

14,08

## Влияние электронно-пучкового поверхностного Ti-Ta легирования на механические свойства и деформационное поведение сплава TiNi при циклических испытаниях кручением

© Ф.А. Дьяченко, В.В. Лобань, В.О. Семин, Д.В. Чепелев, М.Г. Остапенко, Л.Л. Мейснер

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,  
Томск, Россия

E-mail: dfa@ispms.ru

Поступила в Редакцию 14 мая 2024 г.

В окончательной редакции 14 мая 2024 г.

Принята к публикации 2 июня 2024 г.

При циклических испытаниях кручением установлены закономерности изменения механических свойств и деформационного поведения сплава TiNi с синтезированными поверхностными сплавами на основе Ti-Ni-Ta толщиной  $\sim 1-2 \mu\text{m}$ . Синтез поверхностных сплавов осуществляли путем чередования операций осаждения легирующей пленки  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  (at. %) и жидкофазного перемешивания пленки/подложки с помощью импульсного низкоэнергетического сильнофокусированного электронного пучка. Обнаружено, что электронно-пучковый синтез приводит к увеличению напряжений начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  на  $\sim 10-20 \text{ MPa}$ , ширины механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  на  $\sim 40-75 \text{ MPa}$ , а также к способности материала накапливать и возвращать неупругую деформацию на  $\sim 0.2\%$  больше по сравнению с образцами TiNi без облучения и легирования. После окончания циклических испытаний кручением последующее нагревание модифицированных образцов до температуры  $T \approx 308 \pm 1 \text{ K}$  приводит к возврату накопленной остаточной деформации  $\gamma_{\text{total}}$ .

**Ключевые слова:** поверхностные Ti-Ni-Ta сплавы, никелид титана, аддитивный тонкопленочный электронно-пучковый способ синтеза, кручение, сверхэластичность, механические свойства, растровая электронная микроскопия, морфология поверхности.

DOI: 10.61011/FTT.2024.07.58400.125

### 1. Введение

Сплавы на основе никелида титана (сплавы TiNi), обладающие эффектами памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ), используются для изготовления исполнительных элементов микроэлектромеханических систем (МЭМС) [1–5], которые применяют в работе миниатюрных изделий медицинского [1–3,5] и немедицинского [4,5] назначения (хирургический инструментарий, имплантаты, актуаторы, датчики температуры и др.). Для улучшения физико-механических свойств, рентгеноконтрастности, коррозионной стойкости и биосовместимости сплавов TiNi, при условии сохранения неупругих характеристик сплава (ЭПФ-СЭ), в настоящее время используют ионно-пучковые [6], электронно-пучковые [7], лазерные [8] и ионно-плазменные [9–15] методы обработок поверхности.

Тонкопленочные металлические стекла (ТПМС), сформированные на поверхности сплавов конструкционного и функционального назначения, позволяют существенно повышать коррозионную стойкость [12] и усталостные характеристики [10,13,14] материалов подложек. Как показывают результаты исследований [10,13,14], формирование тонких ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ) аморфных металлических покрытий на поверхности функциональных (сплавы TiNi [10,13]) и конструкционных

(нержавеющая сталь [13], сплав Ti-6Al-4V [14]) материалов, способствует значительному увеличению усталостных характеристик (предела выносливости, критического напряжения до разрушения) систем [покрытие/подложка]. Тем не менее, низкие механическая совместимость и адгезионная прочность сцепления покрытий с подложкой могут приводить к отслоению покрытий даже при малых деформациях ( $\leq 1\%$ ) [15], в том числе при эксплуатации на поверхности изделий из сплавов TiNi [13].

Таким образом, проблемы отслоения, ограниченной адгезионной прочности и низкой механической совместимости ТПМС с TiNi-подложкой, обусловленные наличием границы раздела между ними, делают ТПМС малоперспективными для нанесения на миниатюрные изделия из сплавов TiNi, работающие при знакопеременных циклических нагружениях. Эти проблемы можно преодолеть, если на поверхности TiNi-подложки формировать поверхностные сплавы (ПС) [16–20] заданного химического состава (на основе систем из Ti, Ni и Ta) и толщины ( $\sim 1-2 \mu\text{m}$ ) с использованием аддитивного тонкопленочного электронно-пучкового способа синтеза. Суть данного способа [16] заключается в многократном чередовании операций осаждения легирующей пленки (определенного состава ( $\text{Ti}_{70-60}\text{Ta}_{30-40}$  (at. %) и толщины ( $\sim 50-100 \text{ nm}$ )) и жидкофазного перемешивания

компонентов пленки и подложки с помощью импульсного низкоэнергетического ( $\leq 30 \text{ keV}$ ) сильноточного (до  $\sim 25 \text{ kA}$ ) электронного пучка (НСЭП) микросекундной длительности ( $\sim 2\text{--}4 \mu\text{s}$ ) в едином вакуумном цикле.

Согласно результатам исследований [16–19], полученных методами ПЭМ, синтезированные на TiNi-подложке ПС на основе системы Ti-Ni-Ta с использованием легирующих пленок  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  [16–18] и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  [16,19], характеризуются разным строением, отличаются химическим и фазовым составом. В экспериментах [16–18] показано, что с использованием легирующих пленок  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  на поверхности сплава TiNi сформирован ПС толщиной  $\sim 1 \mu\text{m}$ , который имеет многослойное нанокompозитное (аморфно-нанокристаллическое) строение. Напротив, в [16,19] показано, что с использованием пленок  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  на поверхности сплава TiNi сформирован ПС толщиной  $\sim 1.8 \mu\text{m}$ , который имеет монослойное аморфное строение. Схемы строения и подробное описание структурных исследований данных ПС приведены в работах [16–19].

Согласно результатам исследований, полученным методами инструментального индентирования [18,19], синтезированные ПС на основе системы Ti-Ni-Ta обладают в  $\sim 2$  и  $\sim 1.5$  раза повышенными значениями микротвердости  $H$  и модуля упругости  $E$ , соответственно, чем сплав TiNi, но, при этом, со значениями упругопластических параметров, близкими к значениям TiNi-подложки. Показано, что за счет высокой пластичности и монотонного изменения физико-механических свойств от поверхности к подложке, ПС обладают высокой механической совместимостью с TiNi-подложкой. В исследованиях [16–19] показано, что данные ПС по своим физико-механическим (высокая прочность и пластичность [18,19], механическая совместимость к подложке [18,19]) свойствам и пониженной концентрацией никеля [16,17,19] обладают большим потенциалом применения в индустрии миниатюрных изделий медицинского и немедицинского назначения в качестве защитных барьерных слоев на поверхности сплавов TiNi. Тем не менее, ряд задач, возникавших в ходе исследований [16–19], остаются не решенными.

1) Ранее изученные структурные и физико-механические свойства ПС на основе Ti-Ni-Ta исследованы на модельных плоских TiNi-образцах простой геометрической формы (плоскопараллельные пластинки размерами  $1 \times 10 \times 10 \text{ mm}$ ). Не исследовано поведение систем [ПС/TiNi-подложка] при механических испытаниях неплоских образцов-прототипов миниатюрных изделий, в частности при циклических испытаниях кручением.

2) Отсутствуют сведения о влиянии ПС на механические свойства и деформационное поведение сплава TiNi в зависимости от строения (моно-/многослойное), структуры (нанокompозитной, аморфной) и физико-механических свойств ПС.

3) Не установлено какое влияние оказывают ПС на важные эксплуатационные параметры сплава TiNi,

такие как: напряжение начала накопления мартенситной деформации, механический гистерезис напряжений, величина обратимой неупругой деформации, т.е. деформации, накопленной при нагружении выше предела упругости и возвращенной при разгрузке, величина накопленной остаточной деформации после каждого цикла испытаний.

4) Не изучена морфология ПС после проведения механических испытаний на кручение. Не исследованы механизмы деформации и разрушения систем [ПС/TiNi-подложка].

Таким образом, цель настоящей работы — при циклических испытаниях кручением неплоских образцов-прототипов миниатюрных изделий установить закономерности изменения механических свойств и деформационного поведения сплава TiNi с синтезированными на его поверхности ПС на основе Ti-Ni-Ta (с использованием легирующих пленок  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  (at.%)), в том числе установить взаимосвязь этих свойств со строением, структурой и физико-механическими свойствами ПС.

## 2. Материалы, методы обработок и исследований

### 2.1. Материалы и методы подготовки поверхности

Образцы изготовлены из сплава TiNi марки ТН-1, полученного 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 ( $M_H$ ,  $A_H$ ) и завершений ( $M_K$ ,  $A_K$ ) прямого и обратного мартенситных превращений  $B2 \rightleftharpoons B19'$ :  $M_H = 288 \pm 2 \text{ K}$ ,  $M_K = 268 \pm 2 \text{ K}$ ,  $A_H = 308 \pm 2 \text{ K}$ ,  $A_K = 313 \pm 2 \text{ K}$ . Образцы в форме прямоугольных параллелепипедов размерами  $1 \times 1 \times 25 \text{ mm}$  для циклических испытаний кручением были вырезаны методом электроэрозионной резки в воде из исходного листового полуфабриката.

Начальным этапом подготовки поверхности образцов являлось химическое травление в растворе (состав и концентрация кислот в пропорциях: 3 части азотной кислоты  $\text{HNO}_3$  + 1 часть плавиковой кислоты  $\text{HF}$ ) для снятия наружного оксидного слоя. Далее методом вибромеханической обработки проводили галтование образцов в течение  $\sim 120$  часов на виброгалтовочной машине SP-A12 (Carlo De Giorgi, Италия). При галтовании использовали наполнитель в форме фарфоровых цилиндров марки ZSP 3/5 (ОТЕС, Германия). Для вымывания продуктов износа через каждые  $\sim 40$  часов образцы и наполнитель промывали сначала в ацетоне, затем в проточной воде. После окончания вибромеханической обработки проводили ультразвуковую очистку (УЗО) в ванне УЗВ-5.7 ТТЦ (Сапфир, Россия) с дистиллированной водой при  $T \approx 298 \text{ K}$ , в течение  $t = 30 \text{ min}$ . Далее

образцы подвергали электролитической полировке в растворе (3 части уксусной кислоты  $\text{CH}_3\text{COOH}$  + 1 часть хлорной кислоты  $\text{HClO}_4$ ), в течение  $t$  от  $\sim 5$  до  $\sim 10$  с, при силе тока  $I$  от  $\sim 1$  до  $\sim 3$  А и напряжении  $U$  от  $\sim 15$  до  $\sim 20$  В, с охлаждением раствора в водно-ледяной смеси до  $T \approx 278$  К. Затем проводили УЗО в ванне с дистиллированной водой при  $T \approx 298$  К, в течение  $t = 30$  min. Образцы сушили с помощью безворсовой бумаги и помещали в отдельные пакеты. Далее, образцы, приготовленные таким образом, обозначены как TiNi.

## 2.2. Электронно-пучковый синтез поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов

Формирование поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов (ПС) на образцах TiNi осуществляли в едином вакуумном цикле на модифицированной автоматизированной установке „РИТМ СП“ (Микросплав, Россия) [21,22]. В рабочей камере установки прямоугольные образцы были закреплены в оснастке таким образом, чтобы модификация поверхности осуществлялась одновременно для двух граней. 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.

Перед синтезом ПС для выглаживания поверхности и гомогенизации поверхностного слоя применяли импульсную НСЭП-обработку 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  $\sim 2-3 \mu\text{s}$ ). Далее, на поверхность образцов магнетронным методом, одновременно с двух магнетронов, осаждали пленки  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  (at. %) толщиной  $\sim 50 \text{ nm}$  путем распыления однокомпонентных мишеней из чистых элементов Ti (99.95 wt. %) и Ta (99.95 wt. %) (Гирмет, Россия). Состав осаждаемых пленок 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 пленок соответствовал расчетному ( $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$ ) с точностью  $\pm 2 \text{ at. \%}$ . Пленки практически не содержали углерода, концентрация кислорода в них не превышала нескольких at. %. Жидкофазное перемешивание системы [Ti-Ta-пленка/TiNi-подложка] выполняли с помощью НСЭП в режиме  $E_s = 2 \text{ J/cm}^2$  и  $n = 5$ . Число циклов синтеза „осаждения-плавления“ повторяли 20 раз при синтезе ПС с использованием пленки  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и 30 раз при синтезе ПС с использованием пленки  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$ . В обоих случаях температура TiNi-подложки к концу синтеза не превышала 473 К. Ожидаемая толщина синтезированных ПС на

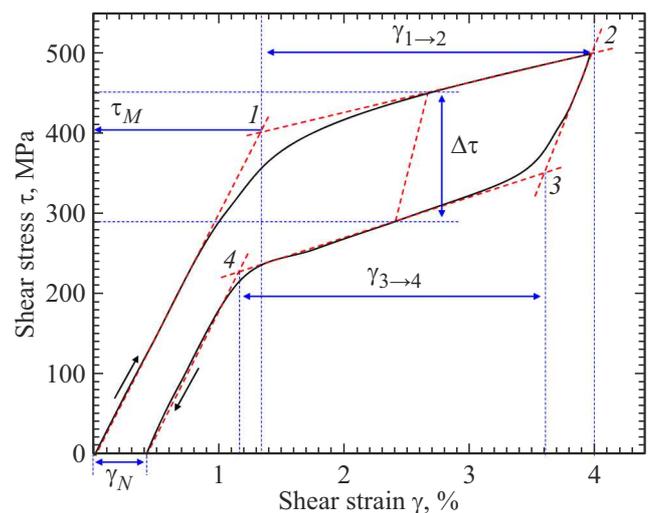
основе Ti-Ni-Ta (с использованием легирующих пленок  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$ ) составляла  $\sim 1$  и  $\sim 1.5 \mu\text{m}$  соответственно. Далее, ПС, синтезированные таким образом, обозначены как ПС1 и ПС2. Образцы TiNi после синтеза ПС1 и ПС2 на поверхности сплава обозначены как TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2.

## 2.3. Циклические испытания кручением

Механические испытания кручением проводили на испытательной машине „НДВ-100“ (Метротест, Россия) в соответствии с ГОСТ 3565–80 [23]. Управление установкой и построение деформационных кривых проведено с использованием программного обеспечения „М-Text АСУ“ (Метротест, Россия).

Цикл испытаний состоял из закручивания образца с постоянной скоростью ( $70^\circ/\text{min}$  ( $4\%/\text{min}$ )) до величины деформации  $\gamma_{\text{max}} = 4\%$ . Затем, с такой же скоростью вращения в противоположном направлении снимали нагрузку до нуля. Количество циклов испытаний  $N$  составляло 20. Длина рабочей части образцов  $l$  составляла  $\sim 18 \text{ mm}$ . Испытания проводили при температуре  $T \approx 298 \pm 1 \text{ K}$ , по часовой стрелке, с использованием тензометрического датчика, для которого верхний предел измерений крутящего момента силы составлял  $\sim 10 \text{ N}\cdot\text{m}$ . К испытаниям на кручение подвергали по 3 образца из групп TiNi, TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2.

Накапливаемую и возвращаемую деформацию фиксировали в виде кривых „крутящий момент силы  $M$  — угол закручивания  $\varphi$ “, которые перестраивали в зависимости



**Рис. 1.** Схематический вид кривых „напряжение сдвига  $\tau$  — деформация кручения  $\gamma$ “, где  $\tau_M$  — напряжение начала накопления мартенситной деформации,  $\Delta\tau$  — механический гистерезис напряжения;  $\gamma_{1\rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3\rightarrow 4}$  — величина обратимой неупругой деформации, накопленной при нагружении выше предела упругости и возвращенной при разгрузке,  $\gamma_N$  — величина остаточной деформации, накопленной после каждого цикла „нагружения-разгрузки“  $N$ .

„напряжения сдвига  $\tau$  — деформация кручения  $\gamma$ “ (рис. 1).

Значения касательных напряжений  $\tau$  рассчитывали по формуле

$$\tau = \frac{M \cdot 6}{d^3},$$

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

Деформацию кручения  $\gamma$  определяли по формуле

$$\gamma = \frac{\varphi \cdot d \cdot 0.5}{l \cdot 0.01 \cdot 180^\circ / \pi},$$

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

По экспериментальным данным (кривым  $\tau - \gamma$ , рис. 1) определяли напряжение начала накопления мартенситной деформации —  $\tau_M$ , механический гистерезис напряжения —  $\Delta\tau$ , величину обратимой неупругой деформации, накопленной при нагружении выше предела упругости —  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и возвращенной при разгрузке —  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$ , величину остаточной деформации, накопленной после каждого цикла испытаний —  $\gamma_N$ , и накопленной после каждого цикла с учетом предыдущих —  $\gamma_{total}$ . Далее строили зависимости этих параметров от цикла „нагружения-разгрузки“  $N$ . После проведения механических испытаний кручением выполнены исследования морфологии ПС методом РЭМ в режимах получения изображений во вторичных и обратно-рассеянных электронах. Исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования „Нанотех“ ИФПМ СО РАН (Томск, Россия).

### 3. Результаты и их обсуждение

#### 3.1. Влияние поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов на механические свойства и деформационное поведение сплава TiNi при циклических испытаниях кручением

В работах [16–19] приведены результаты исследований о строении, структуре и физико-механических свойствах ПС1 и ПС2, синтезированных на поверхности сплава TiNi. Рассмотрим изменения механических свойств и деформационного поведения сплава при циклических испытаниях кручением в зависимости от особенностей структуры и свойств ПС (ПС1 — многослойное нанокompозитное строение [16–18], ПС2 — монослойное аморфное строение [16,19]).

На рис. 2 приведены кривые накопления (под нагрузкой) и возврата (при разгрузке) деформации кручения ( $\gamma_{max} = 4\%$ ), полученные при  $T \approx 298 \pm 1$  К на образцах TiNi (кривые 1), TiNi-ПС1 (кривые 2) и TiNi-ПС2 (кривые 3) в зависимости от цикла „нагружения-разгрузки“  $N$  от 1 до 20. По этим диаграммам определены параметры, которые характеризуют механические свойства — напряжение начала накопления мартенситной деформации —  $\tau_M$  (рис. 3, а), механический гистерезис напряжения —  $\Delta\tau$  (рис. 3, б), величина обратимой

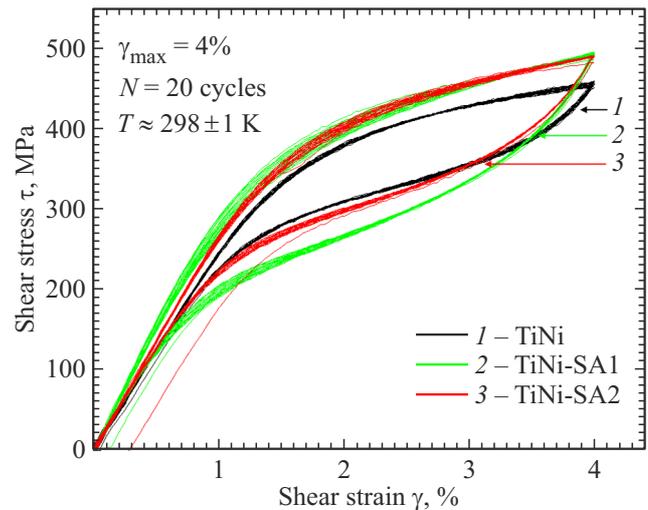


Рис. 2. Кривые „напряжения сдвига  $\tau$  — деформация кручения  $\gamma$ “, полученные при циклических испытаниях кручением для образцов: 1 — TiNi; 2 — TiNi-ПС1; 3 — TiNi-ПС2

неупругой деформации, накопленной при нагружении выше предела упругости —  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  (рис. 4, а) и возвращенной при разгрузке —  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  (рис. 4, б), величина остаточной деформации, накопленной после каждого цикла испытаний —  $\gamma_N$  (рис. 5, а), и накопленной после каждого цикла с учетом предыдущих —  $\gamma_{total}$  (рис. 5, б). На рис. 3–5 отдельно приведены доверительные интервалы изменения значений исследуемых параметров.

Как видно из рис. 2, в образцах TiNi (кривые 1) петли накопления и возврата деформации имеют „флагообразный“ вид с узким гистерезисом, типичный для сплавов TiNi с эффектом СЭ [1,2]. Форма петель повторяется при накоплении  $N$  от 1 до 20. В образцах TiNi-ПС1 (кривые 2) и TiNi-ПС2 (кривые 3) кривые  $\tau - \gamma$  имеют близкий по форме „флагообразный“ вид к кривым образцов TiNi. Форма петель изменяется при накоплении  $N$  от 1 до 10, после чего повторяется при  $N$  от  $\sim 10$  до 20. Видно, что несмотря на малую ( $\sim 1-2 \mu\text{m}$ ) толщину ПС и их влияние на физико-механические свойства сплава TiNi на глубину  $\geq 1 \mu\text{m}$  [18,19], синтезированные ПС оказали влияние на деформационное поведение и механические свойства сплава TiNi. Во-первых, после синтеза ПС изменился наклон кривых на стадиях накопления и возврата обратимой неупругой деформации. Во-вторых, на первых  $\sim 10$  циклах напряжения начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  в образцах с ПС оказались выше на  $\sim 10-20$  МПа (рис. 3, а, кривые 2 и 3), а также выше на  $\sim 5-15$  МПа в среднем (по всем циклам), чем в образцах TiNi (рис. 3, а, кривая 1). В-третьих, в образцах с ПС произошло увеличение ширины механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  на  $\sim 40-75$  МПа (рис. 3, б, кривые 2 и 3), относительно образцов TiNi (рис. 3, б, кривая 1). Однако, в случае образцов TiNi-ПС2 форма петель накопления и возврата деформации изменяется слабо, тогда как в случае

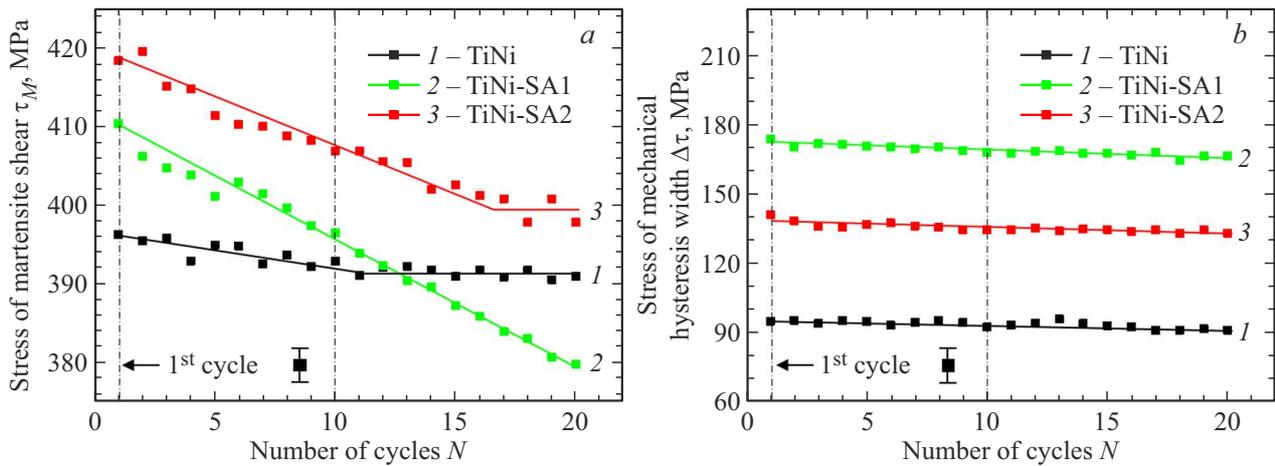


Рис. 3. Зависимости напряжения начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  (a) и механического гистерезиса напряжения  $\Delta\tau$  (b) от количества циклов „нагрузки-разгрузки“  $N$  для образцов: 1 — TiNi; 2 — TiNi-PC1; 3 — TiNi-PC2.

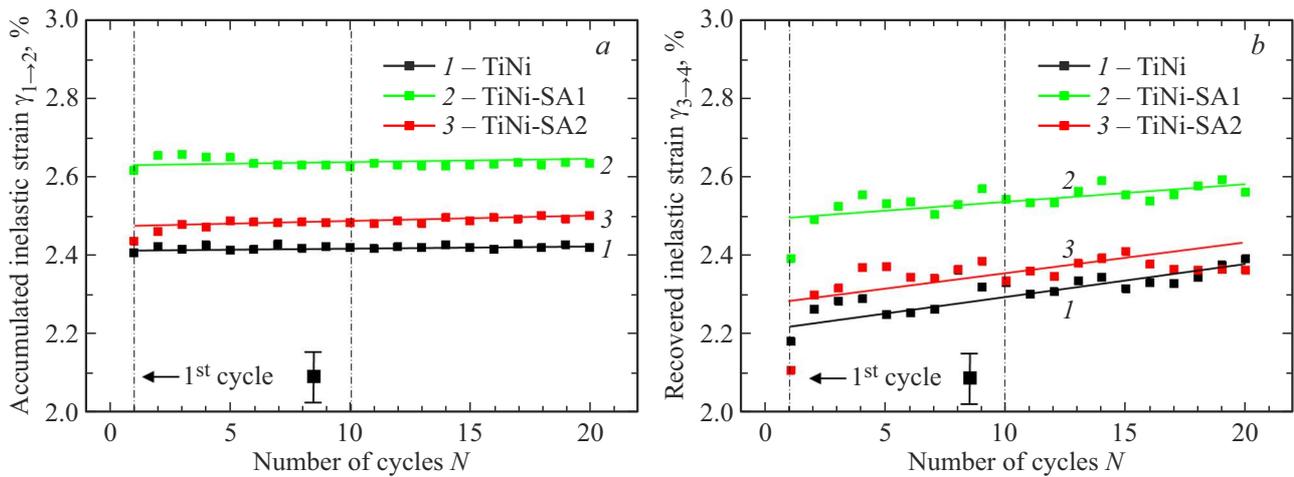
образцов TiNi-PC1 изменения кривых  $\tau - \gamma$  и механических свойств оказались значительнее. Рассмотрим изменения и различия механических свойств в образцах TiNi, TiNi-PC1 и TiNi-PC2, отличающихся строением, структурой и физико-механическими свойствами.

В образцах TiNi при накоплении  $N$  от 1 до  $\sim 10$  напряжения  $\tau_M \approx 394$  МПа (рис. 3, a, кривая 1). После  $\sim 10$  циклов испытаний зависимость  $\tau_M(N)$  выходит на плато, а параметр  $\tau_M \approx 391$  МПа. Как было сказано ранее, в образцах с ПС напряжения  $\tau_M$  оказались выше, чем в образцах TiNi. В обоих случаях с увеличением  $N$  до 20-ти наблюдается линейное снижение значений  $\tau_M$  до  $\sim 380$  и  $\sim 398$  МПа в образцах TiNi-PC1 и TiNi-PC2, соответственно (рис. 3, a, кривые 2 и 3). При накоплении  $N$  от 1 до  $\sim 10$  в образцах с ПС наклон кривых  $\tau_M(N)$  выше, чем в образцах TiNi. Однако, при накоплении  $N$  от 10 до  $\sim 20$  в образцах TiNi-PC1 значения  $\tau_M$  снижаются на  $\sim 5 - 10$  МПа, по сравнению с образцами TiNi. В образцах TiNi-PC2 аналогичное снижение значений  $\tau_M$  заканчивается после  $\sim 15$  циклов, а значения  $\tau_M$  остается большим на  $\sim 10$  МПа, чем в образцах TiNi. Анализ параметра  $\Delta\tau$  на кривых  $\tau - \gamma$  показал (рис. 3, b, кривые 1–3), что в образцах TiNi, TiNi-PC1 и TiNi-PC2 средние (по всем циклам) значения  $\Delta\tau$  составляют  $\sim 94$ ,  $\sim 169$  и  $\sim 135$  МПа, соответственно. Для всех образцов при накоплении  $N$  от 1 до 20 зависимости  $\Delta\tau_M(N)$  линейные.

Учитывая, что при одинаковых условиях испытаний образцы TiNi, TiNi-PC1 и TiNi-PC2 отличались структурой и свойствами поверхностных слоев микронной толщины, выявленные различия в значениях параметров  $\tau_M$  и  $\Delta\tau$  и закономерностях их изменения, очевидно, обусловлены различиями их поверхностных структуры и свойств. Увеличение  $\tau_M$  в образцах TiNi-PC2, по сравнению с образцами TiNi-PC1, может быть обусловлено тем, что ПС2 имеет полностью аморфный поверхностный слой толщиной  $\sim 1.8 \mu\text{m}$  [16,19], который

на поверхности ( $\leq 500$  nm) характеризуется высокими значениями параметров микротвердости  $H \approx 7$  ГПа и модуля упругости  $E \approx 86.5$  ГПа [19], чем ПС1. Это означает, что на стадии упругого накопления деформации кручения к образцам TiNi-PC2 требуется приложить более высокий крутящий момент сил, чем в случае образцов TiNi. Напротив, в образцах TiNi-PC1, у которых ПС1 характеризуется меньшей толщиной ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) и многослойным нанокompозитным строением [17], с высокими параметрами  $H \approx 7.5$  ГПа и  $E \approx 90$  ГПа [18], повышение  $\tau_M$  наблюдается только при накоплении  $N$  от 1 до  $\sim 10$ . Дальнейшее понижение  $\tau_M$  вероятно связано с тем, что в образцах TiNi-PC1 между ПС и TiNi-подложкой располагается промежуточная диффузионная зона (толщиной  $\sim 1 \mu\text{m}$ ) [17], в которой нижележащие нанокристаллические подслои обладают высокой пластичностью  $\delta \approx 70\%$  [18] (в работе [18] значения параметра пластичности  $\delta$ , рассчитаны по данным инструментального индентирования с использованием методики Ю.В. Мильмана [24]).

На рис. 4 приведены зависимости величины обратной неупругой деформации, накопленной при нагружении  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  (рис. 4, a) и возвращенной при разгрузке  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  (рис. 4, b), от числа циклов  $N$  в образцах TiNi (кривые 1), TiNi-PC1 (кривые 2) и TiNi-PC2 (кривые 3), соответственно. В образцах TiNi значения накопленной  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и возвращенной  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  деформации различаются на  $\sim 0.1\%$  при накоплении числа циклов  $N$  от 1 до  $\sim 10$  (кривые 1), и практически совпадают при достижении 20-го цикла, то есть  $\gamma_{1 \rightarrow 2} \approx \gamma_{3 \rightarrow 4}$ . В образцах TiNi-PC1 (кривые 2) значения  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  выше, чем у образцов TiNi. На первых  $\sim 10$  циклах испытаний имеет место расхождение между ветвями накопления и возврата на  $\sim 0.15\%$ . При достижении 20-го цикла это расхождение уменьшается до  $\sim 0.05\%$ . В образцах TiNi-PC2 (кривые 3) значения  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  меньше, чем у образцов TiNi-PC1, но выше, чем у образцов TiNi.



**Рис. 4.** Зависимости обратимой неупругой деформации, накопленной при нагружении  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  (a) и возвращенной при разгрузке  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  (b) от количества циклов „нагружения-разгрузки“  $N$  для образцов: 1 — TiNi; 2 — TiNi-ПС1; 3 — TiNi-ПС2.

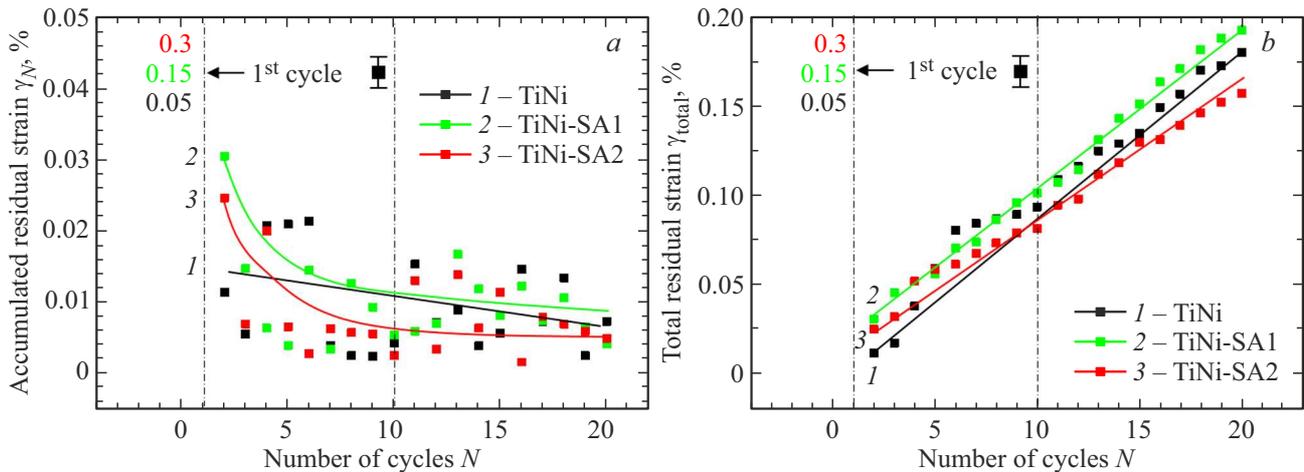
Так, на первых  $\sim 10$  циклах испытаний имеет место расхождение между  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  на  $\sim 0.2\%$ . После 20-кратного циклирования это расхождение сохраняется на уровне  $\sim 0.1\%$ . Обнаруженное расхождение между  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  в образцах TiNi-ПС2 связано с тем, что данный ПС, обладающий высокопрочной аморфной структурой и меньшей пластичностью  $\delta \approx 60\%$  [19], вероятно, начал растрескиваться на первых циклах нагружения. Иными словами, ПС2 в результате растрескивания начал оказывать меньшее влияние на интегральные неупругие свойства TiNi-подложки.

В обоих случаях, анализ обратимой неупругой деформации, накопленной при нагружении  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и возвращенной при разгрузке  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$ , показывает, что наличие ПС приводит к повышению неупругих свойств материала подложки. Об этом свидетельствуют средние (по всем циклам) значения  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$ , рассчитанные при нагружении и разгрузке:  $\sim 2.4$  и  $2.3\%$  (в образцах TiNi),  $\sim 2.6$  и  $2.5\%$  (в образцах TiNi-ПС1),  $\sim 2.5$  и  $2.3\%$  (в образцах TiNi-ПС2). Иными словами, модификация поверхности привела к увеличению продолжительности стадий накопления и возврата неупругой деформации на кривых  $\tau - \gamma$ . Тем не менее, образцы с ПС на первых  $\sim 10$  циклах демонстрируют большее на  $\sim 0.05\text{--}0.1\%$  расхождение ветвей накопления и возврата деформации, чем в образцах TiNi. После достижения 20-го цикла данное расхождение практически полностью отсутствует в образцах TiNi-ПС1, а в образцах TiNi-ПС2 сохраняется и составляет  $\sim 0.1\%$ .

Полученные результаты показывают, что несмотря на наличие у ПС в  $\sim 2$  и  $\sim 1.5$  раза более высоких значений микротвердости и модуля упругости [18,19] по сравнению с TiNi-подложкой, и их влияние на механические свойства сплава TiNi ( $\tau_M$  выше на  $\sim 10\text{--}20$  МПа (рис. 3, a),  $\Delta\tau$  выше на  $\sim 40\text{--}75$  МПа (рис. 3, b)), электронно-пучковой синтез ПС привел к повышению неупругих свойств сплава TiNi, т.е. к увеличению на-

копления и возврата неупругой деформации на  $\sim 0.2\%$ . Данный эффект можно объяснить тем, что, как отмечалось выше, на стадии упругого накопления деформации кручения к упрочненным образцам с ПС требуется приложить более высокий крутящий момент сил, чем в случае образцов TiNi. В свою очередь это привело к тому, что в процессе накопления и возврата обратимой неупругой деформации в образцах с ПС вовлекалась большая объемная доля материала TiNi-подложки, в котором происходило обратимое мартенситное  $B2 \rightleftharpoons B19'$  превращение, что, в результате, привело к росту долей накопленной  $\gamma_{1 \rightarrow 2}$  и возвращенной  $\gamma_{3 \rightarrow 4}$  компонент деформации кручения.

На рис. 5 приведены зависимости величин остаточной деформации, накопленной после каждого цикла испытаний  $\gamma_N$  (рис. 5, a), и накопленной после каждого цикла с учетом предыдущих  $\gamma_{total}$  (рис. 5, b) в образцах TiNi (кривые 1), TiNi-ПС1 (кривые 2) и TiNi-ПС2 (кривые 3). На рис. 5, a, b, отдельно, приведены значения  $\gamma_N$  при  $N = 1$ , которые составляют  $\sim 0.05$ ,  $\sim 0.15$  и  $\sim 0.3\%$  в образцах TiNi, TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2, соответственно. В образцах TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2 увеличение значений  $\gamma_N$  при  $N = 1$  может свидетельствовать о растрескивании ПС, что привело к недовозврату остаточной деформации. Во всех образцах деформация  $\gamma_N$  в среднем (по всем циклам, без учета данных для  $N = 1$ ) составляет  $\sim 0.01\%$ . Полученный результат показывает, что в образцах с ПС, за исключением первого цикла испытаний, накопление остаточной деформации после каждого цикла близко к значениям  $\gamma_N$  в образцах TiNi. На рис. 5, b видно, что при накоплении 20 циклов в образцах TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2 уровень накопленной деформации  $\gamma_{total}$  составляет  $\sim 0.19$  и  $\sim 0.16\%$  (без учета данных для  $N = 1$ ), соответственно. В образцах TiNi после 20 циклов  $\gamma_{total} \approx 0.18\%$  (без учета данных для  $N = 1$ ). Полученный результат показывает, что электронно-пучковой синтез ПС не приводит к



**Рис. 5.** Зависимости остаточной деформации, накопленной после каждого цикла испытаний  $\gamma_N$  (a) и накопленной после каждого цикла с учетом предыдущих  $\gamma_{total}$  (b) от количества циклов  $N$  для образцов: 1 — TiNi; 2 — TiNi-ПС1; 3 — TiNi-ПС2.

увеличению накопления остаточной деформации при циклических испытаниях кручением.

Следует отметить, что недовозврат деформации при накоплении  $N$  от 1 до 20, наблюдаемый в образцах TiNi, TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2 (с учетом данных для  $N = 1$ ), который равен  $\sim 0.23$ ,  $\sim 0.34$  и  $\sim 0.44\%$ , соответственно, вероятно обусловлен наличием некоторой остаточной доли мартенситной фазы, существование которой в сплаве TiNi данного состава возможно при  $T \approx 298 \pm 1$  К. После окончания циклических испытаний, последующее нагревание всех образцов до температуры  $T \approx 308 \pm 1$  К приводит к возврату остаточной деформации, что допустимо для биомедицинского применения сплава TiNi [1–5].

### 3.2. Электронно-микроскопические исследования морфологии поверхности поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов после циклических испытаний кручением

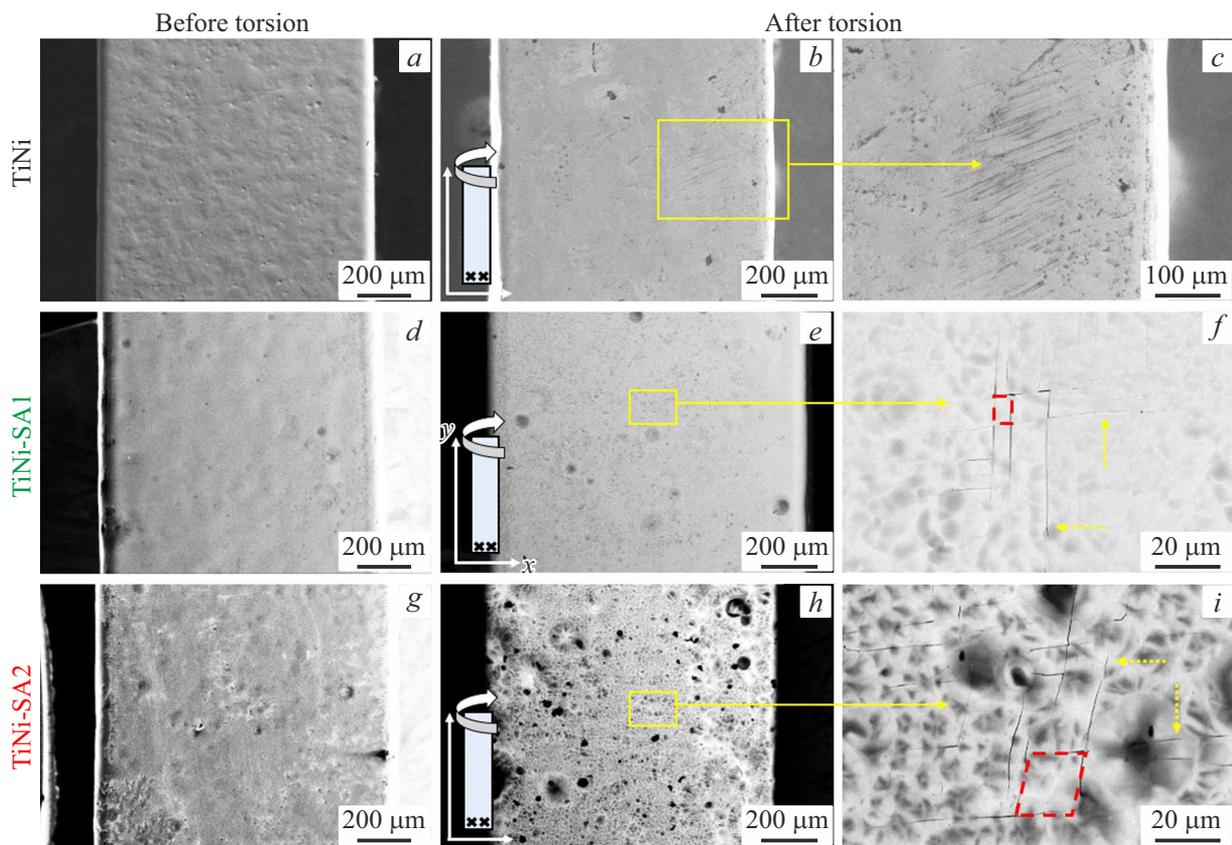
После проведения механических испытаний, важным шагом в проведенных исследованиях являлось изучить механизмы деформации и разрушения синтезированных ПС1 и ПС2 в зависимости от особенностей их строения, структуры и физико-механических свойств. Одним из этапов таких исследований являлась идентификация нарушений сплошности поверхностных слоев, анализ сколов и трещины на поверхности, поиск областей с отслаиванием ПС от материала подложки.

На рис. 6 приведены РЭМ-изображения поверхности образцов TiNi до (рис. 6, a) и после (рис. 6, b, c) циклических испытаний кручением ( $\gamma_{max} = 4\%$ ,  $N = 20$ ,  $T = 298 \pm 1$  К). Из рис. 6, a видно, что до проведения синтеза ПС, поверхность образцов TiNi, подготовленная с использованием методов вибромеханической и электрохимической обработок, однородна, без зазубрин и шлака на гранях, которые возникли после электроэрози-

онной резки. Предварительные обработки поверхности привели к сглаживанию ребер прямоугольных образцов. После циклических испытаний обнаружено (рис. 6, b, c), что на поверхностях образцов TiNi образовались области, содержащие полосы скольжения, расположенные под углом к оси кручения образца. Средняя длина полос составляет  $\sim 100 \mu\text{m}$ . Наличие сколов и трещин на поверхности образцов TiNi не обнаружено.

На рис. 6 приведены РЭМ-изображения поверхности образцов TiNi-ПС1 (рис. 6, d–f) и TiNi-ПС2 (рис. 6, g–i) до и после циклических испытаний кручением. Анализ морфологии и топографии поверхности ПС1 и ПС2, ранее проведенный на образцах в форме плоскопараллельных пластинок ( $1 \times 10 \times 10$  mm), показал [16], что электронно-пучковый способ обеспечивает синтез обоих ПС с однородной и выглаженной морфологией поверхности. При синтезе таких ПС на образцах прямоугольной формы ( $1 \times 1 \times 25$  mm) достигается подобный результат (рис. 6, d, g). Важно отметить, что морфология ПС является однородной не только на гранях, но и в областях ребер образцов. После проведения электронно-пучкового синтеза ПС микротрещин на поверхности образцов TiNi-ПС1 и TiNi-ПС2 не обнаружено.

При исследовании образцов TiNi-ПС1 после циклических испытаний кручением обнаружено, что на всех гранях поверхность образцов однородна (рис. 6, e), без макроскопических нарушений сплошности ПС. Детальный РЭМ-анализ поверхности при больших увеличениях показал, что на поверхности образовались локальные области с микротрещинами (рис. 6, f). Микротрещины ориентированы вдоль взаимно ортогональных направлений — в продольном и поперечном направлениях относительно оси кручения образца (обозначены пунктирными стрелками). Микротрещины образуют ячеистую сетку, при этом форма сеточных элементов (ячеек) — прямоугольная (выделено пунктиром). Микротрещины расположены только на гранях рабочей части прямо-



**Рис. 6.** РЭМ-изображения поверхности образцов до (*a, d, g*) и после (*b, c, e, f, h, i*) циклических испытаний кручением ( $\gamma_{\max} = 4\%$ ,  $N = 20$ ,  $T = 298 \pm 1$  K): *a–c* — TiNi; *d–f* — TiNi-PC1; *g–i* — TiNi-PC2.

угольных образцов и не выходят на ребра. Признаков отслоения PC1 от TiNi-подложки не обнаружено.

После испытаний образцов TiNi-PC2 обнаружено, что на всех гранях поверхность образцов однородная (рис. 6, *h*). При этом на поверхности образовались подобные локальные области с микротрещинами (рис. 6, *i*). Микротрещины ориентированы в продольном и поперечном направлениях относительно оси кручения образца (обозначены пунктирными стрелками). Однако, в продольном направлении микротрещины расположены под углом к оси кручения. Микротрещины образуют ячеистую сетку и не выходят на ребра образцов. Признаков отслоения PC2 от TiNi-подложки не обнаружено.

Таким образом, после циклических испытаний кручением между разрушением TiNi образцов с PC1 и PC2 есть следующие различия: 1) в образцах TiNi-PC2 трещины в продольном направлении расположены под большим углом к оси кручения образца; 2) в образцах TiNi-PC2 области с микротрещинами имеют большие размеры, а форма сеточных элементов изменилась с прямоугольных на *параллелограммы* (рис. 6, *i*, выделено пунктиром).

По совокупности данных, образование больших по размеру областей растрескивания TiNi-PC2 связано, на наш взгляд, со следующими причинами [16,19]:

- 1) аморфная структура PC2; 2) большая толщина ( $\sim 1.8 \mu\text{m}$ ); 3) поверхностный ( $\leq 500 \text{ nm}$ ) слой характеризуется высокими значениями модуля упругости  $E \approx 86.5 \text{ GPa}$  и низкой пластичностью  $\delta \approx 60\%$ , а также 4) высокими значениями напряжений начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  на первых циклах ( $\tau_M \approx 418 \text{ MPa}$ , рис. 3, *a*, кривая 3). Это означает, что к упрочненным образцам TiNi-PC2 приложение большего крутящего момента сил привело к растрескиванию аморфного PC2 на стадии упругого накопления деформации кручения на первых циклах нагружения. В связи с полученными результатами, есть основания предполагать о влиянии масштабного фактора на свойства системы [аморфный PC/TiNi-подложка]. Иными словами, перспективной представляется возможность уменьшения толщины аморфного PC2, что будет: 1) способствовать повышению его трещиностойкости; 2) обеспечивать улучшение свойств миниатюрных изделий ( $\leq 1 \text{ mm}$ ) из сплава TiNi без критического влияния на интегральные неупругие свойства (ЭПФ-СЭ) TiNi-подложки.

Напротив, в образцах TiNi-PC1, обладающих меньшей толщиной PC1 ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ), многослойное строение которого является нанокompозитным, несмотря на высокие параметры  $H \approx 7.5 \text{ GPa}$  и  $E \approx 90 \text{ GPa}$  в поверхностном ( $\leq 500 \text{ nm}$ ) слое, меньшее растрескивание поверхности

связано с наличием промежуточной диффузионной зоны (толщиной  $\sim 1 \mu\text{m}$ ), в которой нижележащие нанокристаллические подслои обладают высокой пластичностью ( $\delta \approx 70\%$ ) [16–18]. В свою очередь, обнаруженные различия в характере разрушения ПС1 и ПС2, а именно в изменении сеточных элементов (ячеек) в областях с микротрещинами (рис. 6, *f, i*), могут быть связаны с различием структуры и свойств ПС1 и ПС2.

Таким образом, электронно-микроскопические исследования показали, что синтезированные на поверхности TiNi-образцов в форме прямоугольных параллелепипедов поверхностные Ti-Ni-Ta сплавы, не отслаиваются от TiNi-подложки после циклических испытаний кручением ( $\gamma_{\text{max}} = 4\%$ ,  $N = 20$ ,  $T = 298 \pm 1 \text{ K}$ ). В зависимости от строения, структуры и свойств ПС, на поверхности образцов образовались локальные области с микротрещинами, которые ориентированы под разным наклоном вдоль направлений относительно оси кручения образца. Микротрещины расположены только на гранях рабочей части прямоугольных образцов и не выходят на ребра.

## 4. Заключение

В работе методом аддитивного тонкопленочного электронно-пучкового способа на поверхности TiNi-образцов в форме прямоугольных параллелепипедов синтезированы поверхностные сплавы на основе системы Ti-Ni-Ta с использованием легирующих пленок  $\text{Ti}_{70}\text{Ta}_{30}$  и  $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{40}$  (at. %). Исследовано влияние строения, структуры и свойств поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов на механические свойства и деформационное поведение сплава TiNi при циклических испытаниях кручением. Показано, что поверхностные Ti-Ni-Ta сплавы не оказывают критического влияния на интегральные свойства TiNi-подложки, а напротив, приводят к повышению 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. Оценка напряжений начала накопления мартенситной деформации  $\tau_M$  и ширины механического гистерезиса напряжений  $\Delta\tau$  показала, что электронно-пучковый синтез приводит к увеличению параметров  $\tau_M$  на  $\sim 10\text{--}20 \text{ MPa}$  и  $\Delta\tau$  на  $\sim 40\text{--}75 \text{ MPa}$  по сравнению с образцами TiNi без облучения и легирования.

2. Оценка зависимостей величин обратимой неупругой деформации, накопленной при нагружении выше предела упругости  $\gamma_{1\rightarrow 2}$  и возвращенной при разгрузке  $\gamma_{3\rightarrow 4}$  показала, что электронно-пучковый синтез приводит на  $\sim 0.2\%$  к увеличению способности материала накапливать и возвращать неупругую деформацию.

3. Синтез поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов не приводит к увеличению остаточной деформации  $\gamma_N$ , накапливаемой после каждого цикла „нагружения-разгрузки“  $N$ .

В модифицированных образцах деформация  $\gamma_N$  в среднем (по всем циклам, без учета данных для  $N = 1$ ) составляет  $\sim 0.01\%$ , что соответствует значениям для образцов TiNi без облучения и легирования. После окончания циклических испытаний кручением последующее нагревание модифицированных образцов до температуры  $T \approx 308 \pm 1 \text{ K}$  приводит к возврату остаточной деформации  $\gamma_{\text{total}}$ .

4. Электронно-микроскопические исследования показали, что после циклических испытаний кручением поверхностные Ti-Ni-Ta сплавы, не отслаиваются от TiNi-подложки. На поверхности модифицированных образцов образовались локальные области с микротрещинами, которые, в зависимости от типа структуры поверхностного сплава и его свойств, имеют разные размеры и ориентацию трещин относительно оси кручения образца.

Полученные результаты имеют практическую значимость, поскольку позволяют установить, что для миниатюрных ( $\leq 1 \text{ mm}$ ) изделий медицинского и немедицинского назначения, изготавливаемых из сплавов TiNi, с целью улучшения физико-механических свойств, рентгеноконтрастности, коррозионной стойкости и биосовместимости данных сплавов, является подходящим электронно-пучковый способ синтеза поверхностных Ti-Ni-Ta сплавов, который удовлетворяет требованиям высокой обратимости деформации сплавов TiNi в узком механическом или температурном интервале.

## Финансирование работы

Исследования выполнены в рамках государственного задания Института физики прочности и материаловедения СО РАН, проект FWRW-2021-0003.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] N. Sabahi, W. Chen, C.-H. Wang, J.J. Kruzic, X. Li. JOM **72**, 1229 (2020). DOI: 10.1007/s11837-020-04013-x
- [2] J. Zhu, Q. Zeng, T. Fu. Corros. Rev. **37**, 539 (2019). DOI: 10.1515/corrrev-2018-0104
- [3] U. Roshan, R. Amarasinghe, N. Dayananda. J. Rob. Networking Artif. Life **5**, 194 (2018). DOI: 10.2991/jrnal.2018.5.3.11
- [4] M. Mehrpouya, H.C. Bidsorkhi. Micro Nanosyst. **8**, 79 (2016). DOI: 10.2174/1876402908666161102151453
- [5] J.J. Mohd, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson. Mater. Des. **56**, 1078 (2014). DOI: 10.1016/j.matdes.2013.11.084
- [6] C. Yan, Q. Zeng, W. He, J. Zhu. Tribol. Int. **155**, 106816 (2021). DOI: 10.1016/j.triboint.2020.106816
- [7] S.N. Meisner, I.V. Vlasov, E.V. Yakovlev, S.V. Panin, L.L. Meisner, F.A. D'yachenko. Mater. Sci. Eng. A **740-741**, 381 (2019). DOI: 10.1016/j.msea.2018.10.113
- [8] A. Pequegnat, A. Michael, J. Wang, K. Lian, Y. Zhou, M.I. Khan. Mater. Sci. Eng. C **50**, 367 (2015). DOI: 10.1016/j.msec.2015.01.085

- [9] E.S. Marchenko, Yu.F. Yashchuk, S.V. Gunther, G.A. Baigonakova, O.V. Kokorev, A.A. Shishelova, O.A. Fatyushina. *Russ. Phys. J.* **62**, 1789 (2020). DOI: 10.1007/s11182-020-01907-w
- [10] C.-W. Chi, Y.-L. Deng, J.-W. Lee, C.-P. Lin. *J. Formosan Med. Associat.* **116**, 373 (2017). DOI: 10.1016/j.jfma.2016.07.003
- [11] C. Park, S. Kim, H.-E. Kim, T.-S. Jang. *Surf. Coat. Technol.* **305**, 139 (2016). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2016.08.014
- [12] P. Yiu, W. Diyatmika, N. Bonninghoff, Y.-C. Lu, B.-Z. Lai, J.P. Chu. *J. Appl. Phys.* **127**, 030901 (2020). DOI: 10.1063/1.5122884
- [13] 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). DOI: 10.1016/j.tsf.2013.12.024
- [14] 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). DOI: 10.1016/j.tsf.2013.08.027
- [15] S. Shabalovskaya, J. Anderegg, J. van Humbeeck. *Acta Biomater.* **4**, 447 (2008). DOI: 10.1016/j.actbio.2008.01.013
- [16] 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.
- [17] L.L. Meisner, A.B. Markov, V.P. Rotshtein, G.E. Ozur, S.N. Meisner, E.V. Yakovlev, V.O. Semin, Yu.P. Mironov, T.M. Poletika, S.L. Girsova, D.A. Shepel. *J. Alloys Compd.* **730**, 376 (2018). DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.09.238
- [18] S.N. Meisner, E.V. Yakovlev, V.O. Semin, L.L. Meisner, V.P. Rotshtein, A.A. Neiman, F. D'yachenko. *Appl. Surf. Sci.* **437**, 217 (2018). DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.12.107
- [19] Ф.А. Дьяченко, В.О. Семин, М.Г. Остапенко, Л.Л. Мейснер. *ФТТ* **65**, 609 (2023). DOI: 10.21883/ФТТ.2023.04.55298.24. [F.A. D'yachenko, V.O. Semin, M.G. Ostapenko, L.L. Meisner. *Phys. Solid State* **65**, 593 (2023). DOI: 10.21883/PSS.2023.04.56000.24].
- [20] 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**, 503 (2023). DOI: 10.1007/s11182-023-02968-3
- [21] Г.Е. Озур, Д.И. Проскуровский. *Физика плазмы* **1**, 21 (2018). DOI: 10.7868/S0367292118010146. [G.E. Ozur, D.I. Proskurovsky. *Plasma Phys. Rep.*, **44**, 18 (2018). DOI: 10.1134/S1063780X18010130].
- [22] 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**, 862 (2011). DOI: 10.1134/S0020441211050149].
- [23] ГОСТ 3565–80 Металлы. Метод испытания на кручение. Изд-во стандартов. (1980). 17 с.
- [24] Yu.V. Milman. *J. Phys. D* **41**, 074013 (2008). DOI: 10.1088/0022-3727/41/7/074013

Редактор Т.Н. Василевская