

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Лукашевич Константин Евгеньевич

УПРАВЛЕНИЕ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb ДЛЯ ОРТОПЕДИЧЕСКИХ ИМПЛАНТАТОВ МЕТОДАМИ КОМБИНИРОВАННОЙ НИЗКО- И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПРУТКОВЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ

Специальность

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
К.т.н., доцент Шереметьев В.А.

Москва - 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Активное развитие ортопедии и травматологии, а также запрос общества на улучшение качества жизни требует создание новых материалов для ортопедических имплантатов. Согласно отчетам Всемирной Организации Здравоохранения, число пациентов с заболеваниями позвоночника увеличивается ежегодно, и во многих случаях требуется хирургическое вмешательство с применением систем фиксации позвоночника из металлических биоматериалов, которые будут совместимы с человеческим организмом. Балки для транспедикулярной фиксации позвоночника (ТФП) – одни из наиболее распространенных типов функциональных спинальных имплантатов. Для изготовления таких имплантатов в качестве полуфабриката наиболее востребованы длинномерные прутковые заготовки, имеющие диаметр от 3 до 8 мм и длину более 2000 мм, пригодные для фрезерования изделий на современных производственных линиях. В настоящее время существует острая необходимость в разработке технологий, позволяющих получать такие прутковые полуфабрикаты в промышленных условиях из новых металлических биоматериалов.

На протяжении многих лет титановые сплавы, такие как Ti-6Al-4V и Ti-6Al-7Nb, а также сплавы с памятью формы (СПФ) на основе Ti-Ni используются в качестве материалов для ортопедических имплантатов, в частности спинальных, благодаря их высокой удельной прочности и отличной коррозионной стойкости. Однако, спинальные имплантаты, выполненные из указанных сплавов, имеют ряд недостатков. Применение спинальных имплантатов из сплавов Ti-6Al-4V и Ti-6Al-7Nb приводит к развитию эффекта экранирования напряжений и последующей деградации костной ткани из-за различия жесткости материала имплантата и кости. Высвобождение ионов ванадия в сплаве Ti-6Al-4V и никеля в СПФ Ti-Ni может вызывать цитотоксические и аллергические эффекты. В этой связи уделяется большое внимание разработке безникелевых метастабильных β -сплавов на основе Ti-Zr-Nb, состоящим из биосовместимых легирующих элементов, которые проявляют низкий модуль упругости и сверхупругое поведение при температуре человеческого тела.

Управление структурой, фазовым состоянием, кристаллографической текстурой, и как следствие комплексом механических и функциональных свойств титановых СПФ эффективно реализуется методами термомеханической обработки (ТМО). Важной задачей является оптимизация ТМО СПФ на основе Ti-Zr-Nb для формирования необходимого структурно-фазового состояния в прутковых полуфабрикатах медицинского назначения. ТМО, сочетающая радиально-сдвиговую прокатку (РСП) и ротационную ковку (РК) является одной из перспективных комбинаций методов обработки металлов давлением для получения длинномерных прутков круглого сечения из СПФ на основе Ti-Zr-Nb. РСП является технологически эффективным методом получения круглого проката, однако диаметр получаемых заготовок ограничен 10 мм. С целью получения прутковых заготовок диаметром 3–8 мм с высоким качеством поверхности целесообразно применение РК, в ходе которой формируется однородная по поперечному сечению структура.

В работах, посвященных исследованию влияния режимов ТМО на структуру и свойства прутковых полуфабрикатов из сплава на основе Ti-Zr-Nb, было показано, что в результате высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО), в сплаве формируется динамически полигонизованная структура β -фазы. Сплав в данном состоянии проявляет стабильное функциональное циклическое поведение при растяжении, а также высокую усталостную долговечность. Также установлено, что низкотемпературная термомеханическая обработка (НТМО), включающая холодную деформацию и последеформационный отжиг (ПДО), формирует в сплаве смешанную статически рекристаллизованную и полигонизованную субструктуру β -фазы, которая обеспечивает высокий комплекс статических механических и функциональных свойств.

Последеформационный отжиг и старение позволяет осуществить дополнительное прецизионное управление структурно-фазовым состоянием на заключительной стадии ТМО. Изотермическая ω -фаза, образующаяся при низкотемпературном старении в СПФ на основе β -сплавов Ti-Nb и Ti-Zr эффективна для повышения прочностных свойств. При определенном размере и форме частиц, а также за счет сохранения когерентной связи с высокотемпературной

фазой, она не блокирует протекание обратимого мартенситного превращения $\beta \leftrightarrow \alpha''$. С другой стороны, ω -фаза обычно рассматривается как вредная фаза, поскольку способствует охрупчиванию β -титановых сплавов. Предполагается, что применение низкотемпературного старения к прутковым полуфабрикатам из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb на заключительной стадии ТМО позволит повысить прочностные характеристики без ухудшения функциональных свойств материала.

Предыдущие исследования, посвященные исследованию влияния перечисленных методов ТМО на структуру и свойства СПФ Ti-Zr-Nb, реализованы в лабораторных условиях. Важной практической задачей является получение длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с высоким комплексом функциональных свойств в промышленных условиях. В основе решения этой задачи должны лежать результаты сравнительного исследования влияния комбинированной низко- и высокотемпературной ТМО на структурообразование, механические и функциональные свойства прутков из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb. Кроме того, для указанных комбинаций ТМО, включающих РСП и РК, не изучено влияние условий охлаждения и дополнительного отжига после высокотемпературной ТМО, а также старения на структурно-фазовое состояние, механические и функциональные свойства. Исходя из вышесказанного и анализа научной литературы, была сформулирована общая **цель** настоящей работы:

Изучить закономерности формирования структуры, фазового состояния и кристаллографической текстуры при комбинированной низко- и высокотемпературной термомеханической обработке, включающей радиально-сдвиговую прокатку, ротационную ковку, последеформационный отжиг и старение в различных сочетаниях, и определить их влияние на механические и функциональные свойства длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы для изготовления ортопедических имплантатов.

Для реализации поставленной цели работы были решены следующие **основные задачи**:

1. Изучить термомеханическое поведение и структурообразование сплава Ti-Zr-Nb в условиях сжатия при температурах 600–1000 °С и скоростях деформации 0,1–10 с⁻¹ с целью разработки рекомендаций для проведения ВТМО.

2. Провести низко- и высокотемпературную термомеханическую обработку сплава Ti-Zr-Nb, включающую радиально-сдвиговую прокатку, ротационную ковку и последеформационный отжиг, для получения длинномерных прутковых полуфабрикатов в промышленных условиях.

3. Изучить структуру, фазовый состав и кристаллографическую текстуру прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb после ТМО по различным режимам.

4. Определить механические и функциональные свойства прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb при статических и циклических испытаниях на растяжение после ТМО по различным режимам.

5. Изучить особенности функционального усталостного поведения прутков из сплава Ti-Zr-Nb после ТМО в условиях трехточечного изгиба.

6. Изучить возможности дополнительного повышения комплекса механических и функциональных свойств длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb за счет изменения условий охлаждения и применения дополнительного старения.

7. Разработать и практически реализовать рекомендации по выбору оптимального режима комбинированной ТМО для получения партии длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с высоким комплексом функциональных свойств.

8. Из опытной партии длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, полученной по оптимальному режиму ТМО, изготовить балки для систем транспедикулярной фиксации позвоночника и провести их сравнительные усталостные испытания по стандарту ГОСТ Р 57390—2017.

Научная новизна

1. Установлены закономерности термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы в условиях высокотемпературной (в интервале 600–1000 °С) деформации сжатием в интервале скоростей 0,1–10 с⁻¹, позволяющие разработать рекомендации для выбора благоприятных режимов ВТМО.

2. Впервые установлены закономерности влияния схем НТМО и ВТМО, включающих ротационную ковку и последеформационный отжиг, на структуру, фазовый состав, кристаллографическую текстуру и их взаимосвязь с механическими и функциональными, в т. ч. усталостными свойствами длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb.

3. Впервые показано, что длинномерные прутковые полуфабрикаты из сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы, полученные методом ВТМО, включающей ротационную ковку при температуре 700 °С, с однородной по сечению прутка динамически полигонизованной структурой β -фазы и преобладающей кристаллографической текстурой с направлением $[011]_{\beta}$ вдоль оси прутка проявляют высокую стабильность функциональных циклических свойств при растяжении и наибольшую функциональную усталостную долговечность в условиях трехточечного изгиба.

4. Экспериментально показано, что старение длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, направленное на контролируемое выделение частиц ω -фазы, независимо от исходного структурного состояния эффективно для повышения прочностных свойств ($\sigma_s \geq 900$ МПа) и сохранения удовлетворительной пластичности ($\delta \geq 10$ %), но приводит к значительному ухудшению функциональных свойств, включающему значительное снижение обратимой сверхупругой деформации и увеличение модуля Юнга.

Практическая значимость

1. Полученные закономерности изменения параметров диаграмм деформации могут быть использованы при разработке технологии ТМО сплава Ti-Zr-Nb, в частности, при моделировании процессов и выбора технологии обработки металлов давлением.

2. Установлено, что дисперсионное упрочнение сплава Ti-Zr-Nb старением способствует большему повышению прочностных свойств в сравнении с деформационным упрочнением сплава.

3. Разработанные режимы ТМО сплава Ti-Zr-Nb, включающие ротационную ковку, были использованы при производстве длинномерных прутковых полуфабрикатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

4. Опытная партия длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, полученная по оптимальному режиму ТМО, использована для изготовления балок для систем транспедикулярной фиксации позвоночника в ООО «КОНМЕТ».

Положения, выносимые на защиту

1. Экспериментальные данные, подтверждающие закономерности термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы в условиях высокотемпературной (600–1000 °С) деформации сжатием в интервале скоростей 0,1–10 с⁻¹.

2. Экспериментальные результаты, подтверждающие закономерности формирования структуры, фазового состояния и кристаллографической текстуры в результате ТМО, включающей ротационную ковку, последеформационный отжиг и старение в различных сочетаниях, и их взаимосвязь с механическими и функциональными свойствами прутковых полуфабрикатов из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb.

3. Установленные режимы ВТМО, способствующие формированию динамически полигонизованной субструктуры β -фазы, которая является наиболее перспективной для улучшения механических и функциональных свойств пруткового полуфабриката из сплава Ti-Zr-Nb для ортопедических имплантатов.

4. Экспериментальные результаты, подтверждающие закономерности увеличения модуля Юнга и снижения обратимой сверхупругой деформации в ходе старения, направленного на выделение частиц ω -фазы, прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb не зависимо от исходного структурного состояния.

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в проведении анализа литературных источников по проблеме, определении целей и задач работы, проведении экспериментов, осуществление обработки и интерпретации полученных данных, подготовке рукописи диссертации и автореферата, написании статей.

Вклад соавторов

Руководство работой осуществлял к.т.н., доцент В. А. Шереметьев. Автор выражает благодарность проф. д.ф.-м.н. Сергею Дмитриевичу Прокошкину за ценные рекомендации, участие в анализе результатов и подготовке статей, коллективам кафедры обработки металлов давлением и лаборатории сплавов с памятью формы НИТУ МИСИС, ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (В.А. Андрееву персонально), ООО «КОНМЕТ» за помощь в проведении работы.

Степень достоверности результатов

Достоверность полученных результатов обеспечена использованием современного научно-исследовательского и технологического оборудования, взаимодополняющих и взаимоконтролирующих методов исследования, комплексным подходом к решению поставленных задач, статистическим анализом полученных результатов и отсутствием противоречий при их сопоставлении с имеющимся опытом зарубежных и отечественных исследователей.

Апробация работы

Основные результаты работы были изложены на следующих научных конференциях:

1. Международная конференция и школа молодых ученых «Получение, структура и свойства высокоэнтропийных материалов», 14–16 октября 2020 года, Белгород.
2. X Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур – ПРОСТ», 20–22 апреля 2021 года, Москва.
3. Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», 23–27 августа 2021 года, Минск.
4. IV Международная научная конференция «Сплавы с памятью формы», Москва, 13–17 сентября 2021 года, Москва.
5. LXIV Международная конференция Актуальные вопросы прочности, LXIV Международная конференция, 04–08 апреля 2022 года, Екатеринбург.
6. Научно-технический семинар «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», 25–27 октября 2022 года, Москва.
7. V Международная научная конференция «Сплавы с памятью формы», 27–30 сентября 2023 года, Санкт-Петербург.

Результаты работы вошли в отчеты по следующим научно-исследовательским проектам:
– грант РНФ № 18-79-00247 «Разработка технологических основ получения высокобиосовместимых костных имплантатов из сверхупругих сплавов Ti-Zr-Nb методами комбинированной термомеханической обработки»

Публикации

Основное содержание диссертации опубликовано в 19 печатных работах, в том числе 5 в изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах Web of Science и/или Scopus, получен 1 патент на изобретение РФ.

Получены следующие награды

1. Победитель конкурса стипендиатов Программы поддержки технического образования Фонда Арконик, 2019/2020 г.
2. Победитель конкурса стипендиатов ПАО «НЛМК», 2020 г.
3. Победителя конкурса «Участник молодежного научно-инновационного конкурса» от Фонда содействия инновациям, грант № 13995ГУ/2019, 2019/2021 г.
4. Диплом за лучший устный доклад среди молодых ученых, представленный на Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», г. Москва, 2022 г.
5. Диплом за лучший устный доклад среди молодых ученых, представленный на IV Международной научной конференции «Сплавы с памятью формы», Москва, 2021 г.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, семи глав, основных выводов, изложенных на 139 страницах машинописного текста, включающего 62 рисунка, 10 таблиц, список использованных источников из 223 наименований отечественных и зарубежных авторов.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение посвящено описанию актуальности темы, постановке цели и задач диссертационного исследования.

Глава 1 представляет собой аналитический обзор источников литературы в указанной области исследований. Рассмотрены требования к материалам для ортопедических имплантатов, преимущества и недостатки современных сплавов для их изготовления. Подробно рассмотрены перспективные сплавы с памятью формы на основе Ti-Zr-Nb, являющиеся объектом исследований настоящей работы, а также методы их ТМО.

Глава 2 посвящена описанию общего подхода к получению объектов исследования их обработке, исследованиям и испытаниям, обеспечивающим достижение цели работы.

Объектами исследования в данной работе были слитки сплава Ti-Zr-Nb и материалы, полученные в результате их обработки. Номер, масса и химический состав слитков приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты анализа химического анализа слитков сплава Ti-Zr-Nb по основным компонентам

№ слитка	Масса, кг	Содержание элементов в ат. %			Содержание элементов в масс. %			
		Ti	Zr	Nb	O	C	H	N
1	30	осн	19±0,5	14±0,5	≤0,05	≤0,001	≤0,001	≤0,001
2	20		17,8±0,5	15,1±0,5				

Слиток №1

Для исследования влияния ВТМО и НТМО на структуру и свойства прутковых полуфабрикатов (Глава 4), из слитка №1 сплава Ti-Zr-Nb были вырезаны две заготовки диаметром 55 мм и длиной 200 мм, которые были подвергнуты комбинированной ТМО по двум режимам:

1) Режим НТМО (рисунок 1 а). Первую заготовку подвергли РСП при температуре 900 °С на прокатных станах МИСИС "14-40" и МИСИС "10-30" для получения заготовки диаметром 14 мм ($\epsilon = 2,85$). Полученную заготовку разрезали на части и подвергли сначала РК при 600 °С ($\epsilon = 1,35$), а затем РК при 20 °С ($\epsilon = 0,3$) (холодная ротационная ковка, ХРК). Далее при комнатной температуре была проведена правка на косоалковкой правильной машине с последующей механической обработкой на станке бесцентровой шлифовки до диаметра 5,5 мм. ПДО после ХРК проводили в интервале температур 500–750 °С, 30 мин в атмосфере аргона с закалкой в воду.

2) Режим ВТМО (рисунок 1 б). Вторую заготовку подвергли РСП при температуре 900 °С на прокатных станах МИСИС "14-40" и МИСИС "10-30" для получения заготовки прутка диаметром 17 мм ($\epsilon = 2,4$). Затем пруток разрезали на части и подвергли РК ($\epsilon = 2$) в диапазоне температур от 500 до 800 °С с охлаждением на воздухе. Полученные образцы были подвергнуты правке при комнатной температуре с применением косоалковкой правильной машины и механически обработаны до диаметра 5,5 мм. Таким образом, были получены четыре прутка диаметром 5,5 мм и длиной 1500 мм: ГРК500, 600, 700, 800.

РСП проводили в научно-производственном центре «Обработка металлов давлением», а РК проводили в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

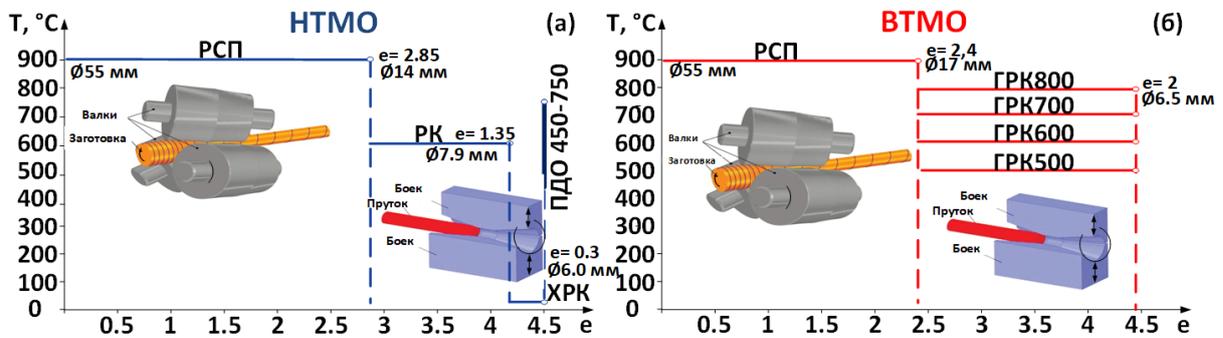


Рисунок 1 – Схема ТМО для получения прутковых полуфабрикатов с целью изучения влияния VTMO и HTMO на структуру и свойства сплава Ti-Zr-Nb: HTMO (а), VTMO (б)

Слиток №2

Для исследования влияния условий охлаждения, ПДО и старения после VTMO на структуру и свойства прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы (Главы 5, б) комбинированная ТМО была реализована в следующей последовательности. Слиток №2 для устранения литой структуры был подвергнут мультиосевой ковке в диапазоне температур 950–1050 °С и механически обработан до диаметра 85 мм. Затем полученную заготовку ковали при температуре 800–900 °С до 28 мм ($e = 3,5$) и механически обработали до диаметра 21,5 мм с целью удаления оксидного слоя и зачистки дефектов поверхности. Далее прутковые заготовки подвергли ГРК ($e = 3,1$) при 600 °С и 700 °С с последующим охлаждением в воде (ГРК600, 700+ЗВ) или на воздухе (ГРК600, 700+ВО) для получения прутковых полуфабрикатов диаметром 4,5 мм. Два прутка, полученные в ходе ГРК600 и ГРК700 были подвергнуты ХРК при 20 °С в последнем проходе (ГРК600, 700+ХРК, $e = 0,3$) с целью реализации схемы HTMO и получения сравнительных образцов с характерной деформированной структурой. Затем полученные прутки подвергли ПДО при 525 °С (ГРК600, 700 + ЗВ, ВО, ХРК + ПДО525) и 750 °С (ГРК600, 700 + ЗВ, ВО, ХРК + ПДО750) в течение 30 мин в атмосфере аргона, с последующей водной закалкой. Таким образом, было получено 18 различных типов образцов. Ротационную и мультиосевую ковку, а также ковку на молоте проводили в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ». Схема ТМО представлена на рисунке 2.

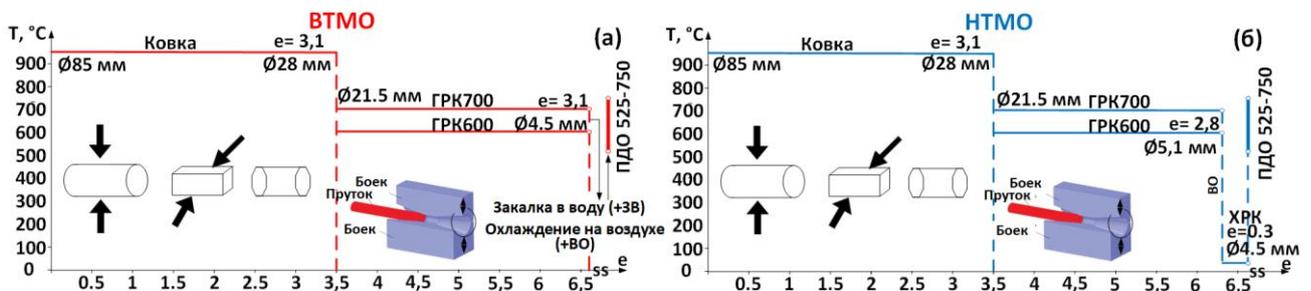


Рисунок 2 – Схема ТМО для изучения влияния условий охлаждения, ПДО и старения после VTMO, на структуру и свойства сплава Ti-Zr-Nb: VTMO (а), HTMO (б)

Старение проводили в диапазоне температур 200–350 °С в течение 10–1200 мин для трёх типов структурных состояний сплава выбранных режимов ТМО: ГРК700 + ХРК + ПДО525, 750 и ГРК700 + ВЗ.

С целью изучения термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-Zr-Nb в условиях сжатия (Глава 3), полученный по режиму ГРК600 пруток (слиток №1), был дополнительно механически обточен до диаметра 5 мм. Осадку полученных образцов проводили со скоростями деформации $0,1-10 \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур от 600 °С до 1000 °С. Для проведения сравнительного анализа вклада статических процессов структурообразования образцы в исходном состоянии были подвергнуты термической обработке при температурах в диапазоне от 600 °С до 1000 °С в течение 10 мин с водной закалкой, имитирующей условия нагрева сплава непосредственно перед осадкой.

Исследование структурного и фазового состояния проводили методами световой микроскопии, рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии, а

также методом дифракции обратно отражённых электронов (EBSD). Исследование механических свойств включало измерение твердости, проведение статических испытаний на растяжение и трёхточечный изгиб. Исследование функциональных свойств включало проведение циклических испытаний на растяжение, усталостных испытаний в условиях изгиба, а также усталостных испытаний систем ТФП с использованием балок из сплава Ti-Zr-Nb.

Исследование структуры методом световой микроскопии проводили с помощью оптического микроскопа «Versamet-2», оснащенного камерой «Nikon D90». Средний размер зерна β -фазы измеряли с использованием метода направленных секущих. Для продольных сечений образцов был рассчитан средний размер зерна в направлениях параллельно и перпендикулярно вытяжке.

Анализ структуры, субструктуры и текстуры методом дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD) был проведён с использованием сканирующего электронного микроскопа «TESCAN VEGA LMN». Эволюция текстуры была охарактеризована с использованием программного обеспечения «Aztec v3.1» (Oxford instruments, Абингдон, Великобритания).

Тонкую структуру сплава после старения изучали методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с использованием микроскопа «JEM-2100» при напряжении 200 кВ. Размеры частиц ω -фазы определяли по темнопольным изображениям.

Фазовое состояние сплава изучали методом рентгеноструктурного анализа при комнатной температуре с использованием рентгеновского дифрактометра «X'pert Pro». Диапазон измерений составлял от 30° до 90° 2θ с излучением $\text{CuK}\alpha$. Ширину пиков β -фазы измеряли на половине их высоты (B_{hkl}) для оценки дефектности решетки. Параметры решетки β -фазы рассчитывали по угловым координатам центров тяжести соответствующих пиков. Кристаллографический ресурс обратимой деформации ($\varepsilon_{\beta \leftrightarrow \alpha}^{max}$), соответствующий максимальной деформации решетки при фазовом превращении, был рассчитан с использованием параметров решёток исходной β (a_β) и мартенситной α'' ($b_{\alpha''}$) фаз, определенных по угловым координатам $(110)_\beta$ и $(020)_{\alpha''}$ рентгеновских пиков.

Твердость по Виккерсу измеряли с помощью твердомера «Metkon Metallography hardness tester» с приложенной нагрузкой 1 кг в течение 10 с.

Механические свойства прутков из сплава системы Ti-Zr-Nb были исследованы методом одноосного статического растяжения со скоростью деформирования 2 мм/мин, с использованием испытательных машин «MiniBionix 858» в Главе 4, «Instron 5966» в Главе 5, «Instron 5569» в Главе 6, оснащенного видеоэкстензометром. Рабочая часть образцов для испытаний составляла 3 мм в диаметре и 30 мм в длину.

Функциональные циклические испытания сплава Ti-Zr-Nb были проведены с использованием испытательных машин «MiniBionix 858» в Главе 4, «Instron 5966» в разделах 5 и 6. Испытания проводились со скоростью деформирования 2 мм/мин, с использованием тех же типов образцов что и при статических испытаниях. Испытания проводились по схеме: растяжение на 0,5 (Глава 4) или 1 % (Глава 5, 6) – разгрузка, с последующим увеличением наводимой деформации на 0,5 (Глава 4) или 1 % (Глава 5, 6).

Функциональные испытания на трёхточечный изгиб проводили с использованием испытательной машины «MiniBionix 858» на образцах диаметром 5,5 мм и длиной 65 мм, расстояние между опорами равнялось 50 мм. Статические испытания на изгиб проводили со скоростью 0,5 мм/мин. Затем были проведены три серии усталостных испытаний на трёхточечный изгиб с отношением минимального напряжения к максимальному в цикле $R < 0,01$ при напряжениях 25 %, 50 % и 75 % от максимального напряжения (σ_{max}), определенного при статических испытаниях на изгиб.

Усталостные испытания модели ТФП проводили в соответствии с ГОСТ Р 57390—2017 (ASTM F1717). В сборке были использованы экспериментальные балки диаметром 5,5 мм, выполненные из сплава Ti-18Zr-15Nb и Ti-6Al-7Nb. Испытания проводились с использованием универсальной испытательной машины сервогидравлического типа «AG LFV». Для определения максимальной нагрузки при статическом нагружении сборки P_{max} проводили статические испытания. Затем были проведены три серии усталостных испытаний с частотой при циклическом нагружении 5 Гц при нагрузке 25 % от P_{max} и 2 Гц при нагрузке 75 % и 50 % от P_{max} .

Глава 3 посвящена исследованию термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-Zr-Nb в ходе сжатия со скоростями деформации $0,1-10 \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур от 600 °C до 1000 °C . В результате исследований установлено, что сплав проявляет хорошую деформируемость во всём температурном интервале испытаний. Увеличение скорости деформации не приводит к изменению характера кривых течения (рисунок 3 а-в). Отсутствие установившейся стадии деформации на кривых «напряжение-деформация» может свидетельствовать о склонности сплава к локализации деформации. После осадки при температуре 1000 °C в геометрии образцов наблюдается рюмкообразный дефект, свидетельствующий о неравномерности распределения деформации, что может быть следствием формирования глубокого поверхностного оксидного слоя при высоких температурах.

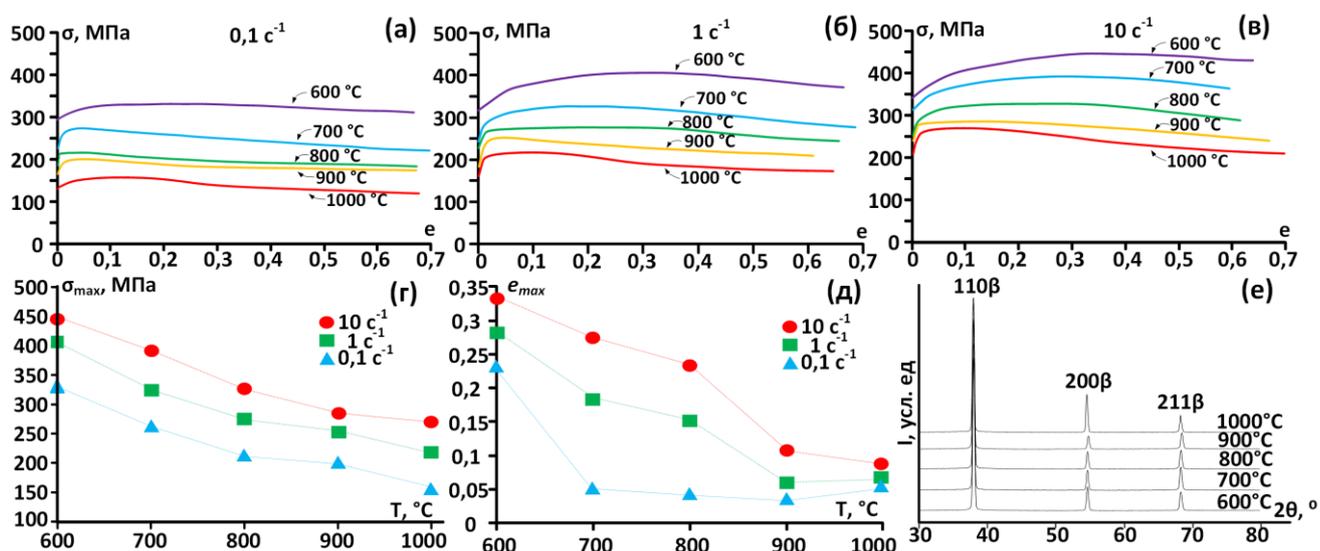


Рисунок 3 – Диаграммы деформации сплава Ti-Zr-Nb (а-в), зависимость σ_{max} и ϵ_{max} от температуры и скорости деформации (г, д). Рентгеновские дифрактограммы сплава Ti-Zr-Nb после осадки (е)

По кривым «напряжение-деформация», представленным на рисунке 3 а-в, определяли основные параметры, такие как максимальное сопротивление деформации σ_{max} , а также соответствующую этому напряжению степень деформации ϵ_{max} . Выявленные закономерности изменения этих параметров являются стандартными: максимальное сопротивление деформации σ_{max} снижается с уменьшением температуры деформации, а также с увеличением скорости деформации (рисунок 3 г, д).

Рентгеноструктурный анализ показал, что после испытаний образцы находятся в однофазном состоянии ОЦК β -фазы (рисунок 3 е). Результаты сравнительного структурного анализа образцов после осадки и статически отожжённых исходных образцов (рисунок 4) показывают, что изменение среднего размера зерна в первую очередь зависит от температуры обработки. Так, на рисунке 4 а-е пунктирной линией показана кривая изменения среднего размера зерна для статически отожжённых образцов, которая повторяет тенденцию изменения среднего размера зерна в зависимости от температуры деформации для образцов после высокотемпературной осадки. В результате осадки при температурах $800-1000 \text{ °C}$ наблюдается малое количество динамически рекристаллизованных зерен (равноосных), что свидетельствует о высокой стойкости сплава против динамической рекристаллизации (рисунок 4 ж).

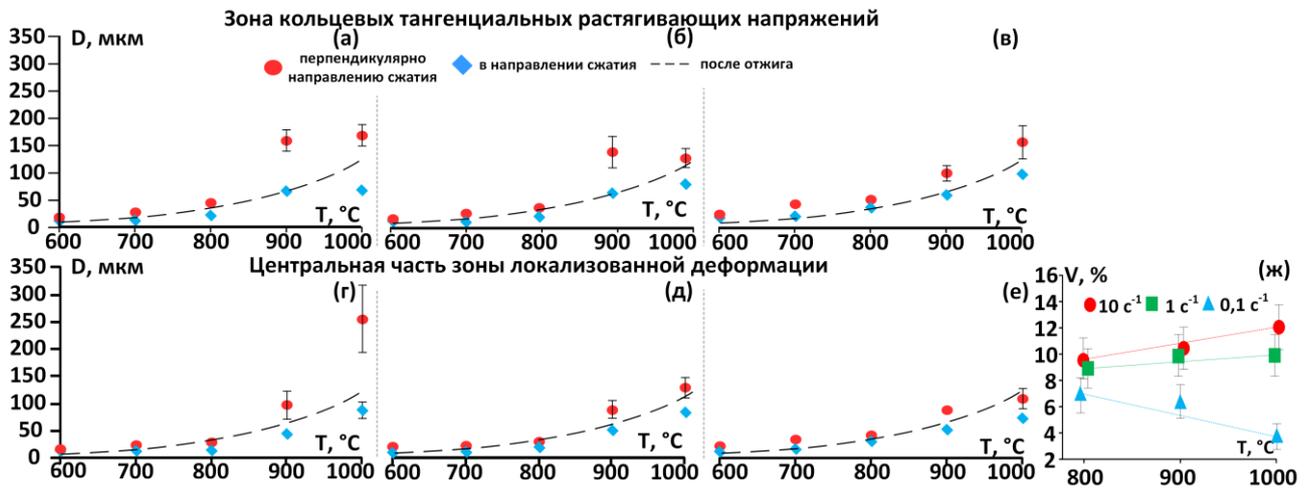


Рисунок 4 – Средний размер зерна образцов после осадки со скоростью 0,1 с⁻¹ (а, г), 1 с⁻¹ (б, д), 10 с⁻¹ (в, е) в зоне действия кольцевых тангенциальных растягивающих напряжений (а-в) и центральной части локализованной деформации (г-е). Доля рекристаллизованных зерен в образцах после осадки (ж)

В результате проведённых исследований разработаны рекомендации для проведения ВТМО сплавов Ti-Zr-Nb. Для уменьшения уровня поверхностного окисления и формирования преимущественно динамически полигонизованной субструктуры β -фазы, которая является наиболее перспективной для получения в материале высокого комплекса механических и функциональных свойств ОМД в схеме ВТМО рекомендуется проводить при температурах 600–800 °С. При этом можно применять как прессование с низкой скоростью деформации, так и ковку с высокой скоростью деформации, т. к. сплав не проявляет скоростной чувствительности в указанном температурном интервале.

Глава 4 посвящена сравнительному исследованию влияния схем НТМО и ВТМО на структуру, фазовый состав, кристаллографическую текстуру, а также на механические и функциональные, в т. ч. усталостные свойства в условиях изгиба прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb.

Результаты исследования зеренной структуры методом световой микроскопии показали, что ХРК не устраняет неоднородность структуры по поперечному сечению заготовки, сформированной в ходе РСП (рисунок 5 а). Данная неоднородность хорошо исследована и является следствием геликоидального течения металла и неравномерного распределения напряжений в очаге деформации при РСП. Размер зерен после ХРК увеличивается от 6 мкм до 13 мкм от 1 к 3 исследуемой зоне поперечного сечения. Отжиг при 550 °С приводит к появлению рекристаллизованных зерен около 5 мкм, но неоднородность по всему сечению сохраняется. Увеличение температуры отжига приводит к развитию статической рекристаллизации и росту среднего размера зерна более 20 мкм при ПДО750 (рисунок 5 а).

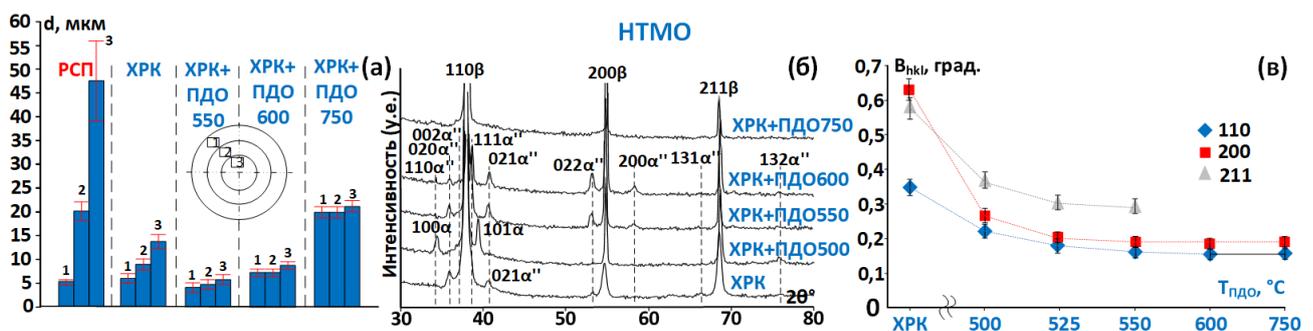


Рисунок 5 – Средний размер зерна в поперечном сечении в трёх зонах после НТМО (а). Рентгеновские дифрактограммы сплава Ti-Zr-Nb после НТМО (б). Изменение полуширины линий β -фазы после НТМО (в)

Рентгеноструктурный анализ (рисунок 5 б) показал, что основной фазовой составляющей после НТМО является β -фаза. После всех видов ТМО, за исключением ХРК+ПДО750, наблюдается некоторое количество α'' -мартенсита напряжения (после ХРК) или охлаждения. Некоторое количество α -фазы также присутствует после ПДО при 500 °С (рисунок 5 б), в следствии отжига при температуре двухфазной области. Кристаллографический ресурс обратимой деформации составил $\varepsilon_{\beta \leftrightarrow \alpha}^{max} \approx 5,9\%$ независимо от ТМО. Изменения полуширины рентгеновских линий β -фазы (рисунок 5 в) отражают эволюцию дефектности решетки (субструктурного упрочнения) в результате применения различных видов ТМО. Ожидается, наиболее широкие линии β -фазы характерны для образца после ХРК. Последующее ПДО приводит к значительному уменьшению полуширины линий, что является следствием разупрочнения материала в связи с протеканием статической полигонизации и рекристаллизации.

После ГРК500 структурная неоднородность, сформированная в ходе РСЦ, сохраняется, а средний размер зерна уменьшается во всех трех зонах (рисунок 6 а). Следует отметить, что, после ГРК500 средний размер зерна уменьшается быстрее в периферийной зоне (от 5 до 2 мкм), чем в центральной (от 32 до 26 мкм) и промежуточной (от 14 до 11 мкм), что свидетельствует о значительном развитии процессов статической рекристаллизации при промежуточных нагревах в ходе ГРК. При температурах 600 °С и 700 °С ГРК приводит к формированию структуры с более однородным распределением размеров зерна в трёх исследуемых зонах (рисунок 6 а).

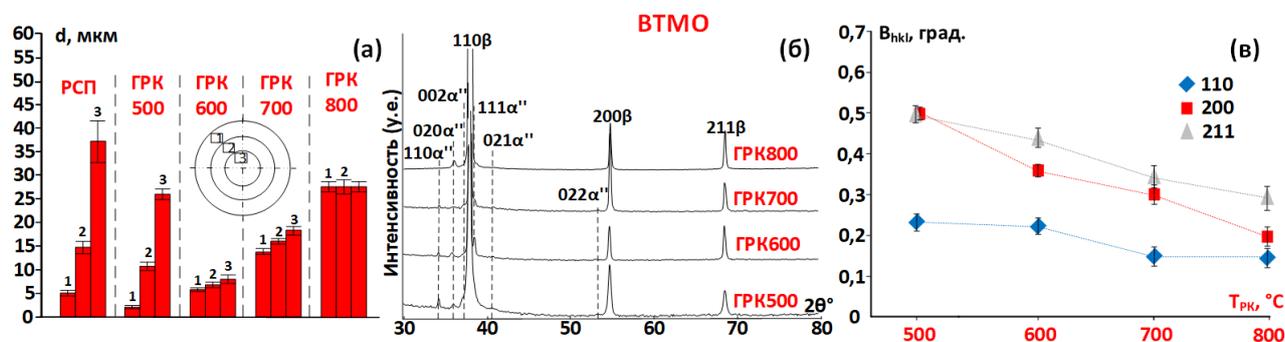


Рисунок 6 – Средний размер зерна в поперечном сечении в трёх зонах после VTMO (а). Рентгеновские дифрактограммы сплава Ti-Zr-Nb после VTMO (б). Изменение полуширины линий β -фазы (в)

В результате рентгеноструктурного анализа установлено, что так же, как и в случае НТМО, после ГРК основной фазовой составляющей является β -фаза (рисунок 6 б). После ГРК при 500 и 600 °С образуется небольшое количество α'' -мартенсита. С повышением температуры ГРК полуширина всех линий β -фазы уменьшается, что указывает на снижение концентрации дефектов кристаллического строения при более высоких температурах деформации (рисунок 6 в).

Структуру, субструктуру и кристаллографическую текстуру сплава после НТМО и VTMO изучали с помощью EBSD анализа в трёх зонах, от периферии к центру поперечного сечения пруткового полуфабриката. После ХРК + ПДО550 в периферийной зоне поперечного сечения наблюдаются преимущественно рекристаллизованные зерна размером до 5 мкм (рисунок 7 а). При переходе к промежуточной и центральной зонам поперечного сечения в структуре проявляются области с большим количеством малоугловых границ (субзерна размером $\sim 1,3 \pm 0,3$ мкм) и небольшим количеством равноосных зерен, что указывает на протекание статической полигонизации, сопровождающейся образованием субзерен, одновременно с рекристаллизацией (образования зерен из субзерен). Как видно на рисунке 7 г-е, что после ГРК600 структура состоит в основном из неравноосных деформированных зерен как у края, так и в центре поперечного сечения. Внутри этих зерен существует множество малоугловых границ (субзерна размером $\sim 1,8 \pm 0,2$ мкм), что свидетельствует о протекании процессов динамического возврата и/или полигонизации. После повышения температуры ГРК до 700 °С размер зерна увеличивается, а морфология зеренной структуры сохраняется. Следует иметь в виду, что в перерывах между проходами ГРК заготовка находится в печи в течение 5–10 мин. Это приводит

к развитию процессов статической рекристаллизации деформированной структуры материала и изменению размера зерна, как это было показано в Главе 3. Поэтому, окончательная структура прутковых полуфабрикатов, получаемых методом ВТМО, является комбинированным результатом статической рекристаллизации, происходящей во время пауз между проходами ГРК, и динамической полигонизации, происходящей во время последнего прохода.

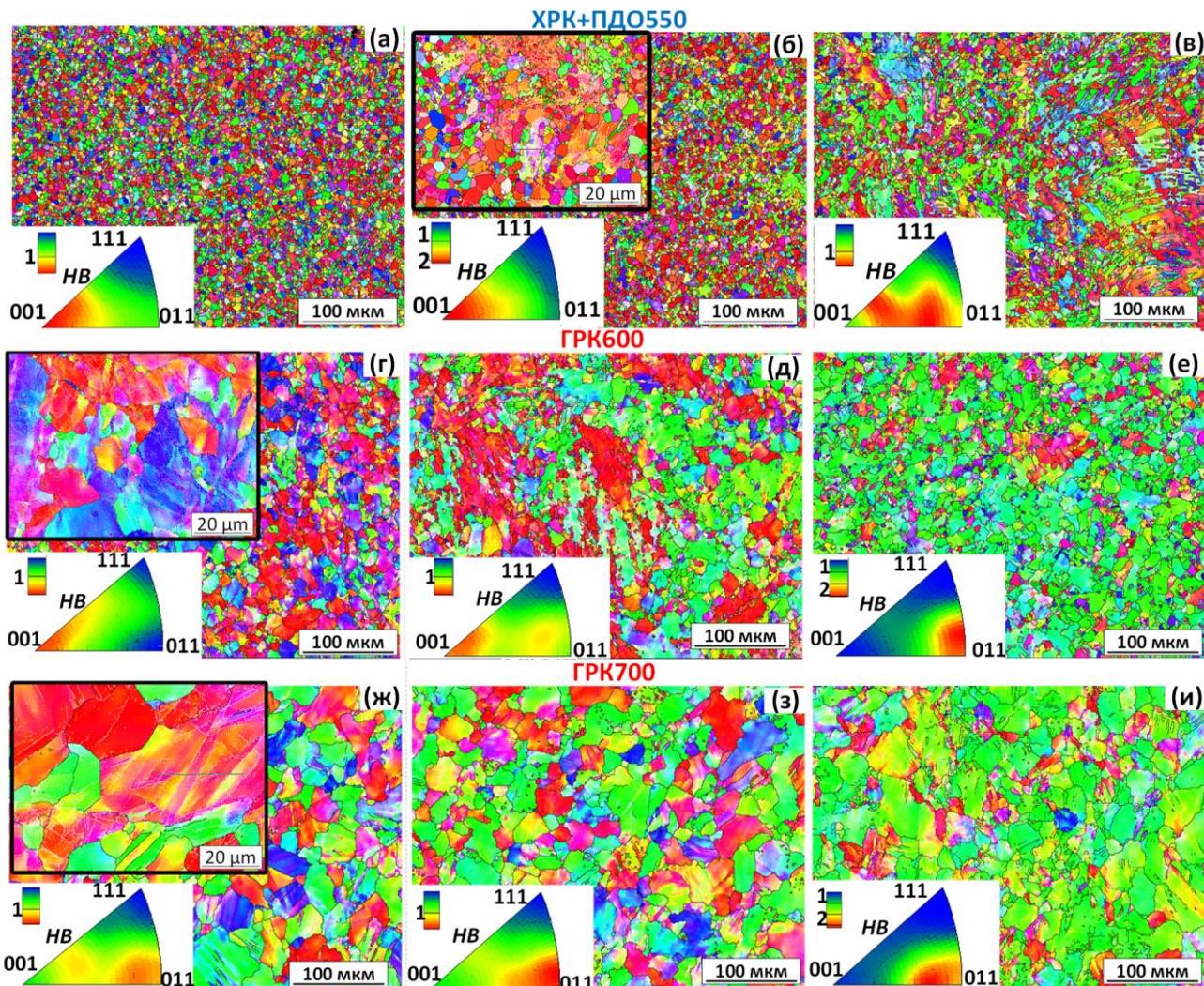


Рисунок 7 – Изображения EBSD, обратные полюсные фигуры после НТМО (а-в) и ВТМО (г-и), в трёх зонах поперечного сечения: периферийная зона (а, г, ж); промежуточная зона (б, д, з); центральная зона (в, е, и). НВ – направление вытяжки

После ХРК + ПДО550 в периферийных и промежуточных зонах поперечного сечения в результате статической рекристаллизации образуется кристаллографическая текстура с максимальной интенсивностью в направлении $[001]_{\beta}$, параллельном направлению вытяжки (НВ) (рисунок 7 а, б). В центральной части поперечного сечения (рисунок 7 в) текстура размыта и не имеет четкого максимума интенсивности. После ВТМО кристаллографическая текстура отличается большей однородностью. При ГРК600 относительно слабая текстура с максимальной интенсивностью в направлении $[001]_{\beta}$ меняется на относительно сильную текстуру с максимальной интенсивностью в направлении $[011]_{\beta}$ при пересечении поперечного сечения образцов от периферии к центру (рисунок 7 г-е). Согласно предыдущим исследованиям, сформированная в ходе ГРК600 кристаллографическая текстура способствует низкому модулю Юнга и относительно высокой обратимой деформации. После ГРК700 образуется наиболее однородная кристаллографическая текстура по поперечному сечению с максимальной интенсивностью, близкой к направлению $[011]_{\beta}$, параллельному направлению вытяжки прутка. Причины различий в формировании кристаллографической текстуры после НТМО и ВТМО могут быть связаны с различными фазовым составом и температурными условиями ТМО. Так, в случае НТМО текстура образуется в ходе нагрева сплава после ХРК, содержащего α'' -мартенсит

напряжения и новообразованные зерна β -фазы могут наследовать кристаллографическую текстуру α'' -мартенсита. В случае ВТМО процесс формирования текстуры в областях чистой β -фазы происходит во время проходов ГРК, чередующихся с перерывами между проходами.

В результате механических испытаний на растяжение установлено, что после НТМО, включая ПДО550, сплав демонстрирует относительно высокую прочность ($\sigma_s = 680 \pm 10$ МПа), так же, как и в случае ГРК500 ($\sigma_s = 720 \pm 18$ МПа), что связано с высокой плотностью дефектов кристаллической решетки (рисунок 8). С повышением температуры ГРК максимальная прочность снижается и достигает 580 ± 22 МПа после ГРК при температуре 700 °С (рисунок 8 б). Вне зависимости от ТМО сплав имеет низкий инженерный модуль Юнга (около 40 ГПа) и относительное удлинение до разрушения более 10 %.

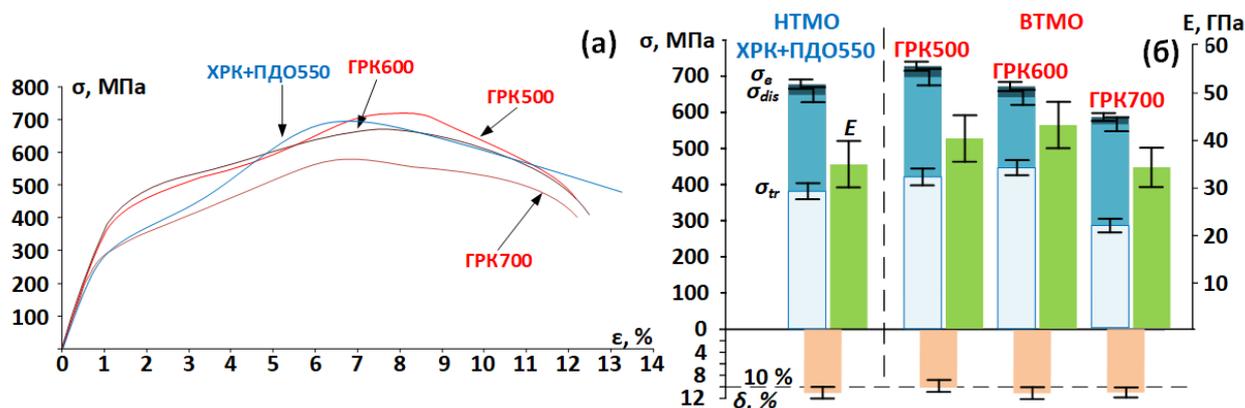


Рисунок 8 – Статические испытания на растяжения сплава Ti–Zr–Nb после НТМО и ВТМО: (а) типичные диаграммы деформации растяжением; (б) механические свойства сплава

Результаты функциональных циклических испытаний показали, что изменение сверхупругого поведения сплава после ГРК500 и НТМО, включая ПДО550 схожи: значительное увеличение остаточных деформаций в течение первых нескольких циклов, за которыми следует медленное увеличение сверхупругих обратимых деформаций в ходе циклирования вплоть до 10-го цикла (рисунок 9 а, б, е, ж). После НТМО величина сверхупругой обратимой деформации достигает максимума в 19-м цикле и составляет $\epsilon_r^{se} = 3,4$ % (рисунок 9 е). После ВТМО общая обратимая деформация ϵ_r^{tot} быстро увеличивается в течение первых 10 циклов, что сопровождается медленным накоплением остаточных деформаций (рисунок 9 д, ж). Следует отметить, что после ГРК700 общая обратимая деформация увеличивается быстрее, чем сверхупругая обратимая деформация, которая в свою очередь достигает своего максимума в 13-м цикле и составляет $\epsilon_r^{se} = 3,1$ % (рисунок 9 д, е). На основании результатов циклических испытаний на растяжение с точки зрения стабильности функциональных свойств образцы после ТМО могут быть классифицированы от лучших до худших как: ГРК700, ГРК600, ХРК+ПДО550 и ГРК500.

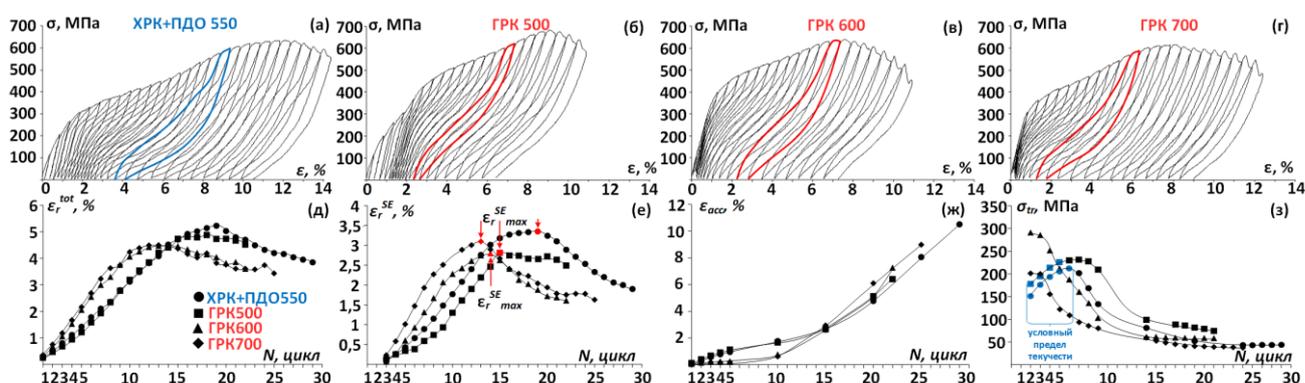


Рисунок 9 – Результаты функциональных циклических испытаний на растяжение сплава Ti–Zr–Nb после НТМО и ВТМО: типичные циклические диаграммы деформации-разгрузки (а-в); значения общей обратимой деформации ϵ_r^{tot} (д), сверхупругой обратимой деформации ϵ_r^{se} (е), накопленной деформации ϵ_{acc} (г), фазового предела текучести σ_{tr} (з) в зависимости от цикла

Результаты статических испытаний на трёхточечный изгиб показали, что сплав после НТМО проявляет наименьший предел текучести, что, очевидно, соответствует фазовому пределу текучести (рисунок 10 а). После ВТМО на диаграммах «напряжение-перемещение» точки перегиба, соответствующие фазовому пределу текучести, надёжно не выявляются. Максимальные значения прочности на изгиб для образцов после всех видов ТМО, находятся в диапазоне 1400–1700 МПа, что превосходит значения большинства β -титановых сплавов.

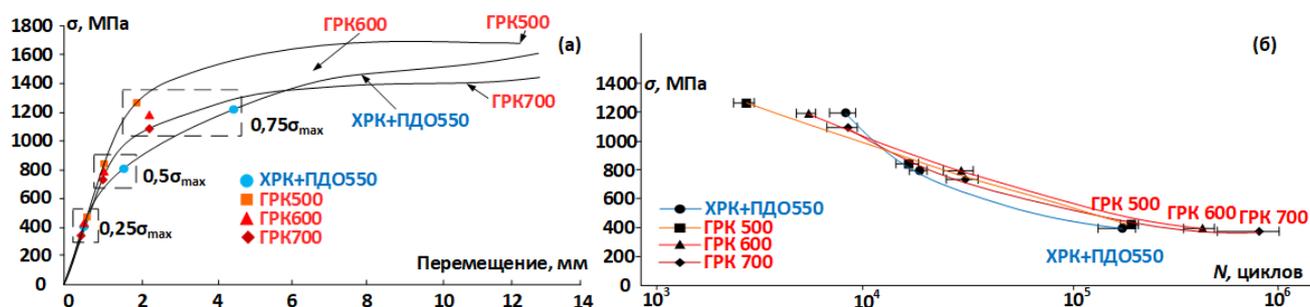


Рисунок 10 – Результаты испытаний на трёхточечный изгиб после НТМО и ВТМО: (а) диаграммы «напряжение-перемещение», полученные в ходе статических испытаний; (б) зависимость количества циклов до разрушения от величины напряжения

Усталостные испытания на трёхточечных изгиб проведены с контролируемым напряжением, составляющим 25, 50 и 75 % от максимальной нагрузки при статическом испытании (рисунок 10 б). Сравнение результатов после РК700 и НТМО, включая ПДО550, показывает, что разница в приложенном напряжении $0,75 \sigma_{max}$ всего в 100 МПа приводит к существенной разнице в перемещении при изгибе $\sim 1,5$ мм. Основные результаты усталостных испытаний, определяемые в количестве циклов до разрушения (усталостная долговечность), представлены в виде кривой Веллера (рисунок 10 б). При самых высоких напряжениях $0,75$ от σ_{max} усталостная долговечность сплава после НТМО, включая ПДО550, и РК700 одинаково высокая (около 10000 циклов). Когда величина напряжения уменьшается (не более $0,5$ от σ_{max}), количество циклов до разрушения после ВТМО становится выше, чем после НТМО. Уменьшение величины напряжения до минимума ($0,25$ от σ_{max}) увеличивает разницу в усталостной долговечности сплава после НТМО и ВТМО. Наибольшая усталостная долговечность ($\sim 10^6$ циклов до разрушения) проявляется в сплаве после ГРК700 в условиях циклических испытаний с напряжением 400 МПа.

В результате исследований был выбран режим ВТМО, а именно ГРК при 700 °С, как наиболее рациональный среди изученных схем ТМО, в результате которого прутки обладают высокими механическими и функциональными свойствам. Дополнительные способы повышения свойств, реализуемые в промышленных условиях, такие как условия охлаждения и дополнительный отжиг после ВТМО, а также старение, пока не изучено. Влияние указанных методов финальной ТМО на структурно-фазовое состояние, механические и функциональные свойства представлены в Главах 5 и 6.

Глава 5 посвящена исследованию влияния условий охлаждения и ПДО после ВТМО, на структуру и свойства прутков из сплава на основе Ti–Zr–Nb.

В результате исследования структуры поперечных и продольных сечений образцов после ТМО было установлено, что ГРК при 600 и 700 °С приводит к образованию однородной структуры в поперечном сечении со средним размером зерна 3–5 и 10–20 мкм соответственно (рисунок 11 а-з, рисунок 13). Средний размер зерна в образцах с ВО систематически выше, чем для образцов с ЗВ, из-за более низкой скорости охлаждения, которая способствует миграции границ зерен. Из рисунка 11 б-к, г-м видно, что РК независимо от температуры и условия охлаждения, приводит к образованию вытянутой в направлении вытяжки структуры. Так, средний размер зерна, измеренный по секущим параллельным направлению вытяжки (\parallel НВ) заметно выше, чем средний размер, измеренный по секущим перпендикулярным направлению вытяжки (\perp НВ). В результате ХРК формируются наиболее удлинённые зерна со средним

размером зерна ($(\parallel\text{HB} \times \perp\text{HB}) = 8,7 \times 3,2 \text{ мкм}$ и $40 \times 18 \text{ мкм}$ после ГРК при $600 \text{ }^\circ\text{C}$ и $700 \text{ }^\circ\text{C}$ соответственно.

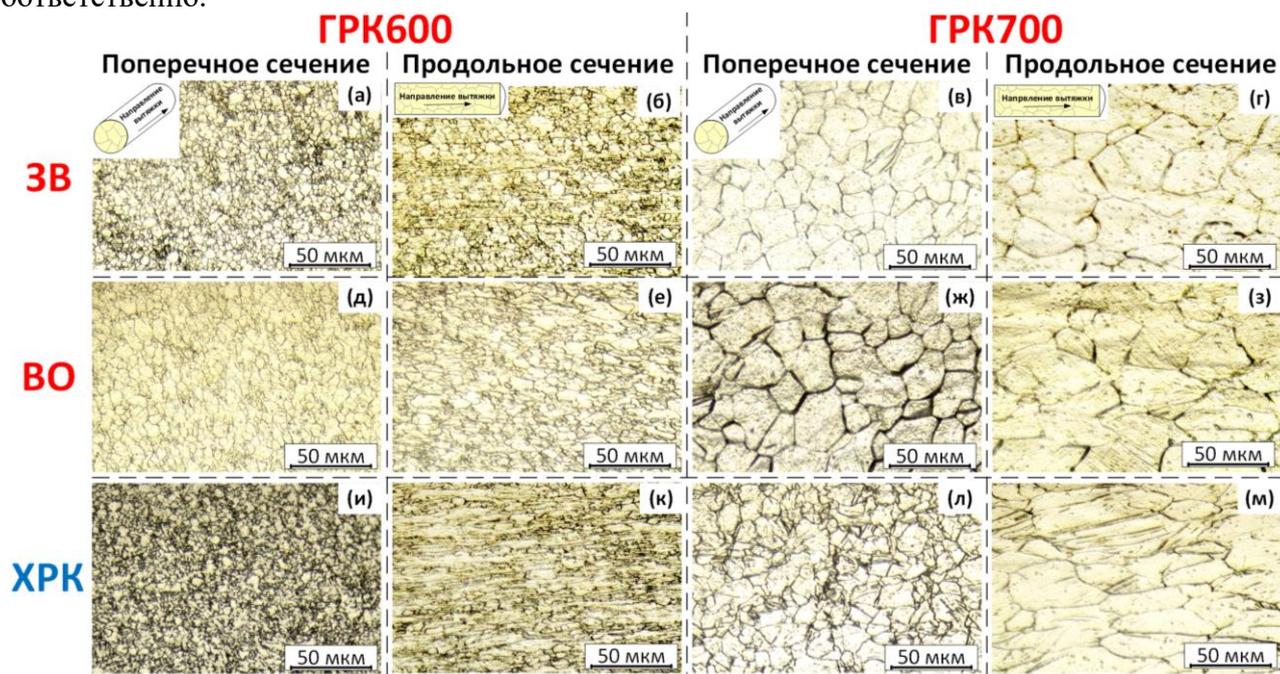


Рисунок 11 – Структура сплава Ti-Zr-Nb после: ГРК 600+ЗВ (а, б); ГРК 700+ЗВ (в,г); ГРК 600+ВО (д, е); ГРК 700+ВО (ж, з); ГРК 600+ХРК (и, к); ГРК 700+ХРК (л, м)

ПДО при температуре $525 \text{ }^\circ\text{C}$ по-разному влияет на структуру в зависимости от температуры РК и условий охлаждения. После ГРК700 + ХРК + ПДО525, из-за развития статической рекристаллизации, структура становится более мелкозернистой, со средним размером зерна $\leq 10 \text{ мкм}$. (рисунок 12 г). После ГРК600 + ХРК + ПДО525 зерна становятся равноосными, а средний размер остается на уровне образцов до ПДО $\sim 5 \text{ мкм}$ (рисунок 12 б). ПДО при температуре $525 \text{ }^\circ\text{C}$ после ГРК с ВО и ЗВ приводит к изменению формы зерен на более равноосную по сравнению с состоянием, предшествующим ПДО, без изменения среднего размера зерна (рисунок 12 а, в; рисунок 13). После ПДО при $750 \text{ }^\circ\text{C}$ образуется статически рекристаллизованная структура с зернами, имеющими средний размер $29\text{--}35 \text{ мкм}$, независимо от температуры РК и условий охлаждения (рисунок 12 д-з; рисунок 13).

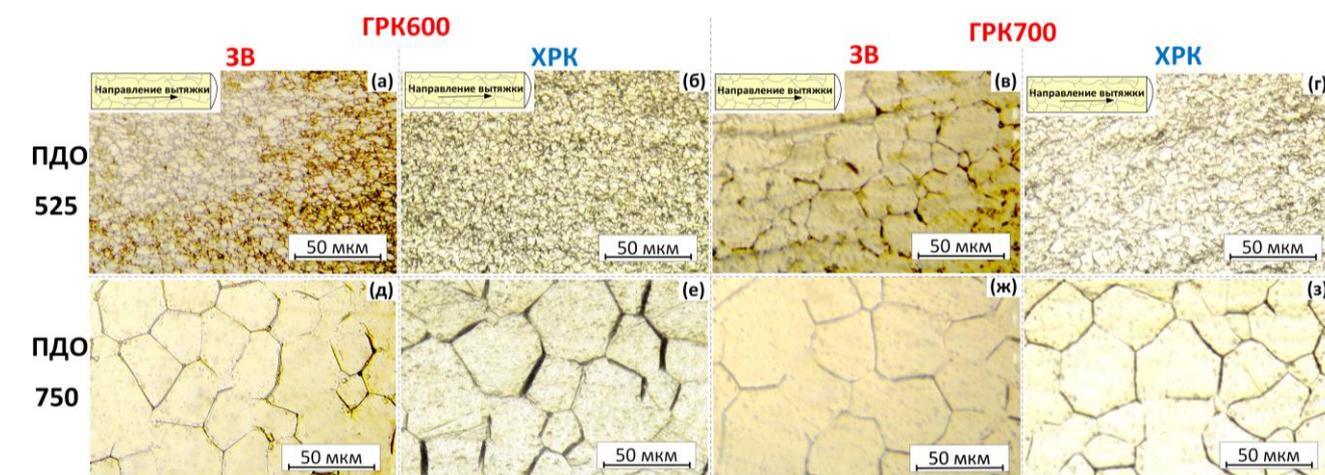


Рисунок 12 – Структура сплава Ti-18Zr-15Nb после ПДО при: $525 \text{ }^\circ\text{C}$ (а-г); $750 \text{ }^\circ\text{C}$ (д-з)

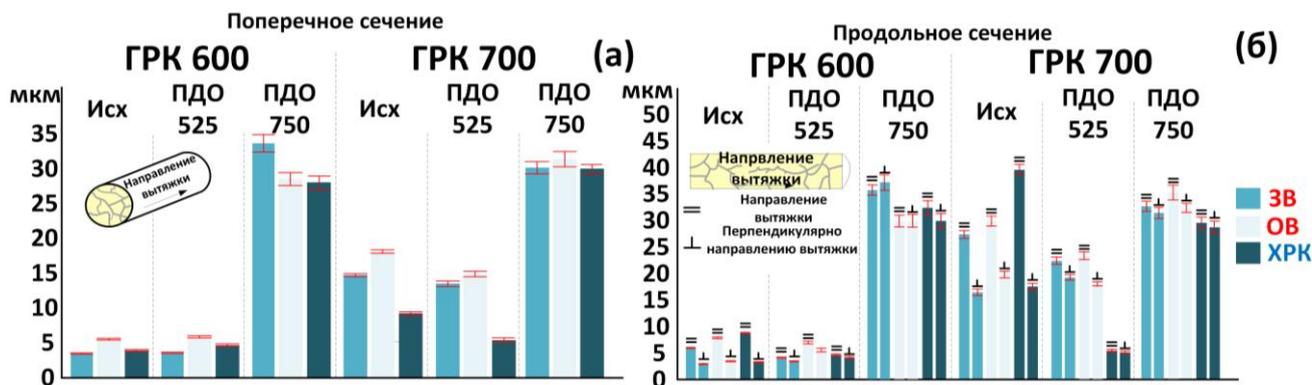


Рисунок 13 – Средний размер зерна сплава Ti–18Zr–15Nb после различных видов ТМО: поперечное сечение (а); продольное поперечное сечение (б)

Для более детального анализа эволюции структуры, субструктуры, а также для уточнения особенностей процессов рекристаллизации или миграции границ зерен, были получены EBSD изображения продольного сечения образцов после ГРК600, 700 + 3В и ГРК600, 700 + 3В + ПДО525, которые представлены на рисунке 14. По полученным изображениям были построены графики изменения углов разориентации на границах по линиям сканирования. ГРК600 + 3В приводит к образованию мелкозернистой структуры, состоящей из рекристаллизованных равноосных зерен и зерен, вытянутых в направлении вытяжки с дислокационной полигонизованной субструктурой внутри, характеризующейся наличием субзерен, разделенных малоугловыми границами. После ПДО при 525 °С структура практически не изменяется (рисунок 14 б): сохраняется некоторое количество равноосных и удлиненных зерен, в то время как размер зерна немного увеличивается вследствие миграции высокоугловых границ. После ГРК700 + 3В структура зерна состоит из сильно вытянутых зерен с развитой субструктурой (рисунок 14 в). Границы субзерен в этом случае, сформированы путем перераспределения дислокаций в энергетически более благоприятные субграницы. Некоторые области состоят из структурных элементов, разделенных параллельными малоугловыми границами (угол разориентации 10–14°) и высокоугловыми границами (угол разориентации 15–17°), что отражает непрерывное увеличение угла разориентаций на границах субзерен, и, таким образом, представляют собой начальную стадию непрерывной динамической рекристаллизации. После ПДО при 525 °С количество таких смешанных областей значительно уменьшается, а углы разориентации на сохранившихся параллельных границах увеличиваются и достигают 20–40° (рисунок 14 г). Размер зерна немного увеличился во всех направлениях из-за миграции высокоугловых границ (рисунок 14 г). Таким образом, ПДО при 525 °С после РК при 700 °С приводит к развитию процессов рекристаллизации и полигонизации, о чем свидетельствует увеличение разориентации субзерен/зерен и миграция границ с большим углом разориентировки.

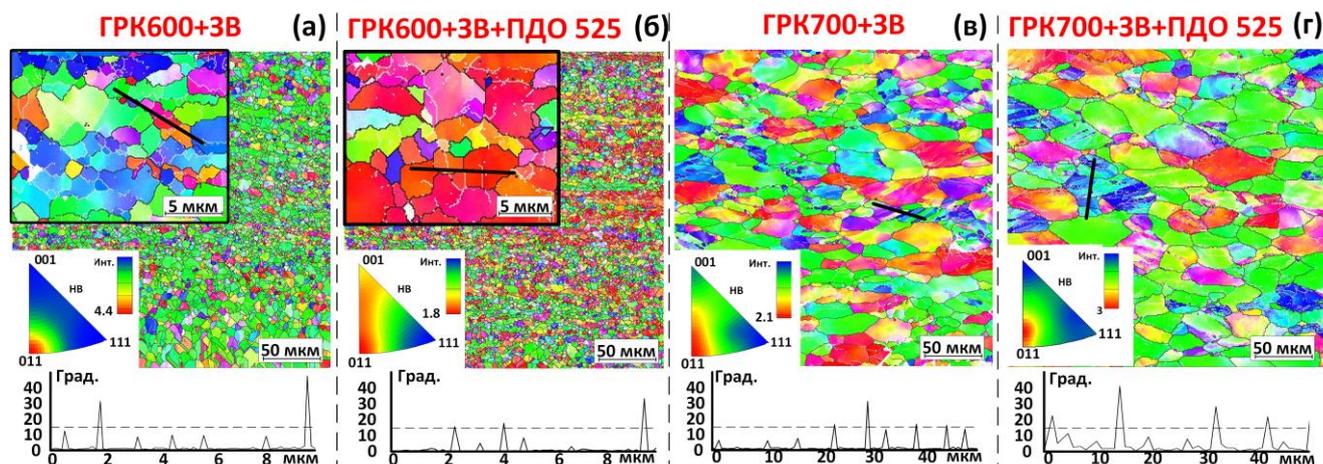


Рисунок 14 – Изображения EBSD, обратные полюсные фигуры, угол разориентации границ для областей, отмеченных жирной черной линией для образцов с ВЗ: ГРК600 (а); ГРК600 + ПДО525 (б); ГРК700 (в); ГРК700+ПДО525 (г)

Для образцов после ГРК600+ЗВ формируется сильная кристаллографическая текстура в направлении $[011]_{\beta}$ (рисунок 14 а). При последующем ПДО при 525 °С максимальная интенсивность текстуры размывается в направлении $[001]_{\beta}$ (рисунок 14 б), что может способствовать снижению модуля Юнга. Кристаллографический ресурс обратимой деформации для этого направления можно оценить, как ~4 %. Текстура после ГРК при 700 °С и ЗВ идентична текстуре после ГРК600+ЗВ+ПДО525, но имеет большую интенсивность в направлении $[011]_{\beta}$, что выгодно с точки зрения увеличения обратимой деформации. В целом, для рассматриваемых образцов после выбранных ТМО этого сплава образуется благоприятная текстура, которая соответствует диапазону кристаллографического ресурса обратимой деформации 4–6 %.

Как было показано ранее, β -фаза является основной фазовой составляющей после всех видов ТМО (рисунок 15 а). ХРК приводит к образованию небольшого количества, индуцированного напряжением и стабилизированного α'' мартенсита. Изменение условий охлаждения не приводят к выделению вторичных α - или ω -фаз. Не было обнаружено заметных различий в полуширине линии V_{110} между образцами с ВО и ЗВ, что позволяет предположить, что изменение условий охлаждения существенно не влияет на дефектность решётки (рисунок 15 б). Уменьшение полуширины линии после ПДО указывает на разупрочнение материала, по механизмам полигонизации и рекристаллизации, что коррелирует с результатами EBSD. Стоит отметить, что более широкие рентгеновские линии V_{110} , наблюдаемые после ГРК700 + ХРК + ПДО525 могут указывать на сохранение в структуре значительного количества дефектов решетки.

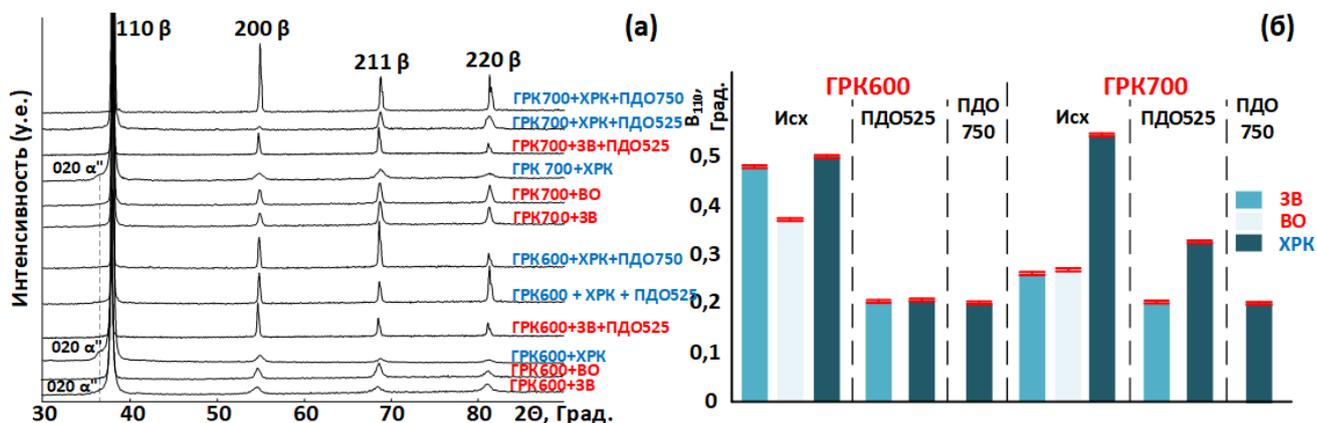


Рисунок 15 –Рентгеновские дифрактограммы сплава Ti-Zr-Nb (а). Изменение полуширина линии β -фазы после различных видов ТМО (б)

Результаты механических испытаний показали, что после ГРК600 образцы демонстрируют относительно высокую прочность ($\sigma_e = 750$ –760 МПа) независимо от условий охлаждения, по сравнению всего с ~630 МПа после ГРК700 °С, что обусловлено комбинированным влиянием формирования мелкозернистой структуры (рисунок 16). ХРК после ГРК600 приводит к небольшому увеличению значения σ_e (с 747 до 800 МПа), что контрастирует с образцами ХРК после ГРК700, где упрочнение намного больше (с 632 до 801 МПа). После ПДО при температуре 525 °С предел прочности при растяжении снижается до 635–685 МПа и зависит от условий охлаждения. После ПДО при температуре 750 °С образцы характеризуются более низкой прочностью (540–570 МПа) из-за более крупнозернистой структуры.

Стоит отметить, что фазовый и дислокационный пределы текучести систематически выше для образцов с ВО по сравнению с ЗВ. Так, у образцов после ГРК600+ЗВ фазовый предел текучести составляет ~460 МПа, в то время как после ГРК600+ВО он составляет ~560 МПа. Как и предел прочности при растяжении, фазовый и дислокационный пределы текучести уменьшаются после ПДО. После различных видов ТМО относительное удлинение до разрушения составляет более 10 %. После ПДО пластичность увеличивается независимо от температуры ГРК и условий охлаждения, а максимальное удлинение до разрушения 15–20 % сплав проявляет после ПДО при 750 °С.

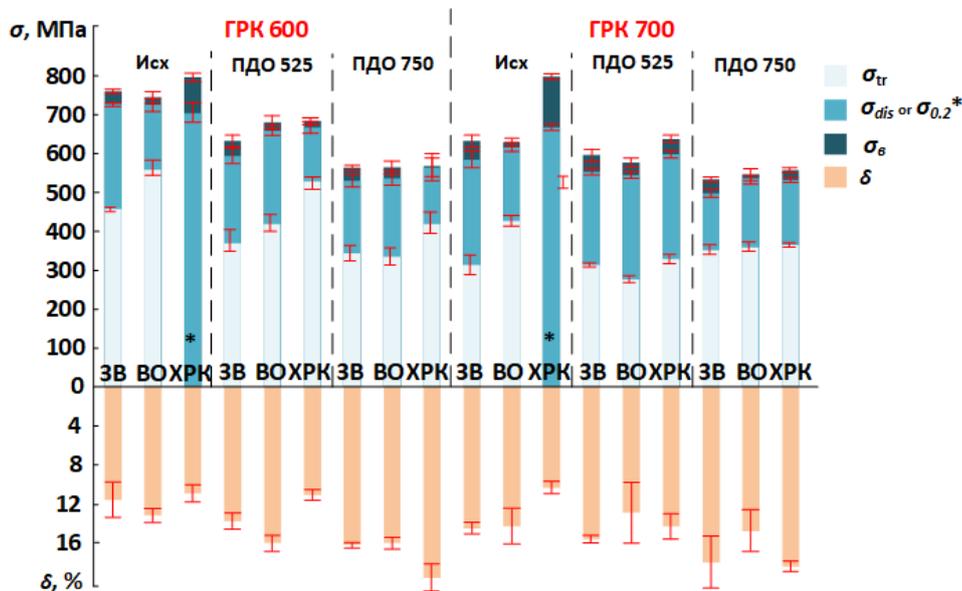


Рисунок 16 – Механические свойства сплава Ti-Zr-Nb после различных видов ТМО

Результаты циклических испытаний по схеме «нагрузка на 1 % разгрузка с увеличением деформации на 1 % в каждом последующем цикле» показали, что сплав после ХРК не проявляет значительной сверхупругости ($\varepsilon_r^{se} < 1\%$), что показано на рисунке 17. В этом состоянии материал при циклических испытаниях деформируется в основном за счет механизмов упругой деформации. После применения всех остальных режимов ТМО сплав проявляет эффект сверхупругости, реализацию которого можно оценить по форме диаграмм деформации-разгрузки. Характеристики ε_r^{el} и ε_r^{se} увеличиваются по мере циклирования достигая максимальных значений в 10–13 циклах, а затем уменьшаются. Максимальная величина обратимой сверхупругой деформации $\varepsilon_r^{se\ max}$ достигается в сплаве после РК700 + ЗВ + ПДО525 и составляет ~3,4 %. Более высокая сверхупругая обратимая деформация сплава после ГРК700 по сравнению ГРК600 может быть связана с формированием благоприятной кристаллографической текстуры в результате РК при более высокой температуре. Без ПДО сверхупругая обратимая деформация после ГРК при 700 °C составляет 3,1–3,2 %. После ПДО при температуре 525 °C сверхупругая обратимая деформация увеличивается на 0,1–0,2 %. Следует отметить, что зависимости сверхупругой обратимой деформации от условий охлаждения не обнаружено. ПДО при температуре 750 °C после ГРК600,700 снижает значения ε_r^{se} до 1,9–2,3 %.

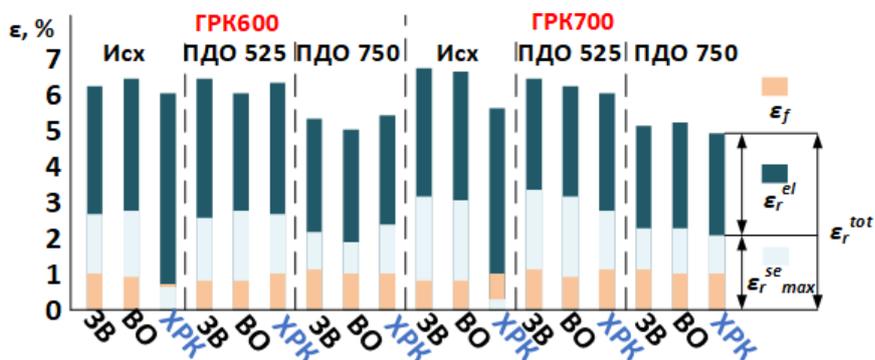


Рисунок 17 – Функциональные свойства сплава Ti-Zr-Nb после различных видов ТМО

Таким образом, показано, что сплав проявляет сверхупругое поведение после всех видов ТМО, за исключением ХРК. Повышение температуры ГРК до 700 °C способствует увеличению обратимых деформаций сплава, а ПДО при 525 °C максимизирует сверхупругое формовостановление сплава. Это улучшение свойств связано с формированием полигонизованной дислокационной субструктуры β -фазы в результате высокотемпературной деформации и с формированием благоприятной кристаллографической текстуры с максимальной интенсивностью в направлении $[011]_\beta$. РК при 700 °C обеспечивает наилучшее сочетание функциональных свойств сплава Ti-Zr-Nb независимо от условий охлаждения.

Глава 6 посвящена исследованию влияния старения на структуру и свойства прутков из сплава на основе Ti–Zr–Nb с различным исходным структурным состоянием.

Для исследования влияния старения на сплав системы Ti–Zr–Nb с различным исходным структурным состоянием, были выбраны три режима ТМО из Главы 5: 1) ХРК + ПДО525 для формирования смешанной статически рекристаллизованной и полигонизованной мелкозернистой структуры; 2) ХРК + ПДО750 для формирования полностью рекристаллизованной крупнозернистой структуры; 3) ГРК700 + ВО для формирования динамически полигонизованной субструктуры.

Твердость сплава после старения была изучена во всем диапазоне температур и времени выдержки (рисунок 18). Основные тенденции изменения твердости в процессе старения можно определить следующим образом: (1) после ХРК + ПДО525 в сплаве проявляется наибольшая скорость повышения уровня твердости; (2) старение при 250 °С приводит к наибольшей разнице в твердости между тремя выбранными структурными состояниями: наивысшим для ХРК + ПДО525, средним для ГРК700 и наименьшим для ХРК + ПДО750; (3) время старения 600–1200 минут существенно не влияет на твердость сплава; (4) изменение твердости в ходе старения при температуре 350 °С не зависит от исходного структурного состояния; (5) максимальные значения твердости достигаются после старения при температуре 300 °С.

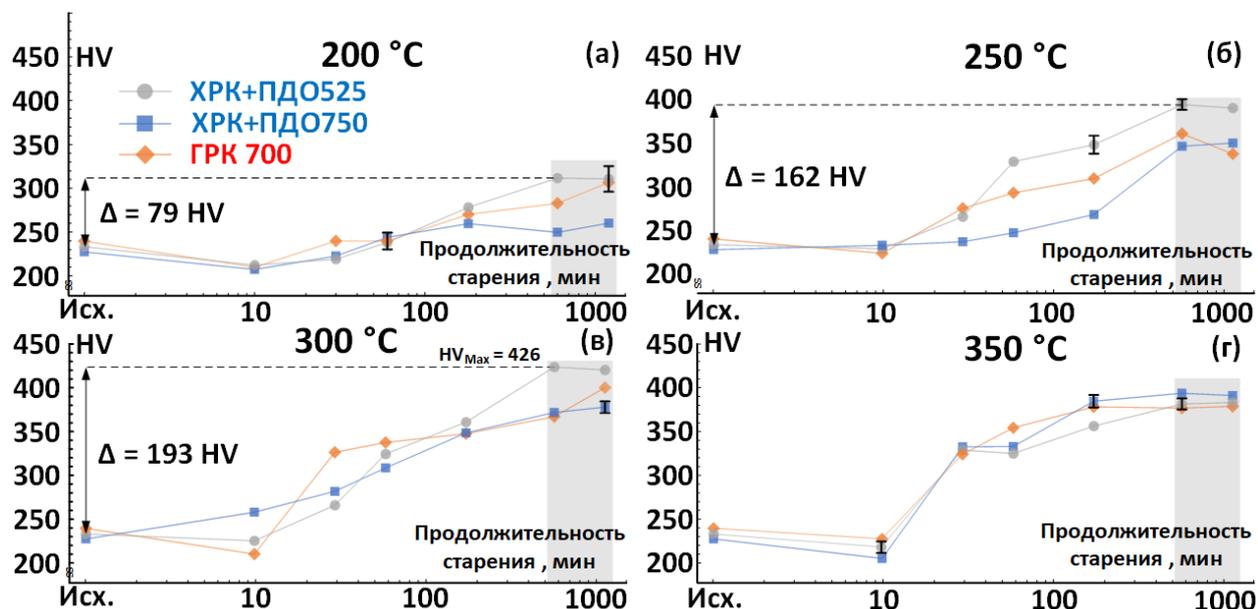


Рисунок 18 – Твердость сплава Ti–18Zr–15Nb после старения в течение 10–1200 минут при: 200 °С (а), 250 °С (б), 300 °С (в), 350 °С (г)

Старение в течение 60 мин приводит к появлению и росту линий рентгеновской дифракции, соответствующих ω_{iso} -фазе (рисунок 19 а-в). Стоит отметить, что угловая координата самой сильной линии $\{011\}_{\omega}$ совпадает с линией $\{110\}_{\beta}$, что затрудняет количественную оценку ω_{iso} -фазы. В рекристаллизованном крупнозернистом состоянии (ХРК + ПДО750) после старения при температурах выше 250 °С происходит рост интенсивности линии $\{112\}_{\omega}$, что говорит об увеличении количества ω_{iso} -фазы. Аналогично, в других структурных состояниях (ХРК + ПДО525 и ГРК700) пик $\{112\}_{\omega}$ также наблюдается после старения при температурах выше 250 °С, однако его интенсивность значительно ниже и не изменяется с повышением температуры старения. Другой вторичной фазой, наблюдаемой на дифрактограммах, является α -фаза. Для образцов в крупнозернистом состоянии (ХРК + ПДО750) α -фаза образуется медленнее. После ХРК + ПДО525 и ГРК700 α -фаза образуется быстрее. Снижение температуры образования α -фазы объясняется увеличением количества дефектов кристаллической решетки (дислокаций, субграниц и границ зерен) как предпочтительных мест зарождения α -фазы. После старения полуширина рентгеновской линии B_{110} после ХРК + ПДО525 и ГРК700 больше, чем для образцов после ХРК+ПДО750 (рисунок 19 г). С увеличением температуры старения выше 200 °С полуширина линии B_{110} непрерывно возрастает. Это может быть связано с искажением кристаллической решетки вследствие выделения когерентных частиц ω_{iso} -фазы.

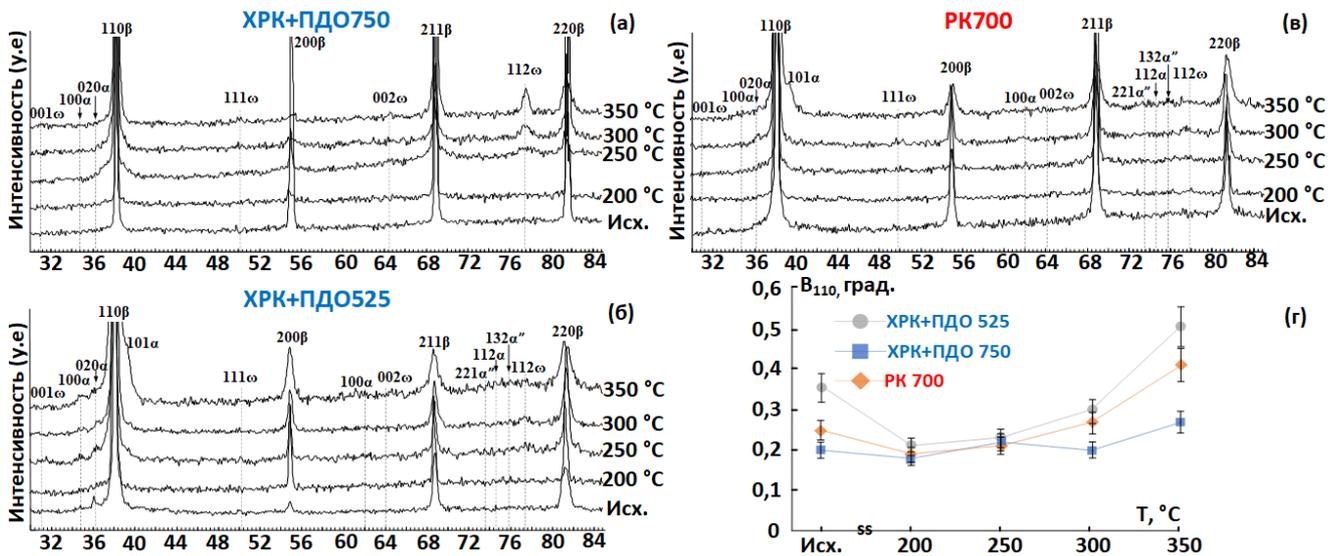


Рисунок 19 – Рентгеновские дифрактограммы сплава Ti-Zr-Nb после старения в течение 60 мин при температурах от 200 °C до 350 °C для образцов: ХРК + ПДО750 (а); ХРК + ПДО525 (б); ГРК700 (в). Изменение полуширины линии β -фазы после старения (г)

Для более детального изучения образования ω_{iso} -фазы методом ПЭМ был выбран режим старения при температуре 250 °C в течение 60 мин, который обеспечивает наибольшее различие в твердости исследуемых состояний сплава (рисунок 20). Сильные рефлексы ω_{iso} -фазы на дифракционной картине указывают на большую объемную долю ω_{iso} -фазы в выбранной области. Мелкие ω_{iso} частицы внутри зёрен β -фазы отчетливо наблюдаются во всех образцах после старения. Основная морфология частиц - эллипсоидальная, с приблизительным соотношением сторон 2:1. Средний размер частиц ω_{iso} был рассчитан по увеличенным темнопольным изображениям, части которых показаны на рисунке 20 б, д, з, и составил 3,5–4 нм в ширину и 7–9 нм в длину, независимо от предыдущей ТМО. После ХРК + ПДО525 и ГРК700 рефлексы β -фазы имеют азимутальное уширение, вызванное повышенным несовершенством кристаллических решеток из-за высокой концентрации дислокаций и/или малоугловых границ (рисунок 20в, е). Стоит отметить увеличение количества ω_{iso} частиц вдоль границ субзерен, которые служили первичными местами образования избыточной ω_{iso} -фазы, для образцов ХРК + ПДО525 после старения (рисунок 20 а). Внутри зерен/субзерен плотность распределения частиц была приблизительно одинакова для всех структурных состояний. Также стоит отметить отсутствие O' -фазы (наноразмерные модулированные домены), которая является сопутствующей ω_{iso} -фазе в β -титановых сплавах и положительно сказывается на пластичности материала, а также его сверхупругих свойствах.

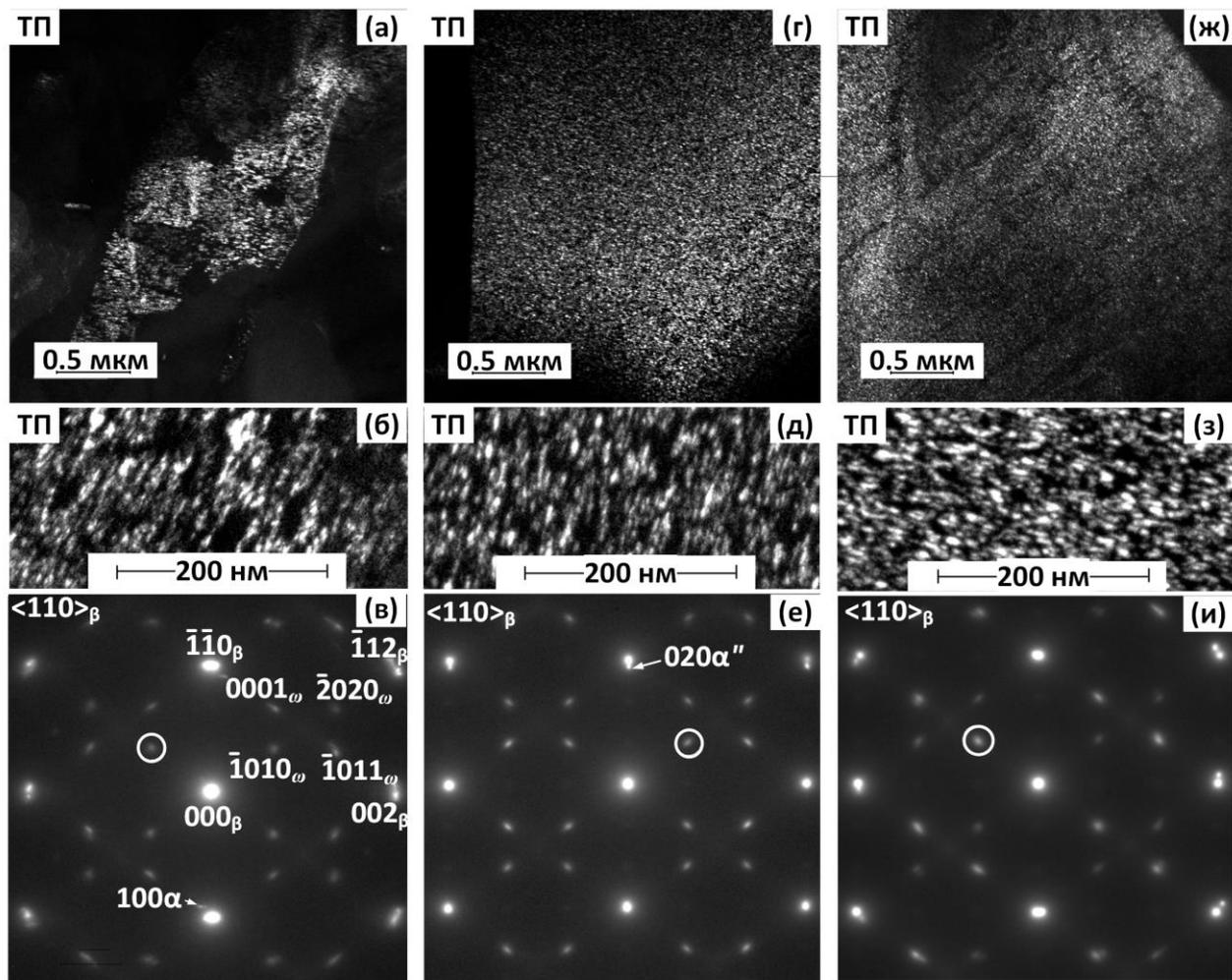


Рисунок 20 – Темнопольные (ТП) изображения сплава Ti-Zr-Nb, а также дифракционные картины после старения при 250 °С в течение 60 мин для образцов: ХРК + ПДО525 (а-в), ХРК + ПДО750 (г-е), ГРК700 (ж-и)

Механические испытания на растяжение до разрушения проводили после старения при температурах от 200 до 350 °С в течение 60 мин, а также после старения при 250 °С в течение 10–600 мин. Повышение температуры старения приводит к повышению прочностных свойств (рисунок 21 а, б). Старение при 300 °С и выше приводит к наибольшей разнице в пределах текучести между тремя исходными структурными состояниями. При этом степень увеличения предела текучести выше для образцов после ХРК + ПДО525 (рисунок 21 а). Увеличение предела прочности при растяжении σ_b также начинается при 200 °С, а наиболее интенсивное увеличение происходит при температурах выше 250 °С (рисунок 21 б). Образцы после ХРК + ПДО525 показали максимальный предел прочности при растяжении σ_b от 995 до 1107 МПа после старения при 250–350 °С (рисунок 20 в). Во всех образцах наблюдается снижение относительного удлинения до разрушения δ с 20 % до 11 % по мере повышения температуры старения до 350 °С (рисунок 20г). Модуль Юнга E увеличивается до 70–80 ГПа для всех образцов после старения при температурах 250–350 °С (рисунок 21 е).

Увеличение времени старения также приводит к повышению прочностных характеристик и снижению пластичности материала (рисунок 21 д-ж). После старения при 250 °С в течение 600 мин образцы ХРК + ПДО525 демонстрируют сочетание максимального предела прочности σ_b , составляющей 1247 ± 35 МПа, и минимального относительного удлинения до разрушения δ , равного $4,9 \pm 2,5$ %, что свидетельствует о явном перестаривании материала. После выдержки при 250 °С в течение 600 мин модуль Юнга E увеличивается до 70 ГПа для образцов после ХРК + ПДО750 и до 80 ГПа для образцов после ГРК700 и ХРК + ПДО525 (рисунок 21 з). Сплав после старения при 250 °С в течение 60 мин в мелкозернистом состоянии демонстрирует удовлетворительное сочетание высокого предела прочности при растяжении $\sigma_b = 995 \pm 15$ МПа и относительного удлинения до разрушения $\delta = 13,9 \pm 1,5$ %.

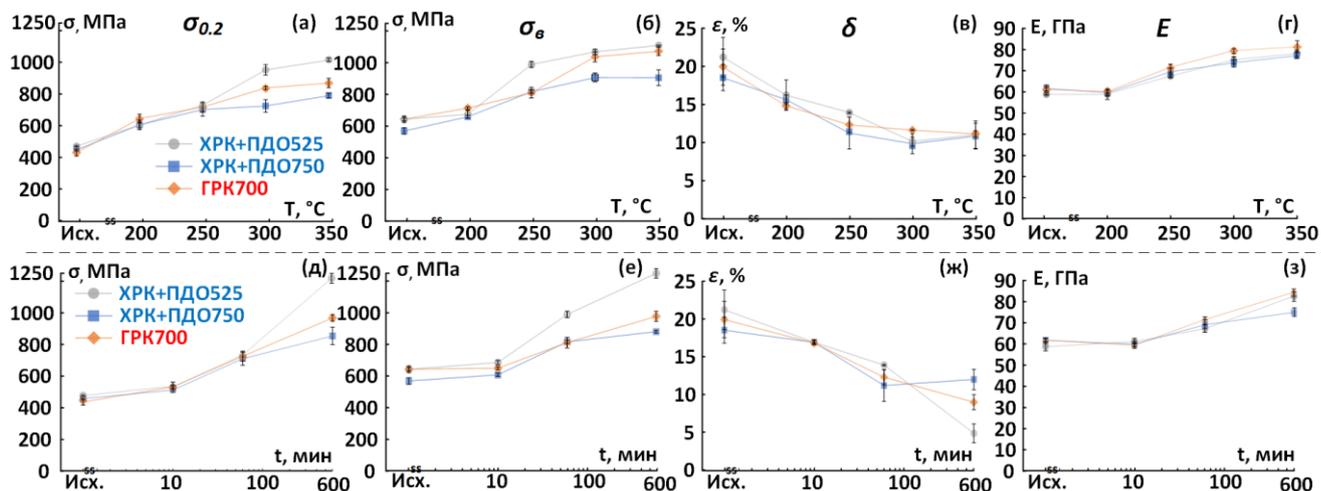


Рисунок 21 – Механические свойства сплава Ti-Zr-Nb после старения в течение 60 мин при температурах от 200 °С до 350 °С: предел текучести $\sigma_{0.2}$ (а), предел прочности при растяжении σ_b (б), относительное удлинение до разрушения δ (в), Модуль Юнга E (г). Механические свойства сплава Ti-Zr-Nb после старения при 250 °С в течение 10–600 мин: предел текучести $\sigma_{0.2}$ (д), предел прочности при растяжении σ_b (е), относительное удлинение до разрушения δ (ж), Модуль Юнга E (з)

В результате циклических испытаний по схеме «нагрузка на 1 % разгрузка с увеличением деформации на 1 % в каждом последующем» было показано значительное снижение обратимой сверхупругой деформации ε_r^{se} после старения при 200 °С в течение 60 мин, до 0,6–1,1 % для всех структурных состояний (рисунок 22 а). Выдержка при 250 °С в течение 10 мин также снижает обратимую сверхупругую деформацию в 10-м цикле, на 8–20 % от исходных значений (рисунок 22б). Это указывает на образование таких частиц ω_{iso} -фазы, которые препятствуют обратимому $\beta \leftrightarrow \alpha''$ мартенситному превращению. Увеличение времени выдержки до 60 мин при 250 °С значительно снижает сверхупругую обратимую деформацию ε_r^{se} до 0,3–0,7 % (рисунок 22 б). Дальнейшее увеличение температуры и времени старения не приводит к изменениям в обратимой сверхупругой деформации ε_r^{se} , значения которой варьируются в пределах 0,4–0,8 %.

Для более детального сравнения особенностей сверхупругого поведения материала до и после старения на рисунке 22 в-л показаны первые 10 циклов испытаний образцов до и после старения при 250 °С в течение 60 мин, а также зависимость общей обратимой деформации ε_r^{tot} , сверхупругой обратимой деформации ε_r^{se} , накопленной остаточной деформации ε_{acc} от максимального напряжения σ_{max} в каждом цикле на рисунке. Старение приводит к увеличению доли упругой обратимой деформации ε_r^{el} в общей обратимой деформации ε_r^{tot} . Накопленная остаточная деформация ε_{acc} для образцов после ХРК + ПДО525, ХРК + ПДО750 и старения сохраняется на том же уровне (рисунок 22 г, ж). Рисунок 22 д, з, л также наглядно демонстрирует, что после старения образцы после ХРК + ПДО525 и ХРК + ПДО750 выдерживают более высокие напряжения до 960 и 875 МПа при аналогичных значениях общей обратимой деформации ε_r^{tot} , составляющих 5,2–5,4 % и 6,25–6,3 % соответственно. Образцы после ГРК700 также выдерживают высокие напряжения до 830 МПа, однако общая обратимая деформация ε_r^{tot} незначительно снижается с 6,6 % до 5,6 % из-за превосходных сверхупругих свойств исходного образца.

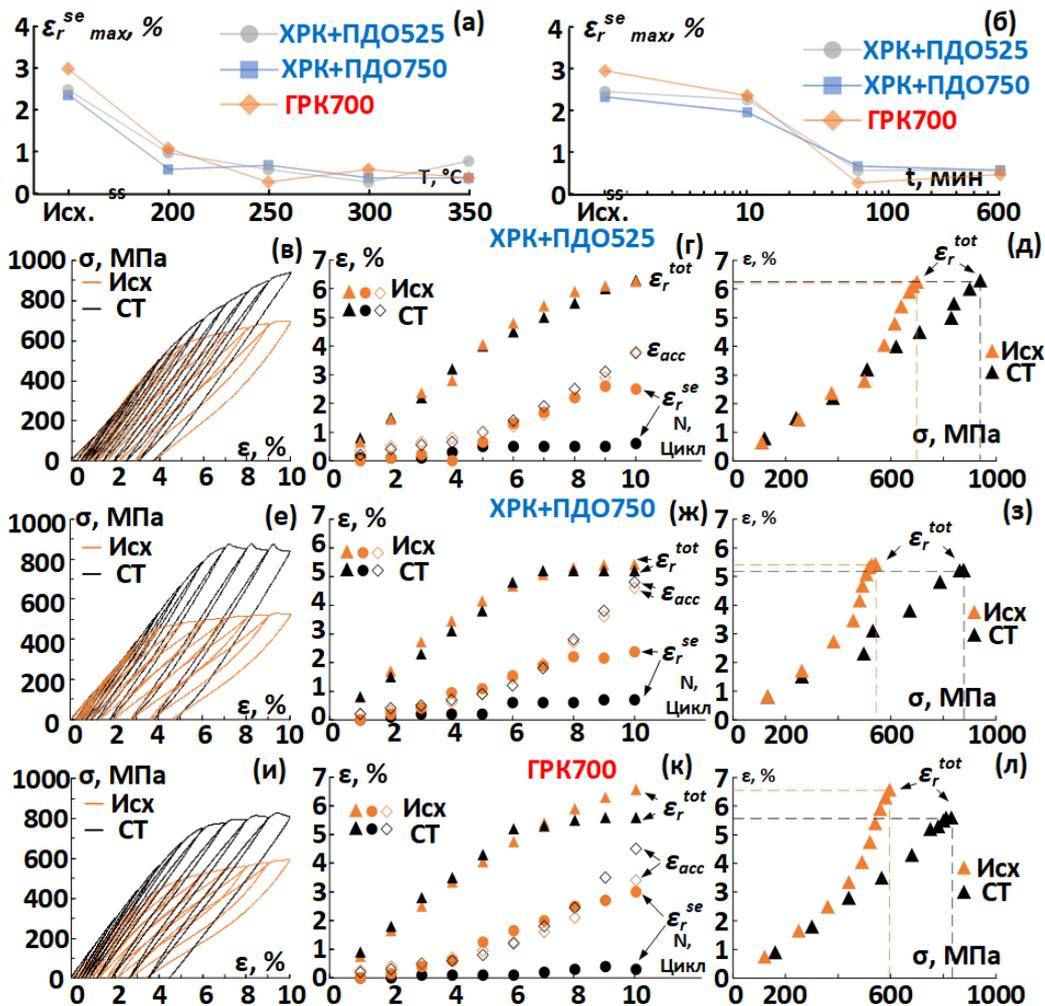


Рисунок 22 – Результаты циклических испытаний: обратимая сверхупругая деформация ε_r^{se} сплава Ti-Zr-Nb в 10-м цикле после старения в течение 60 мин при температурах от 200 °С до 350 °С (а), и старения при 250 °С в течение 10–600 мин (б); результаты циклических испытаний до и после старения при 250 °С в течение 60 мин: диаграммы деформации-разгрузки (в, е, и); общая обратимая деформация ε_r^{tot} , сверхупругая обратимая деформация ε_r^{se} , накопленная остаточная деформация ε_{acc} в зависимости от цикла (г, ж, к); общая обратимая деформация ε_r^{tot} в зависимости от максимального напряжения в каждом цикле σ_{max} (д, з, л)

Таким образом, можно сделать вывод о том, что старение в течение более 10 мин при любой температуре от 200 до 350 °С отрицательно влияет на обратимую сверхупругую деформацию ε_r^{se} , но общая обратимая деформация ε_r^{tot} остается на том же уровне, что и у сплава без старения.

Глава 7 посвящена сравнительному испытанию долговечности ТФП с прутками из сплавов Ti-Zr-Nb и Ti-Al-Nb по стандарту ГОСТ Р 57390—2017.

На основании результатов исследований, изложенных в Главах 4-6 выбран наиболее рациональный режим ТМО для получения прутковых полуфабрикатов, включающий ГРК при 700 °С с закалкой в воду и обеспечивающий высокий комплекс механических и функциональных свойств сплава Ti-Zr-Nb. Разработанный режим был использован при производстве опытной партии длинномерных прутковых полуфабрикатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», которая была использована при изготовлении балок для систем ТФП в ООО «КОНМЕТ» и испытана в соответствии с ГОСТ Р 57390—2017 (ASTM F1717). В качестве материала для сравнения были использованы балки из сплава на основе Ti-Al-Nb, которые применяются в современных в системах ТФП. Схема установка и модель ТФП для проведения испытаний показана на рисунке 23.

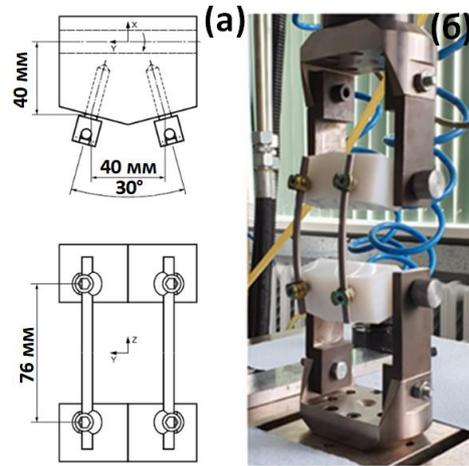


Рисунок 23 – Испытания имплантатов позвоночника в модели вертебрэктомии в соответствии с ГОСТ Р 57390—2017: схема двухсторонней конструкции, содержащей транспедикулярные моноаксиальные винты, винты блокирующие, балки (а); фотография системы в процессе испытаний(б)

На рисунке 24 а представлены результаты статических испытаний систем ТФП с балками из сплавов Ti-Zr-Nb и Ti-Al-Nb. На графике нанесены уровни усилия (25, 50 и 75 %), которые определяют условия нагрузки при проведения циклических (усталостных) испытаний. Видно, что коэффициент жёсткости значительно выше для ТФП с балками из сплава Ti-Al-Nb, в сравнении с ТФП с балками из сплава Ti-Zr-Nb, что выражается в перемещении траверсы в ходе испытаний при одинаковой нагрузке. На рисунке 24 б, в представлены результаты усталостных испытаний в силовом и деформационном выражениях соответственно. Сплав Ti-Al-Nb при статическом нагружении демонстрирует более высокие прочностные характеристики, что отражается на результатах усталостных испытаний. Усталостная прочность сплава Ti-Zr-Nb ниже. Однако, при построении кривой Веллера в деформационном выражении (зависимость количества циклов до разрушения от перемещения траверсы) сплав Ti-Zr-Nb, отличающийся меньшей жесткостью, проявляет более высокие усталостные характеристики. Стоит отметить, что усталостные испытания были проведены с контролем по усилию. По изображениям, полученным из видеофиксации эксперимента, была рассчитана относительная деформация прутков из сплава Ti-Zr-Nb. При испытаниях с максимальной нагрузкой ($\approx 0,55$ кН) в цикле относительная деформация балок из сплава Ti-Zr-Nb в системе ТФП оценивается в 2,5–3,0 %, что сравнимо со значениями, полученными при моделировании механического поведения позвоночника при падении. При этом стандарт ГОСТ Р 57390—2017 (ASTM F1717) моделирует наихудший сценарий, когда вся нагрузка передаётся на имплантат. Для более детального изучения усталостного поведения прутков (в системах ТФП) в более физиологичных условиях необходимо провести сравнительное исследование по стандарту ISO 12189:2008 с использованием передней опоры.

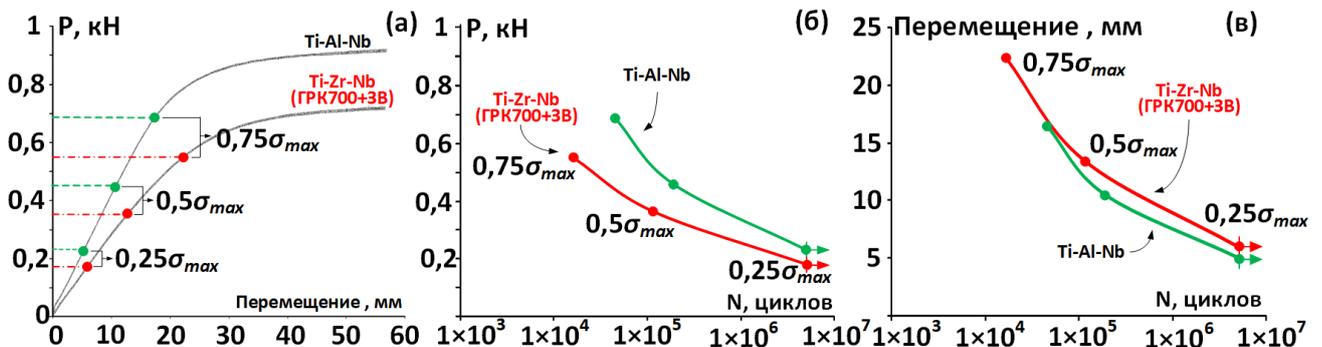


Рисунок 24 – Результат статических испытаний систем ТФП с балками из сплавов Ti-Zr-Nb и Ti-Al-Nb (а); количество циклов до разрушения балок в зависимости от нагрузки (б); количество циклов до разрушения балок в зависимости от перемещения (в)

Выводы

1. В результате исследования термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-19Zr-14Nb в условиях сжатия при температурах 600–1000 °С и скоростях деформации 0,1–10 с⁻¹ установлено, что сплав легко деформируется, не проявляет скоростную чувствительность, а также склонен к локализации деформации. Объемная доля рекристаллизованных зерен β -фазы после высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО) в диапазоне температур от 800 °С до 1000 °С составила не более 14 % независимо от исследуемых зон образца и скоростей деформации, что говорит об устойчивости сплава Ti-19Zr-14Nb против динамической рекристаллизации. Деформация сплава Ti-19Zr-14Nb при температурах 600–800 °С способствует формированию динамически полигонизованной субструктуры β -фазы.

2. В результате низкотемпературной термомеханической обработки (НТМО), сочетающей холодную ротационную ковку (ХРК) и последеформационный отжиг (ПДО) при 550 °С, в периферийных зонах прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb формируется статически рекристаллизованная мелкозернистая структура (размер зерна <5 мкм) с максимальной интенсивностью текстуры в направлении [001] _{β} , параллельном направлению вытяжки, в то время как в центральной части поперечного сечения прутка образуется смешанная статически рекристаллизованная структура (средний размер зерна ~5 мкм) и полигонизованная субструктура (средний размер субзерна ~1 мкм). Повышение температуры ПДО до 750 °С приводит к развитию рекристаллизации и росту зерен.

3. После НТМО, включающей ПДО при 550 °С, прутковые полуфабрикаты из сплава Ti-Zr-Nb демонстрируют наилучшее сочетание механических и функциональных свойств: относительно высокую прочность ($\sigma_b \approx 680$ МПа), низкий инженерный модуль Юнга ($E < 40$ ГПа) и высокую максимальную обратимую сверхупругую деформацию ($\epsilon_r^{se\ max} = 3,4\%$), а также высокую прочность при испытаниях на трехточечный изгиб ($\sigma_{max} = 1600$ МПа).

4. ВТМО прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, включающая горячую ротационную ковку (ГРК) при 600–700 °С, приводит к формированию более однородной по сравнению с НТМО динамически полигонизованной субструктуры β -фазы с размером субзерен ~2 мкм внутри зерен среднего размера 5–10 мкм после ГРК при 600 °С и 15–20 мкм после ГРК при 700 °С. ГРК при температуре 700 °С способствует формированию в сплаве наиболее однородной по поперечному сечению прутка благоприятной кристаллографической текстуры с максимальной интенсивностью, близкой к направлению [011] _{β} , параллельному направлению вытяжки.

5. Прочность сплава после ВТМО уменьшается с повышением температуры ГРК ($\sigma_b \approx 670$ МПа для ГРК600 и ≈ 590 МПа для ГРК700), что связано с уменьшением концентрации дефектов решетки (плотности дислокаций и концентрации субграниц). Снижение прочности после ГРК700 компенсируется более высокой обратимой сверхупругой деформацией ($\epsilon_r^{se\ max} = 3,1\%$) и более низким инженерным модулем Юнга ($E < 40$ ГПа) по сравнению с $\epsilon_r^{se\ max} = 2,7\%$ и $E \approx 45$ ГПа после ГРК600. Сплав, подвергнутый ВТМО, проявляет стабильность функциональных свойств при циклических испытаниях на растяжение и наибольшую функциональную усталостную долговечность в условиях трехточечного изгиба.

6. Охлаждение на воздухе прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb после ГРК600, 700 из-за более низкой скорости охлаждения, которая способствует миграции границ зерен, приводит к формированию структуры с большим размером зерна по сравнению с водным охлаждением на 58 на 21 % соответственно. Анализ фазового состава показал, что охлаждение на воздухе не приводит к выделению вторичных α -, α'' - или ω -фаз, что могло бы существенно повлиять на механические свойства сплава.

7. Выделение изотермической ω_{iso} -фазы в результате старения способствует значительному повышению прочностных свойств прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb и снижению относительного удлинения до разрушения δ . Выделение ω_{iso} -фазы приводит к значительному снижению комплекса функциональных свойств: уменьшению сверхупругой обратимой деформации (до 0,6–1,1 %) и увеличению модуля Юнга (до 70–80 ГПа).

8. Разработанный режим комбинированной термомеханической обработки сверхупругих сплавов Ti-Zr-Nb, включающий ГРК при 700 °С с последующим водным охлаждением,

использован при производстве опытной партии длинномерных прутковых полуфабрикатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», которая была использована при изготовлении балок для систем транспедикулярной фиксации позвоночника в ООО «КОНМЕТ». В ходе усталостных испытаний данных систем в соответствии с ГОСТ Р 57390—2017 (ASTM F1717) сплав Ti-Zr-Nb, отличающийся меньшей жесткостью, проявляет более высокие усталостные характеристики в деформационном выражении в сравнении с стандартным медицинским сплавом Ti-Al-Nb.

Список основных публикаций по теме диссертации в изданиях, входящих в базу Scopus:

1. The effect of combined thermomechanical treatment on the structure, phases and hardness of a superelastic Ti-Zr-Nb bar stock / V. Sheremetyev, A. Kudryashova, M. Derkach, **K. Lukashevich**, V. Andreev, S. Galkin, S. Prokoshkin, V. Brailovski // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – V. 672(1). – P. 12059.

2. Thermomechanical Behavior and Structure Formation of Shape Memory Ti – Zr – Nb Alloy for Medical Applications / V. A. Sheremet'ev, O.B. Akhmadkulov, V.S. Komarov, A.V. Korotitskii, **K.E. Lukashevich**, S.P. Galkin, V.A. Andreev, S.D. Prokoshkin // Metal Science and Heat Treatment. – 2021. – V. 63(7-8). – P. 403-413.

3. Effect of forging temperature on the structure, mechanical and functional properties of superelastic Ti-Zr-Nb bar stock for biomedical applications / **K.E. Lukashevich**, V.A. Sheremetyev, A.A. Kudryashova, M.A. Derkach, V.A. Andreev, S.P. Galkin, S.D. Prokoshkin, V. Brailovski // Letters on Materials. – 2022. – V. 12(1). – P. 54-58.

4. Optimization of a thermomechanical treatment of superelastic Ti-Zr-Nb alloys for the production of bar stock for orthopedic implants / V. Sheremetyev, **K. Lukashevich**, A. Kreitchberg, A. Kudryashova, M. Tsaturyants, S. Galkin, V. Andreev, S. Prokoshkin, V. Brailovski // Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – V. 928. – P. 167143.

5. Effect of Cooling and Annealing Conditions on the Microstructure, Mechanical and Superelastic Behavior of a Rotary Forged Ti–18Zr–15Nb (at. %) Bar Stock for Spinal Implants / **K. Lukashevich**, V. Sheremetyev, A. Komissarov, V. Cheverikin, V. Andreev, S. Prokoshkin, V. Brailovski // Journal of Functional Biomaterials. – 2022. – V.13(4). – P. 259.

Патенты по теме диссертации:

1. Пат. РФ 2753210 С1, МПК С22F 1/18. Способ изготовления прутков из сверхупругих сплавов на основе системы Ti-Zr-Nb / В.А. Шереметьев, **К.Е. Лукашевич**, А.А. Кудряшова, С.П. Галкин, С.Д. Прокошкин, В.А. Андреев, В.И. Браиловский. – № 2021104040; заявл. 17.02.21; опубл. 12.08.21, Бюл. № 23. – 8 с.