривые 1 и 2). Это может указывать на то, что наличие ПС препятствует обратимости мартенситного превращения.

Зависимости неупругой деформации  $\gamma_{SE}$ , накапливаемой при нагружении  $\gamma_{SE(1 \rightarrow 2)}$  и обратимой при разгрузении  $\gamma_{SE(3 \rightarrow 4)}$  от количества циклов  $N$  приведены на рис. 4, a и b соответственно. Обнаружено, что значения  $\gamma_{SE(1 \rightarrow 2)}$  и  $\gamma_{SE(3 \rightarrow 4)}$  в образцах TiNi-SA составляют  $\sim 2.7$  и  $\sim 2.5\%$  соответственно (кривые 2), что на  $\sim 0.2\%$  больше, чем значения  $\gamma_{SE(1 \rightarrow 2)}$  и  $\gamma_{SE(3 \rightarrow 4)}$  в образцах

TiNi (кривые 1). Увеличение продолжительности стадий накопления и возврата неупругой деформации  $\gamma_{SE}$  на кривых  $\tau(\gamma)$  можно объяснить тем, что приложение более высокого крутящего момента сил к упрочненным образцам TiNi-SA привело к тому, что в процессе накопления и возврата  $\gamma_{SE}$  в образцах TiNi-SA вовлеклась большая объемная доля материала TiNi-подложки, в котором происходило обратимое мартенситное превращение  $B2 \rightleftharpoons B19'$ , что в результате привело к росту долей накопленной  $\gamma_{SE(1 \rightarrow 2)}$  и возвращенной  $\gamma_{SE(3 \rightarrow 4)}$  деформаций кручения.

На рис. 5 приведены зависимости остаточной деформации  $\gamma_{res}$  от количества циклов  $N$ . Видно, что наличие ПС оказывает влияние на увеличение способности сплавом TiNi накапливать  $\gamma_{res}$ . Так, при накоплении 20 циклов в образцах TiNi и TiNi-SA значения  $\gamma_{res}$  составляют  $\sim 0.17$  и  $\sim 0.48\%$  соответственно (кривые 1 и 2). После испытаний невозврат деформации при накоплении  $N$  от 1 до 20, наблюдаемый в образцах TiNi,



**Рис. 5.** Зависимости остаточной деформации  $\gamma_{res}$ , накапливаемой после каждого цикла испытаний с учетом предыдущих от количества циклов нагружения/разгрузки  $N$ , для образцов: 1 — TiNi, 2 — TiNi-SA и 3 — TiNi-SA-TC.

обусловлен наличием некоторой остаточной доли мартенситной фазы, существование которой в сплаве TiNi данного состава возможно при  $T \approx 298$  К. В образцах TiNi-SA, несмотря на то, что доли накопленной  $\gamma_{SE(1-2)}$  и возвращенной  $\gamma_{SE(3-4)}$  деформаций кручения увеличились, увеличение параметра  $\gamma_{res}$  связано с тем, что на микромасштабном уровне произошли необратимые процессы. Как будет показано ниже при анализе РЭМ-изображений, увеличение параметров  $\Delta\tau$  и  $\gamma_{res}$  связано с растрескиванием поверхности образцов TiNi-SA. Тем не менее, последующий нагрев образцов TiNi-SA до температуры  $T \approx 308 \pm 1$  К приводит к уменьшению  $\gamma_{res}$ , что допустимо для биомедицинского применения сплава TiNi [1–6].

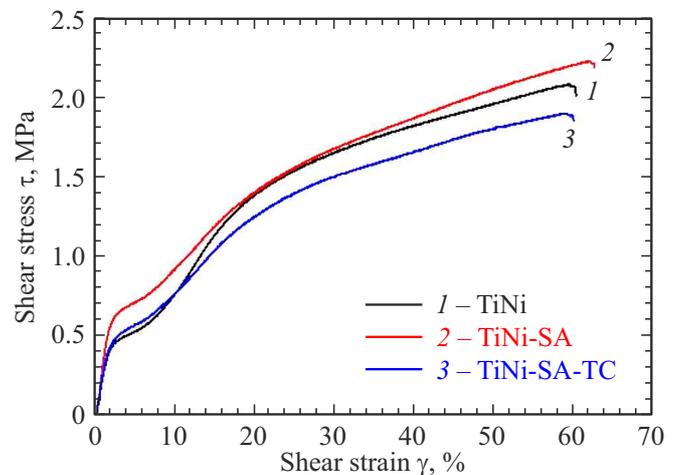
Таким образом, из анализа зависимостей на рис. 2–5 следует, что несмотря на малую толщину аморфного ПС ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ), его влияние на TiNi-подложку заметно, а закономерности изменения параметров от количества циклов  $N$  подобны, как и при испытаниях аморфного ПС толщиной  $\sim 2 \mu\text{m}$  [15].

**3.1.2. Испытания до разрушения.** На рис. 6 приведены кривые „напряжение сдвига  $\tau$  — деформация кручения  $\gamma$ “, полученные при испытаниях образцов TiNi (кривая 1) и TiNi-SA (кривая 2). Как видно, кривые  $\tau(\gamma)$  при испытаниях до разрушения имеют характерный вид для материалов, испытывающих мартенситные превращения [4,10,26]: при увеличении приложенной нагрузки вначале наблюдается линейная стадия накопления упругой деформации в фазе B2(TiNi), за которой при напряжениях  $\tau_M$  следует площадка мартенситной текучести, на которой накопление деформации  $\gamma_{SE}$  осуществляется в результате мартенситного превращения. При увеличении нагрузки следует линейная стадия, характеризующая накопление упругой деформации мартенситной фазы. Далее, следует площадка, на которой материал начина-

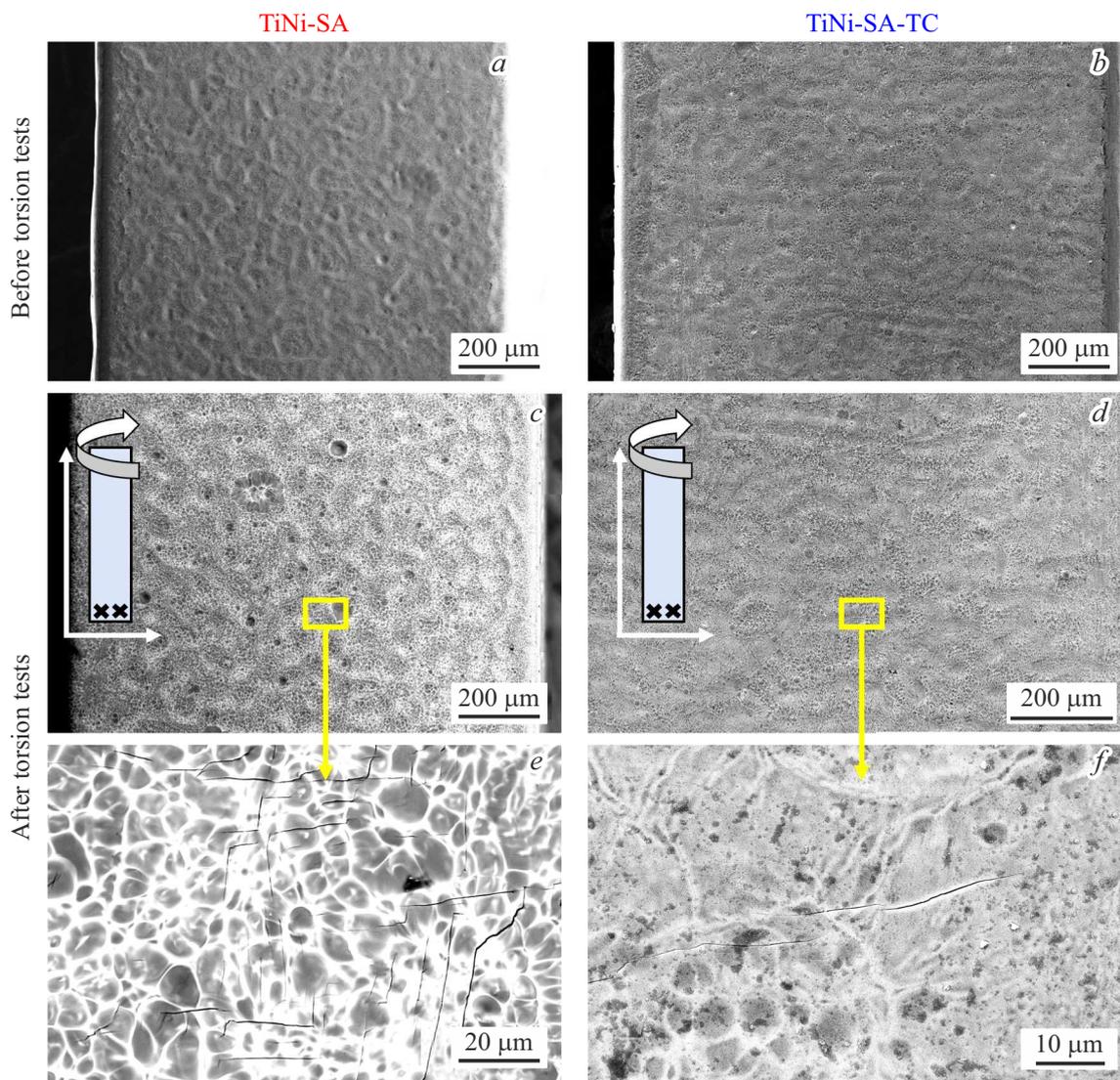
ет накапливать пластическую деформацию и, наконец, разрушаться.

Из рис. 6 видно, что наличие ПС не повлияло на вид кривой  $\tau(\gamma)$ . Это означает, что деформационное поведение образцов TiNi-SA не подверглось изменениям на всех стадиях накопления деформации. Однако, как и в случае циклических испытаний, наличие ПС на поверхности образцов сплава TiNi приводит к увеличению напряжений  $\tau_M$ . В ходе накопления деформации  $\gamma \geq 4\%$  в образцах TiNi-SA на площадке мартенситной текучести сохраняются высокие значения  $\tau$ , относительно значений в образцах TiNi. Предел прочности при кручении  $\tau_{max}$  в образцах TiNi-SA составляет  $\sim 2.22$  GPa, что на  $\sim 150$  МПа больше, чем значения  $\tau_{max}$  в образцах TiNi, для которых  $\tau_{max} \approx 2.07$  GPa. Вероятно, увеличение напряжений  $\tau_{max}$  в образцах TiNi-SA связано с тем, что в ходе испытаний до разрушения синтезированный слой не претерпевает сильного растрескивания или отслоения от материала подложки, вследствие чего его влияние сохраняется на всех стадиях накопления деформации вплоть до разрушения образцов. Отметим, что в образцах TiNi-SA накопление максимальной деформации до разрушения  $\gamma_{max}$  составляет  $\sim 63\%$ , что близко к значениям в образцах TiNi, для которых  $\gamma_{max} \approx 60\%$ . Это означает, что наличие ПС на поверхности сплава TiNi не подавляет способность материала накапливать пластическую деформацию.

Таким образом, из анализа зависимостей на рис. 6 следует, что наличие аморфного ПС толщиной  $< 1 \mu\text{m}$  на поверхности сплава TiNi приводит к росту предела прочности при кручении  $\tau_{max}$  до  $\sim 2.22$  GPa без влияния на способность материала накапливать максимальную деформацию  $\gamma_{max}$ , которая составляет  $\sim 63\%$ .



**Рис. 6.** Зависимости напряжения сдвига  $\tau$  от деформации кручения  $\gamma$ , полученные при испытаниях на кручение до разрушения образцов: 1 — TiNi, 2 — TiNi-SA и 3 — TiNi-SA-TC.



**Рис. 7.** РЭМ-изображения поверхности образцов до (*a, b*) и после (*c–f*) циклических испытаний на кручение ( $\gamma_{\max} = 4\%$ ,  $N = 20$ ,  $T = 298 \pm 1$  К) образцов: *a, c, e* — TiNi-SA; *b, d, f* — TiNi-SA-TC.

### 3.2. Электронно-микроскопические исследования морфологии поверхностного Ti-Ni-Ta сплава субмикронной толщины после циклических испытаний на кручение

С целью исследований нарушения сплошности ПС проведен анализ сколов и трещин, а также поиск областей с отслаиванием ПС от материала подложки после проведения циклических испытаний на кручение. В [15] приведены результаты РЭМ-исследований поверхности образцов TiNi без облучения и легирования. Показано, что поверхность образцов TiNi, приготовленная с использованием механических и электрохимических обработок, однородна, а после циклических испытаний на поверхности не обнаружены сколы или трещины. На рис. 7 приведены РЭМ-изображения поверхности

образцов TiNi-SA до (рис. 7, *a*) и после (рис. 7, *c* и *e*) циклических испытаний на кручение.

После синтеза ПС толщиной  $< 1 \mu\text{m}$  морфология поверхности образцов TiNi-SA со всех сторон однородная, без макроскопических нарушений сплошности ПС (растрескивания или отслоения) (рис. 7, *a*). После циклических испытаний обнаружено, что на всех гранях поверхность образцов TiNi-SA однородна, а также отсутствуют признаки отслоения ПС от TiNi-подложки (рис. 7, *c*). Однако, как и в случае кручения образцов с аморфным ПС толщиной  $\sim 2 \mu\text{m}$  [15], в данном случае на поверхности образцов образовались похожие локальные области с микротрещинами (рис. 7, *e*). Микротрещины ориентированы в продольном и поперечном направлениях относительно оси кручения образца, расположены только на гранях рабочей части образцов и не выходят на ребра.

Таким образом, как видно из результатов, показанных на рис. 7, *c* и *e*, уменьшение толщины аморфного ПС не способствует повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка]. Положительным результатом является то, что аморфный ПС толщиной  $\leq 1 \mu\text{m}$  не отслаивается от TiNi-подложки.

### 3.3. Влияние термоциклирования на деформационное поведение системы [поверхностный сплав|TiNi-подложка] при испытаниях на кручение

Несмотря на то, что уменьшение толщины ПС не способствовало повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка], испытания по термоциклированию привели к положительному эффекту. Рассмотрим влияние термоциклирования на механические свойства и морфологию поверхности образцов TiNi-SA-TC.

**3.3.1. Механические свойства системы [поверхностный сплав|TiNi-подложка] после термоциклирования.** Из рис. 2, *c* видно, что термоциклирование образцов TiNi-SA-TC не привело к изменению деформационного поведения сплава TiNi, однако оказало наиболее сильное влияние на величину напряжений начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$ .

Обнаружено, что на 20-м цикле в образцах TiNi-SA-TC напряжения  $\tau_M$  понизились до  $\sim 355 \text{ MPa}$  (рис. 3, *a*, кривая 3). Видно, что термоциклирование привело к снижению  $\tau_M$  на  $\sim 100 \text{ MPa}$  относительно значений в образцах TiNi-SA. При этом воздействие смены температур практически не отразилось на закономерностях изменения зависимостей  $\Delta\tau(N)$ ,  $\gamma_{SE}(N)$  и  $\gamma_{res}(N)$ , а измеренные на 20-м цикле значения этих параметров составляют  $\Delta\tau \approx 131 \text{ MPa}$ ,  $\gamma_{SE(1-2)} \approx 2.7\%$ ,  $\gamma_{SE(3-4)} \approx 2.5\%$  и  $\gamma_{res} \approx 0.5\%$  (рис. 3–5, кривые 3), что соответствует значениям в образцах TiNi-SA.

Понижение напряжений в образцах TiNi-SA-TC также было обнаружено при кручении этих образцов до разрушения (рис. 6, кривая 3). Видно, что после термоциклирования значение предела прочности  $\tau_{max}$  составляет  $\sim 1.89 \text{ GPa}$ , что на  $\sim 180 \text{ MPa}$  меньше, чем значения в образцах TiNi. При этом влияние термоциклирования на способность материала накапливать деформацию  $\gamma_{max}$  не изменилось и составляет  $\sim 60\%$ . На наш взгляд, объяснить понижение напряжений в результате термоциклирования можно следующими структурными изменениями:

1) за счет образования, накопления и стабилизации дефектов [25–27]. Однако, вероятнее всего, в образцах TiNi-SA-TC понижение напряжений не связано с этим фактором. В [26] было показано, что накопление дефектов в процессе многократных мартенситных превращений в ходе термоциклирования оказывает влияние на увеличение прочности сплавов TiNi;

2) известно [16,18], что после электронно-пучковых обработок формируются поля остаточных упругих напряжений, действие которых может не только приводить

к образованию мартенситных подслоев в зоне термического воздействия [13,14,16,19,20], но и оказывать влияние на упруго-напряженное состояние приповерхностных слоев, в том числе приводить к изменению значений параметров микротвердости  $H$  и модуля упругости  $E$  [13,14,18–20]. Одна из возможных причин понижения напряжений в образцах TiNi-SA-TC связана с тем, что термоциклирование привело к изменению упруго-напряженного состояния системы [SA|TiNi-подложка], в том числе оказало влияние на релаксацию полей остаточных упругих напряжений в приповерхностных слоях, что, в свою очередь, сделало материал более податливым к прикладываемой нагрузке при кручении.

Аналізу механизмов понижения напряжений в системе [SA|TiNi-подложка] до и после термоциклирования планируется посвятить отдельные исследования, связанные с изучением структуры поверхностных слоев и уровня остаточных упругих напряжений в них.

**3.3.2. Морфология поверхности системы [поверхностный сплав|TiNi-подложка] после термоциклирования.** На рис. 7 приведены РЭМ-изображения поверхности образцов TiNi-SA-TC до (рис. 7, *b*) и после (рис. 7, *d* и *f*) циклических испытаний на кручение. После термоциклирования морфология поверхности образцов TiNi-SA-TC со всех сторон однородная, без макроскопических нарушений сплошности ПС. Полученный результат означает, что аморфный ПС толщиной  $\leq 1 \mu\text{m}$  не претерпевает растрескивания или отслоения в ходе термоциклирования системы [SA|TiNi-подложка] в интервале температур мартенситного превращения B2–B19'. Учитывая, что готовые миниатюрные изделия из сплавов TiNi перед применением термомеханически циклируют [6,9,24], полученный результат показывает, что синтезированный ПС удовлетворяет требованиям сохранения сплошности поверхностного слоя.

После циклических испытаний на всех гранях образцов TiNi-SA-TC поверхность однородная, а признаки отслоения ПС от TiNi-подложки отсутствуют (рис. 7, *d*). Анализ РЭМ-изображений при больших увеличениях показал, что на поверхности образцов образовались единичные локальные области с микротрещинами (рис. 7, *f*), но в меньшем количестве относительно количества микротрещин на поверхности образцов TiNi-SA (рис. 7, *e*). Области с нарушением сплошности ПС расположены в середине рабочей части образцов и не выходят на ребра. Микротрещины ориентированы в продольном и поперечном направлениях относительно оси кручения образца.

В образцах TiNi-SA-TC образование микротрещин в меньшем количестве связано с понижением значений параметра  $\tau_M$  по сравнению со значениями в образцах TiNi-SA (рис. 3, *a*, кривые 2 и 3). Другими словами, приложении меньшего крутящего момента сил к образцам TiNi-SA-TC привело к образованию меньшего количества микротрещин.

Полученные результаты показывают, что несмотря на то, что уменьшение толщины аморфного ПС

не способствовало повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка], дополнительные обработки по термоциклированию образцов позволяют понизить образование микротрещин на поверхности. Учитывая, что проблема низкой адгезионной устойчивости тонких амфорных пленок приводит к их отслоению от материала подложки [22,23], система [SA|TiNi-подложка] после термоциклирования демонстрирует положительный результат в ходе механических испытаний на кручение.

#### 4. Заключение

Аддитивным тонкопленочным электронно-пучковым способом с использованием легирующей пленки  $Ti_{60}Ta_{40}$  (at.%) на поверхности TiNi-образцов в форме прямоугольных параллелепипедов синтезирован аморфный поверхностный сплав на основе системы Ti-Ni-Ta толщиной  $< 1 \mu m$ . Проведено термоциклирование системы [SA|TiNi-подложка] в интервале температур мартенситного превращения B2–B19'. Исследовано влияние ПС субмикронной толщины на механические свойства сплава TiNi при испытаниях на кручение. Показано, что ПС не оказывает критического влияния на интегральные свойства TiNi-подложки, а, напротив, приводит к улучшению неупругих характеристик образцов-прототипов миниатюрных изделий из сплава TiNi. На основе данных, полученных при испытаниях на кручение и методом растровой электронной микроскопии, сформулированы выводы.

1) Обнаружено, что электронно-пучковый синтез аморфного ПС на основе Ti-Ni-Ta толщиной  $\leq 1 \mu m$  приводит к увеличению ширины механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  на  $\sim 25$  МПа, а также к улучшению способности материала накапливать и возвращать неупругую деформацию  $\gamma_{SE}$  на  $\sim 0.2\%$  больше по сравнению со значениями в образцах TiNi. Напряжения начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$ , измеренные на 20-м цикле, не изменились и составляют  $\sim 460$  МПа.

2) Несмотря на малую толщину ПС ( $\leq 1 \mu m$ ), его наличие на поверхности сплава TiNi приводит к росту предела прочности при кручении  $\tau_{max}$  до  $\sim 2.22$  GPa, без влияния на способность материала накапливать максимальную деформацию до разрушения  $\gamma_{max}$ , которая составляет  $\sim 63\%$ .

3) Электронно-микроскопические исследования показали, что после циклических испытаний на кручение аморфный ПС субмикронной толщины не отслаивается от TiNi-подложки. Однако уменьшение толщины ПС не способствовало повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка].

4) Термоциклирование системы [SA|TiNi-подложка] в интервале температур мартенситного превращения B2–B19' оказало влияние на а) понижение напряжений  $\tau_M$  на  $\sim 100$  МПа, что в результате привело к б) повышению трещиностойкости системы [SA|TiNi-подложка].

Таким образом, для миниатюрных ( $\leq 1$  mm) изделий медицинского и немедицинского назначения, изготавливаемых из сплавов TiNi, с целью улучшения их физико-механических свойств, рентгеноконтрастности, коррозионной стойкости и биосовместимости путем синтеза поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов, дополнительные обработки по термоциклированию являются инструментом изменения упруго-напряженного состояния системы [SA|TiNi-подложка], что способствует повышению трещиностойкости синтезированного поверхностного слоя.

#### Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-72-00017, <https://rscf.ru/project/24-72-00017/>.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] W. Abd-Elaziem, M.A. Darwish, A. Hamada, W.M. Daoush. *Mater. Des.* **241**, 112850 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112850>
- [2] R. Sarvari, P. Keyhanvar, S. Agbolaghi, M.S. Gholami Farashah, A. Sadrhaghghi, M. Nouri, L. Roshangar. *Int. J. Polym. Mater. Polym. Biomater.* **71**, 5, 315 (2020). <https://doi.org/10.1080/00914037.2020.1833010>
- [3] N. Sabahi, W. Chen, C.-H. Wang, J.J. Kruzic, X. Li. *JOM* **72**, 3, 1229 (2020). <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04013-x>
- [4] J. Zhu, Q. Zeng, T. Fu. *Corros. Rev.* **37**, 6, 539 (2019). <https://doi.org/10.1515/corrrev-2018-0104>
- [5] U. Roshan, R. Amarasinghe, N. Dayananda. *J. Rob. Networking Artif. Life* **5**, 3, 194 (2018).
- [6] J.M. Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson. *Mater. Des.* **56**, 1078 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>
- [7] R. Braga, P. Freitas Rodrigues, H. Cordeiro, P. Carreira, M.T. Vieira. *Mater.* **15**, 14, 4787 (2022). <https://doi.org/10.3390/ma15144787>
- [8] M. Mehrpouya, H. Cheraghi Bidsorkhi. *Micro Nanosyst.* **8**, 2, 79 (2016). <https://doi.org/10.2174/1876402908666161102151453>
- [9] A. Nespoli, S. Besseghini, S. Pittaccio, E. Villa, S. Viscuso. *Sens. Actuators A* **158**, 1, 149 (2010). <https://doi.org/10.1016/j.sna.2009.12.020>
- [10] В.С. Калашников, В.В. Коледов, В.Г. Шавров, В.А. Андреев, А.В. Несоленов, Д.С. Кучин, Р.Д. Карелин. *Радиотехника и электроника* **68**, 4, 338 (2023). <https://doi.org/10.31857/S0033849423040046> [V.S. Kalashnikov, V.V. Koledov, V.G. Shavrov, V.A. Andreev, A.V. Nesolenov, D.S. Kuchin, R.D. Karelin. *J. Commun. Technol. Electron.* **68**, 4, 400 (2023). <https://doi.org/10.1134/S1064226923040046>]
- [11] F. Sun, L. Jordan, V. Albin, V. Lair, A. Ringuede, F. Prima. *ACS Omega* **5**, 6, 3073 (2020). <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b04312>

- [12] Е.Ю. Гудимова, Л.Л. Мейснер, С.Н. Мейснер, О.И. Шабалина, А.А. Бощенко, А.Е. Баев, С.И. Винтизенко. *ЖТФ* **90**, 4, 671 (2020).  
<https://doi.org/10.21883/JTF.2020.04.49094.184-19>  
[E.Yu. Gudimova, L.L. Meisner, S.N. Meisner, O.I. Shabalina, A.A. Boshchenko, A.E. Baev, S.I. Vintizenko. *Tech. Phys.* **65**, 4, 645 (2020). <https://doi.org/10.1134/S1063784220040088>]
- [13] Патент № 2017137653/15(065731) РФ, МПК А61L 27/06, В82В 1/00, С22С 45/10, А61L 31/18, С22С 45/04, С23С 28/00. Способ синтеза рентгеноконтрастного поверхностного Ti-Ta-Ni сплава с аморфной или аморфно-нанокристаллической структурой на подложке из TiNi сплава. Л.Л. Мейснер, А.Б. Марков, Г.Е. Озур, В.П. Ротштейн, С.Н. Мейснер, Е.В. Яковлев, Е.Ю. Гудимова, В.О. Семин. Патентообладатель ИФПМ СО РАН, ИСЭ СО РАН. Оpubл. 11.04.18.
- [14] Ф.А. Дьяченко, В.О. Семин, М.Г. Остапенко, Л.Л. Мейснер. *ФТТ* **65**, 4, 609 (2023).  
<https://doi.org/10.21883/FTT.2023.04.55298.24>  
[F.A. D'yachenko, V.O. Semin, M.G. Ostapenko, L.L. Meisner. *Phys. Solid State* **65**, 4, 593 (2023).  
<https://doi.org/10.21883/PSS.2023.04.56000.24>]
- [15] Ф.А. Дьяченко, В.В. Лобань, В.О. Семин, Д.В. Чепелев, М.Г. Остапенко, Л.Л. Мейснер. *ФТТ* **66**, 7, 1239 (2024).  
[F.A. D'yachenko, V.V. Loban', V.O. Semin, D.V. Chepelev, M.G. Ostapenko, L.L. Meisner. *Phys. Solid State* **66**, 1193 (2024).]
- [16] M.G. Ostapenko, V.O. Semin, L.L. Meisner, F.A. D'yachenko, S.N. Meisner, E.M. Oks, K.P. Savkin, A.B. Markov, E.V. Yakovlev, S.I. Yuzhakova, D.V. Chepelev, V.V. Loban'. *Russ. Phys. J.* **66**, 5, 503 (2023).  
<https://doi.org/10.1007/s11182-023-02968-3>
- [17] F.A. D'yachenko, D.V. Chepelev, L.L. Meisner. *Springer Proceed. Phys.* **412**, 55 (2024).  
[https://doi.org/10.1007/978-981-97-1872-6\\_9](https://doi.org/10.1007/978-981-97-1872-6_9)
- [18] L.L. Meisner, V.P. Rotshtein, V.O. Semin, A.B. Markov, E.V. Yakovlev, S.N. Meisner, D.A. Shepel, A.A. Neiman, E.Yu. Gudimova, F.A. D'yachenko, R.R. Mukhamedova. *Mater. Charact.* **166**, 110455 (2020).  
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110455>
- [19] F.A. D'yachenko, V.O. Semin, A.R. Shugurov, M.G. Ostapenko, L.L. Meisner. *Surf. Coat. Technol.* **474**, 130123 (2023).  
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.130123>
- [20] F.A. D'yachenko, V.O. Semin, M.G. Ostapenko, L.L. Meisner, A.B. Markov, E.V. Yakovlev. *Russ. Phys. J.* **66**, 12, 1287 (2024). <https://doi.org/10.1007/s11182-023-03074-0>
- [21] C.-W. Chi, Y.-L. Deng, J.-W. Lee, C.-P. Lin. *J. Formosan Med. Associat.* **116**, 5, 373 (2017).  
<https://doi.org/10.1016/j.jfma.2016.07.003>
- [22] H. Jia, F. Liu, Z. An, W. Li, G. Wang, J.P. Chu, J.S.C. Jang, Y. Gao, P.K. Liaw. *Thin Solid Films* **561**, 2 (2014).  
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.12.024>
- [23] C.M. Lee, J.P. Chu, W.Z. Chang, J.W. Lee, J.S.C. Jang, P.K. Liaw. *Thin Solid Films* **561**, 33 (2014).  
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.08.027>
- [24] H. Tobushi, A. Ikai, S. Yamada, K. Tanaka, C. L'excellent. *J. Physique IV France* **06**, C1, 385 (1996).  
<https://doi.org/10.1051/jp4:1996137>
- [25] С.П. Беляев, Н.Н. Реснина, К.О. Аншукова. Письма в *ЖТФ* **39**, 5, 26 (2013). [S.P. Belyaev, N.N. Resnina, K.O. Anshukova. *Tech. Phys. Lett.* **39**, 3, 284 (2013).]
- [26] А.А. Чуракова, Д.В. Гундеров, А.В. Лукьянов, Ю.А. Лебедев. *Lett. Mater.* **3**, 2, 166 (2013).  
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2013-2-166-168>
- [27] H. Tobushi, K. Date, K. Miyamoto. *J. Solid Mech. Mater. Eng.* **4**, 7, 1094 (2010). <https://doi.org/10.1299/jmmp.4.1094>
- [28] Г.Е. Озур, Д.И. Проскуровский. *Физика плазмы* **44**, 1, 21 (2018). <https://doi.org/10.7868/S0367292118010146>  
[G.E. Ozur, D.I. Proskurovsky. *Plasma Phys. Rep.* **44**, 1, 18 (2018). <https://doi.org/10.1134/S1063780X18010130>]
- [29] А.Б. Марков, А.В. Миков, Г.Е. Озур, А.Г. Падей. *Приборы и техника эксперимента* **6**, 122 (2011). [A.B. Markov, A.V. Mikov, G.E. Ozur, A.G. Padei. *Instrum. Exp. Tech.* **54**, 6, 862 (2011). <https://doi.org/10.1134/S0020441211050149>]
- [30] ГОСТ 3565–80 Металлы. Метод испытания на кручение. Изд-во стандартов (1980). 17 с.
- [31] A. Bhaduri. *Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys*. Springer Singapore, Singapore. (2018). 748 p.  
<https://doi.org/10.1007/978-981-10-7209-3>

Редактор Е.В. Толстякова