

На правах рукописи



Севостьянов Михаил Анатольевич

**ФОРМИРОВАНИЕ ОДНОМЕРНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ**

05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2013

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

Научный руководитель: Колмаков Алексей Георгиевич
доктор технических наук

Официальные оппоненты: Калита Василий Иванович,
доктор технических наук, заведующий
лабораторией ФГБУН «ИМЕТ РАН»

Кущев Сергей Борисович,
профессор, доктор физико-математических
наук, профессор ФГБОУ ВПО «Воронежский
государственный университет»

Ведущая организация: ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина

Защита состоится 18 декабря 2013 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 002.060.02, созданного на базе ФГБУН Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по адресу: 117334, г. Москва, Ленинский пр., 49.

Автореферат диссертации и объявление о защите размещены на официальном сайте ИМЕТ РАН по адресу: <http://www.imet.ac.ru/ncd-4-15/news.html> и на сайте ВАК Минобрнауки России по адресу: _____

Отзывы на автореферат диссертации (в двух экземплярах, заверенных печатью) просьба отправлять по адресу: 117334, г. Москва, Ленинский пр., 49, Диссертационный совет Д 002.060.02. Копии отзывов в электронном виде направлять по e-mail: shelest99@mail.ru.

Автореферат разослан « ___ » _____ 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор технических наук, профессор



ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы.

В последнее время в промышленно развитых странах проводятся интенсивные разработки по созданию новых функциональных материалов. Существует настоятельная потребность в получении целого ряда одномерных композиционных материалов функционального назначения с принципиально новым уровнем свойств. Среди них можно, в частности, выделить две группы:

- Одномерные композиционные материалы на базе аморфных и наноструктурных сплавов должны сочетать в себе высокие механические характеристики с особыми функциональными свойствами (электромагнитными, акустическими, резонансными и др.). Такие материалы нацелены на решение очень важных задач по созданию «интеллектуальных» стресс-композитов, сенсоров и др. изделий, без которых невозможно дальнейшее развитие целого ряда техники специального и двойного назначения.

- Одномерные композиционные материалы на основе сплавов с памятью формы используются для медицинских изделий, применяемых в эндоваскулярных операциях (в частности стентов и КАВА-фильтров). Такие материалы должны обеспечить изделиям, имплантируемым в организм человека, биосовместимость, коррозионную стойкость, повышенные механические характеристики, увеличенный срок службы по сравнению с TiNi.

Новые возможности по созданию и эффективному управлению свойствами материала открылись, после изменения поверхности и приповерхностных слоев. Изменение свойств материала происходит за счет воздействия на динамику процессов самоорганизации структуры в приповерхностных слоях, в частности, путем изменения темпов ее развития, однородности, упорядоченности и степени локализации. При этом достигаемый в результате создания модифицированного поверхностного слоя уровень свойств композиционного материала определяется не простым суммированием свойств компонентов, а синергетическим эффектом влияния измененного поверхностного слоя на процессы деформации и разрушения. Использование этого эффекта позволяет создать принципиально новые одномерные композиционные материалы конструкционного и функционального назначения с высоким уровнем потребительских свойств. За последние 10 лет такая возможность была продемонстрирована и обоснована в работах ряда научных школ, в том числе с участием таких ученых, как Ю.К. Ковнеристый, В.М. Иевлев, В.Т. Заболотный, А.Г. Колмаков, В.В. Молоканов, Б.А. Гончаренко, В.Е. Панин, А.В. Панин, В.И. Калита, С.Б. Куцев, П.А. Витязь, М.Л. Хейфец, и др.

Настоящая диссертационная работа выполнена в рамках плановой тематики института по теме 5.2, программ Президиума РАН (П-5, П18, П21) и программ ОХНМ РАН (ОХНМ 02 и 03), а также грантов РФФИ 04-03-32431-а и 06-08-00704-а.

Выражаю благодарность за помощь в проведении работы моему научному консультанту д.ф.-м.н. В.Т. Заболотному

Целью работы является изучение формирования перспективных одномерных композиционных материалов функционального назначения на металлической основе с использованием модификации поверхности.

В соответствии с целью работы были поставлены следующие задачи:

1. Провести исследования структуры и физико-механических свойств композиционного материала функционального назначения «высокопрочная мартенситно-старящая сталь K17H9M14 с поверхностным слоем из магнитомягкого сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ».
2. Изучить особенности получения и физико-механических свойств одномерного композиционного материала медицинского назначения для изделий типа стент на основе сплава с памятью формы «нитинол» и поверхностного слоя из Ta обладающего биосовместимостью с организмом человека.
3. Определить оптимальные технологические режимы получения указанных композиционных материалов с повышенными механическими свойствами.

Научная новизна.

На примере двух композиционных материалов (композиционный материал с особым сочетанием электромагнитных и механических свойств на основе стали K17H9M14 с поверхностным слоем из магнитомягкого сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и композиционный материал биомедицинского назначения на основе сплава с памятью формы TiNi (нитинол) и поверхностного слоя из тантала), с использованием методов модификации поверхности показана возможность эффективного формирования металлических одномерных композиционных материалов функционального назначения с высокими эксплуатационными характеристиками.

1. Разработан одномерный композиционный материал на основе высокопрочной мартенситно-старяющей стали K17H9M14 с наноморфным поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (толщиной 2-5 мкм и переходным слоем толщиной 2,5-4 мкм), который, по сравнению с аморфной проволокой из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и сталью K17H9M14, при тех же функциональных свойствах отличается существенно лучшим комплексом механических характеристик ($\sigma_{0,2} \sim 1850$ МПа, $\sigma_b \sim 1900$ МПа, $\psi \sim 70\%$).

2. Впервые обнаружен эффект проявления пластичности аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ при его деформировании в составе композиционного материала, когда он в виде поверхностного слоя испытывает значительную пластическую деформацию, в то же время в виде проволоки или ленты он разрушается без образования шейки. Проведение отжига усиливает обнаруженный эффект.

3. Создан новый одномерный композиционный материал биомедицинского назначения на основе сплава (нитинол) с поверхностным слоем из Ta толщиной 3-5 мкм. Он обладает высокой адгезионной связью между его компонентами, стойкостью поверхностного слоя к деформации, биосовместимостью и одновременно повышенными на 4-11 % показателями прочности и пластичности. Фазовый переход (аустенит-мартенсит деформации) при статическом растяжении (площадка текучести) композиционного ма-

териала протекает также как и у сплава с памятью формы, но значения фазового предела текучести были выше.

4. Выявлено, что увеличение амплитуды усталостного нагружения сплава типа нитинол приводит к увеличению остаточной деформации, росту значения критического напряжения мартенситного превращения и уменьшению размеров петли гистерезиса.

5. Показано, что направленное изменение топографической структуры поверхности материала путем механической и ионно-лучевой обработки оказывает существенное влияние на статические и усталостные свойства только до значения критической величины относительной глубины максимальных поверхностных микродефектов (отношения максимальной глубины поверхностных микродефектов (R) к диаметру микропроводов (d)) $R/d = 0,007$. Дальнейшее уменьшение величины дефектов уже не вызывает заметного улучшения механических свойств.

Практическая ценность.

Установлены оптимальные технологические параметры получения нового композиционного материала «сталь K17H9M14 с наноморфным поверхностным слоем из сплава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ », обеспечивающие лучший комплекс механических свойств, получение большей толщины и лучшего качества поверхностного слоя. В частности проволока-основа должна проходить со скоростью 0,12 м/с через расплав сплава при температуре 1260°C с последующей закалкой композиционного материала в воде, а оптимальная температура отжига составляет 430°C.

Разработана комплексная технология получения композиционного материала и медицинских изделий из него в виде стентов. Технология включает механическую обработку поверхности, стабилизирующую термическую обработку и ионно-вакуумную технологию формирования поверхностного слоя из тантала. Диаметр проволок для стентов, используемых при восстановлении пищеводного тракта, составляет 300-280 мкм, а при использовании в хирургии сердечных сосудов (коронарных), а также в лечении заболеваний периферических артерий, вен, мочеточников и др. - 150 мкм.

Выявлены оптимальные технологические режимы на ключевых стадиях получения композиционного материала нитинол – поверхностный слой из тантала. Показано, что наиболее высокие эксплуатационные характеристики достигаются при режимах, предусматривающих проведение: механической обработки, стабилизирующего отжига при температуре 450 °C, предварительного облучения ионами аргона перед формированием танталового поверхностного слоя при напряжении смещения $U_{см}=0В$ в течении $t=20$ мин ($U_{разряда}=3КВ$, $I_{разряда}=0,2А$.) и нанесения поверхностного слоя из Та ($U_{нап}=550В$, $I_{разр}=5А$) при напряжении смещения от 0 до 700 В.

Одномерный композиционный материал биомедицинского назначения использован для создания уникальных медицинских устройств в виде стентов, фильтров и шунтов органов кровообращения, которые в настоящее время проходят стандартные методы опробования в качестве ответственных изделий при эндоваскулярных операциях в Российском онкологическом научном центре им. Н.Н. Блохина РАМН. Ряд технологических разработок внедрен на предприятии ООО «Минимально инвазивные технологии».

Достоверность научных положений, результатов и выводов подтверждается хорошей повторяемостью экспериментальных результатов, применением современных методов исследования описания структуры и свойств материалов, систематическим характером проведенных исследований в рамках академических научных школ, а также согласованностью полученных результатов с литературными данными.

Апробация работы. Основные результаты работы доложены и обсуждены на следующих научных семинарах и конференциях: III междисциплинарном симпозиуме "Фракталы и прикладная синергетика" ФиПС-2003, г.Москва, 14-17 ноября 2003; II Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» г. Москва, 20-22 апреля 2004 г; Всероссийской школе-конференции «Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении (Индустрия наносистем и материалы)» г. Воронеж, 3-5 октября 2004 г; Научно - техническая конференция «Структура и свойства сплавов со специальными физическими свойствами» 14 октября 2005 г., Москва; IV международном симпозиуме «Фракталы и прикладная синергетика» ФиПС-2005, г.Москва, 14-17 ноября 2005; I, II, III, IV, V и VI, VII, VIII, IX Российских ежегодных конференциях молодых научных сотрудников и аспирантов, г. Москва, 2004, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012; Всероссийской научной конференции молодых учёных и специалистов «Материалы ядерной техники: от фундаментальных исследований к инновационным решениям» (МАЯТ-ОФИЭ-2006); V-й международной научной конференции «Хаос и структуры в нелинейных системах. Теория и эксперимент.» - Астана, 15-17 июня 2006 г; IV Научно-практической конференции материаловедческих обществ России «Новые градиентные и слоистые композиты», Ершово, Москва, 21 – 24 ноября 2006 г; VI международной научно-технической конференции: в 3-х т. Т. I. / под общ. ред. П.А. Витязя, С.А. Астапчика. – Новополюцк: УО «ПГУ», 2007; II второй международной конференции «Деформация и разрушение материалов» DFMN-2007, г. Москва, 08-11 октября 2007; VI Всероссийской школе-конференции «Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении (Индустрия наносистем и материалы)» г. Воронеж, 14-20 октября 2007; IX Российско-Китайском симпозиуме «Новые материалы и технологии», г.Астрахань, 19-22 сентября 2007; VII Международной науч.-техн. конференции «Материалы, технологии и оборудование в производстве, эксплуатации, ремонте и модернизации машин» / Новополюцк: ПГУ, 2009; XVI Российского симпозиума по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел/ МО, Черногородка: Богородский печатник, 2009; III международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов DFMN-2009», Москва, 12-15 октября 2009; V Евразийской научно-практической конференции, Прочность неоднородных структур – ПРОСТ2010, г.Москва, 20-22.04 2010 г; XIX Петербургские чтения по проблемам прочности; г. Санкт-Петербург, 13-15.04 2010 г; 50 Международный научный симпозиум «Актуальные проблемы прочности»; г. Витебск, 27.09-01.10.2010 г.; IX Всероссийская конференция "Физикохимия ультрадисперсных (нано-) систем"; г. Ижевск, 22.11-26.11.2010.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 62 печатные работы, в том числе 13 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ и 2 статьи в иностранных журналах. Основные результаты, полученные в диссертации, включены в научные отчеты по проектам программ Президиума РАН (П-5, П18, П21) и программ ОХНМ РАН (ОХНМ 02 и 03), а также грантов РФФИ 04-03-32431-а и 06-08-00704-а.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, общих выводов, списка литературы и приложения. Работа изложена на 166 страницах, содержит 65 рисунков, 12 таблиц. Список литературы включает 195 источников.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и решаемые в работе задачи, показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов, описана структура диссертации.

В первой главе дан обзор литературных данных по влиянию состояния поверхности на физико-механические свойства металлических материалов и возможности эффективно управлять свойствами материала в целом за счет изменения свойств поверхности и приповерхностных слоев. Достижимый при этом уровень свойств композиционного материала определяется не простым суммированием свойств компонентов, а синергетическим эффектом влияния измененного поверхностного слоя на процессы самоорганизации структуры. Использование этого эффекта позволяет создавать принципиально новые одномерные композиционные материалы конструкционного и функционального назначения с высоким уровнем потребительских свойств. Обоснован выбор двух типов разрабатываемых одномерных композиционных материалов функционального назначения с принципиально новым уровнем свойств. В частности, разработка композита на основе стали K17H9M14 с поверхностным слоем из магнитомягкого сплава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ с сочетанием таких компонентов, как аморфный магнитомягкий сплав и магнитотвердая мартенситно-старееющая сталь с высокими физико-механическими характеристиками, обусловлена перспективностью достижения у подобного композита уникального комплекса механических, физических, магнитных (в т.ч. эффекта магнитострикции) и химических характеристик. Создание композита биомедицинского назначения на основе сплава с памятью формы «нитинол» и поверхностного слоя из тантала позволит предотвратить выход канцерогенных ионов никеля в организм человека, улучшить коррозионную стойкость и биосовместимость за счет наличия поверхностного слоя из Ta. Также показано, что для изучения процессов самоорганизации структуры материалов в поверхностных слоях целесообразно привлекать положения системного подхода, в том числе методологию мультифрактального анализа структур.

Во второй главе описаны материалы и методы исследований.

В качестве объекта исследования выбраны два материала функционального назначения: композиционный материал «высокопрочная мартенситно-старееющая сталь

K17H9M14 с поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ » и одномерный композиционный материал биомедицинского назначения на основе сплава с памятью формы «нитинол» и поверхностного слоя из Ta обладающего биосовместимостью с организмом человека. Первый композиционный материал получали методом Улитовского-Тейлора пропусканием стальной проволоки-основы через расплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с охлаждением струей воды. Для получения второго композиционного материала «нитинол – поверхностный слой из Ta» была разработана комплексная технология: термическая обработка, механическая и ионно-лучевая обработка поверхности и формирование поверхностного слоя из тантала магнетронным напылением. Диаметр проволок для стентов, используемых при восстановлении пищеводного тракта, составляет 300-280 мкм. Исследования проводились в основном на сплаве с $50,8 \pm 0,1$ ат. % Ni (фазовый состав: B2 фаза – 94% , B 19' - 6 %), но для полноты картины иногда параллельно использовался также сплав с $50 \pm 0,1$ ат.% Ni.

Механические свойства исследовали при статическом растяжении со скоростью 2 мм/мин и в условиях чистого изгиба с вращением. Для исследования микроструктур использовали световую DM 1 LM фирмы «Leica» и растровую электронную микроскопию LEO-430i при съемке во вторичных электронах. Фрактографические исследования проводили на сканирующих электронных микроскопах Camscan и LEO-430i. Рентгеноструктурный анализ производили на дифрактометре Дрон-3М. Для определения температурных интервалов структурных превращений проводили исследования на микрокалориметре Setaram DSC111.

Для количественного описания структуры поверхности разрушения использовали оригинальную методику мультифрактальной параметризации структур, разработанную в ИМЕТ РАН. Изучали распределение единичных элементов структуры (границы «чашек» вязкого разрушения) на поверхности разрушения. Эти границы по существу являются поверхностями разрушения, возникшими при поперечном вязком разрушении. Наиболее информативными мультифрактальными характеристиками являются обобщенные энтропии (размерности) Реньи D_q , которые позволяют оценить термодинамические условия формирования изучаемых структур, а также эффективные количественные характеристики их однородности f_q и упорядоченности Δ_q . При сравнении большие значения D_q соответствуют более неравновесным условиям формирования структур, большие значения f_q – отвечают более равномерному распределению единичных элементов рассматриваемой структуры в евклидовом пространстве, охватывающем эту структуру, а увеличение Δ_q для исследуемой серии структур показывает, что в структуре становится больше периодической составляющей.

Третья глава посвящена разработке композиционного материала функционального назначения «высокопрочная мартенситно-стареющая сталь K17H9M14 с поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ » и изучению структуры и свойств композиционно материала.

В первом разделе главы описаны результаты исследований по выбору оптимального режима получения композиционного материала. Установлена оптимальная темпе-

ратура расплава ($T_{\text{распл}}$), обеспечивающая получение качественного поверхностного слоя композита ($T_{\text{распл}}=1260\text{ }^{\circ}\text{C}$). Исследовано влияние скорости протяжки проволоки-основы через расплав ($V_{\text{прот}}$) на микроструктуру (рис.1) и механические свойства композиционного материала (табл 1).

При $V_{\text{прот}}=0,12\text{ м/с}$ наблюдается аморфная структура поверхностного слоя (рис.,1г) и характерная гладкая стекловидная поверхность образцов (рис., 1б). Количество дефектов поверхностного слоя минимально. Композиционный материал, полученный при $T_{\text{распл}}=1260\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $V_{\text{прот}}=0,12$ обладал лучшим комплексом механических свойств, большей толщиной и лучшим качеством поверхностного слоя.

Таблица 1			
Механические характеристики композиционного материала «сталь К17Н9М14 с поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ » при статическом растяжении			
Технологические параметры $T_{\text{распл}}=1260\text{ }^{\circ}\text{C}$	Механические характеристики		
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_6 , МПа	Ψ , %
$V_{\text{прот}} = 0,03\text{ м/с}$	1134 ± 2	1361 ± 4	63 ± 1
$V_{\text{прот}} = 0,09\text{ м/с}$	1153 ± 2	1382 ± 5	64 ± 1
$V_{\text{прот}} = 0,12\text{ м/с}$	1175 ± 9	1403 ± 4	76 ± 1
$V_{\text{прот}} = 0,18\text{ м/с}$	1184 ± 4	1413 ± 4	61 ± 2
$V_{\text{прот}} = 0,24\text{ м/с}$	1154 ± 3	1384 ± 5	61 ± 1

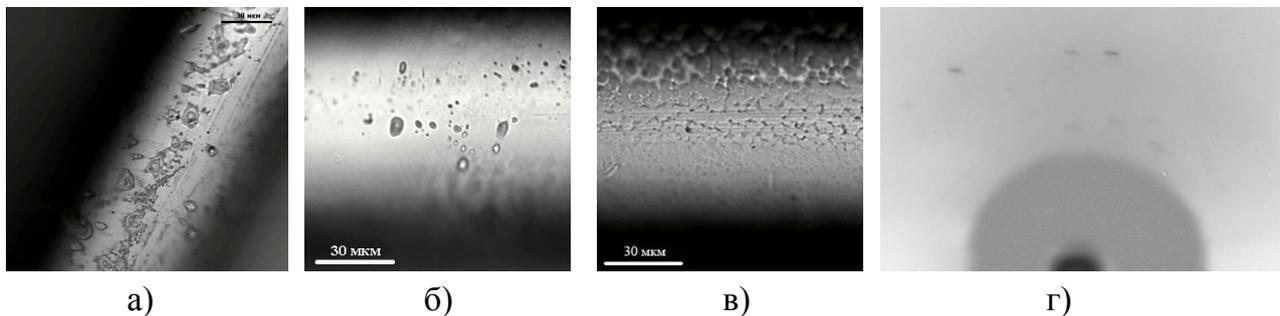


Рис.1. Микроструктура поверхности композита из стали К17Н9М14 с поверхностным аморфным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, полученного при $T_{\text{распл}}=1260\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $V_{\text{прот}}$: а) 0,09 м/с, б) 0,12 м/с), в) 0,18 м/с; г) электронограмма на отражение от проволочного образца композита с $V_{\text{прот}}=0,12\text{ м/с}$ - наблюдается размытое гало от аморфного поверхностного слоя и отдельные вытянутые рефлексы от тонкой чешуйки сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, которая кристаллизовалась из-за воздействия электронного луча и отщепилась вдоль проволоки.

В следующем разделе третьей главы представлены исследования особенности деформации и разрушения композиционного материала из высокопрочной мартенситно-старяющей стали К17Н9М14 с аморфным и кристаллическим поверхностным слоем толщиной 3...5 мкм. В качестве контрольных образцов исследовали аморфную проволоку-эталон диаметром 160 мкм из того же Co-сплава, полученную методом INROWASP (закалка расплава в струе воды) и проволоку из мартенситно-старяющей стали К17Н9М14

без поверхностного слоя после термической обработки, соответствующей температурным условиям получения композита (закалка при 900 °С в воде). Проволока и композиционные материалы на ее основе обладают по сравнению с аморфным материалом, хоть и меньшим, но все же достаточно высоким уровнем прочностных характеристик, и значительной пластичностью (табл. 2). Композиционный материал с аморфным поверхностным слоем отличается наибольшим значениями показателей пластичности: относительное сужение ψ выше в $\sim 1,1$ раза по сравнению со стальной проволокой и $\sim 1,24$ раза по сравнению с композитом с кристаллическим поверхностным слоем, а относительное удлинение δ в обоих случаях выше в $\sim 1,44$ раза. Композит с кристаллическим поверхностным слоем отличался худшим комплексом механических характеристик, чем композит с аморфным поверхностным слоем и сталью К17Н9М14.

Установлены хорошие адгезионные свойства между двумя компонентами композита: пластическое деформирование и разрушение образцов не приводили к отслаиванию поверхностного слоя от основы (рис. 2). Обнаружен эффект проявления пластичности у аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ при его деформировании в составе композита, когда он в виде поверхностного слоя испытывает значительную пластическую деформацию, в то же время в виде проволоки или ленты он разрушается без образования шейки. Появление такого эффекта может быть связано с изменениями механизма деформации аморфного сплава при его взаимодействии с материалом основы, малыми размерами сечения (3...5 мкм) и сложной структурой композита (слой аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ - переходный слой между сплавом и материалом основы, возникший при нанесении расплава на поверхность стальной проволоки – сталь К17Н9М14). Разрушение поверхностного слоя присутствует только в зоне шейки рядом с местом разрушения основы (рис. 2а). При этом растрескивание имеет вид сетки мелких не слившихся трещин и наблюдается волновой рельеф поверхности. Для композита с кристаллическим поверхностным слоем на всей поверхности деформированного образца присутствуют сплошные крупные кольцевые трещины (рис. 2б). Исследуемые образцы разрушались с образованием шейки. Исключением явилась аморфная проволока, у которой при испытаниях на статическое растяжение наблюдается отсутствие пластической деформации (она разлеталась на мелкие фрагменты).

Материал	Механические характеристики		
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_{∞} , МПа	Ψ , %
аморфная проволока из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	2536±12	2608±10	~0
проволока из стали К17Н9М14 после закалки	1352±4	1428±7	70±1
композит с аморфным поверхностным слоем	1175±9	1403±4	76±1
композит с кристаллическим поверхностным слоем	1184±4	1413±9	61±2

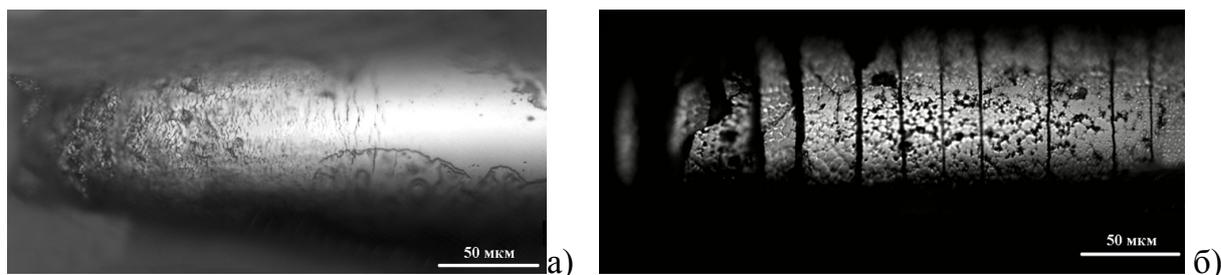


Рис 2. Вид поверхности композиционных материалов вблизи места разрушения: а) композит с аморфным слоем, б) композит с кристаллическим слоем.

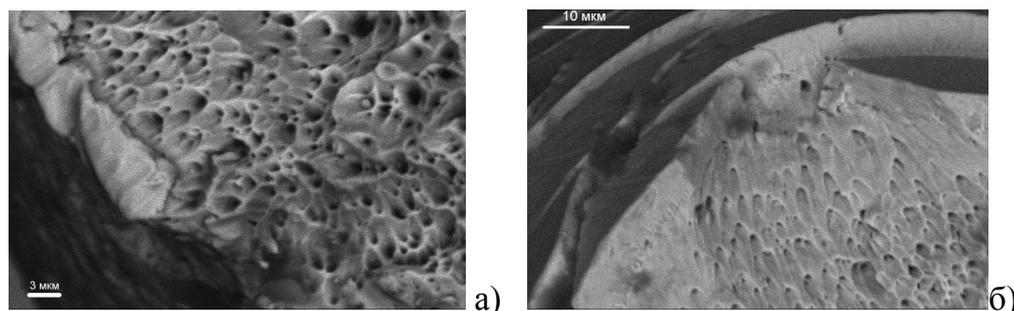


Рис. 3. Характерный вид поверхности разрушения исследуемых образцов: а) композит с аморфным поверхностным слоем, б) композит с кристаллическим поверхностным слоем.

Поверхность разрушения образцов из стали K17H9M14 и композита ориентирована практически перпендикулярно оси растяжения и представляет собой совокупность разновеликих самоподобных пор («чашек») вязкого излома (рис. 3). В глубине наиболее крупных «чашек» при большом увеличении можно заметить осколки частиц выделений. Такой тип поверхности разрушения является типичным для мартенситно-старяющихся сталей.

Обнаружено, что изменение состояния приповерхностных слоев материала не оказывает влияние на мультифрактальные характеристики внутренних слоев материала. Изменяются только характеристики приповерхностных слоев материала. Наличие поверхностного слоя приближает структуру поверхности разрушения приповерхностных образцов и условия ее формирования к таковым для внутренних объемов образцов. Для композитов наличие аморфного слоя на поверхности приводит к сдвигу процесса начала разрушения в область больших деформаций и наличию нескольких мест инициации разрушающей трещины, а кристаллический поверхностный слой, напротив, способствует охрупчиванию основы, и развитию процесса разрушения из одного зародыша. Поэтому у первых скорость зарождения и развития микротрещин выше, а, следовательно, и формирование поверхности разрушения приповерхностных слоев протекает в более неравновесных термодинамических условиях. В целом, у одномерного композита по сравнению с проволокой из стали K17H9M14 происходит изменение в протекании процессов деформации и разрушения, что находит отражение в изменении структуры поверхности разрушения приповерхностных слоев. Это связано с тем, что на поверхности стали появ-

ляется слой, обладающий сравнимыми показателями прочности и большей пластичностью. На этапе появления и развития зародышевых микротрещин у поверхности образцов появление менее прочного и более пластичного приповерхностного слоя вызывает повышение равномерности процессов инициации разрушения и их сдвиг в область больших деформаций. Обнаружены четкие линейные корреляции между рядом мультифрактальных характеристик и показателями прочности и пластичности (коэффициенты корреляции $>0,99 \dots 0,98$). Показатели D_{100} и f_{100} взаимосвязаны с относительным сужением, а показатель упорядоченности структуры поверхности разрушения Δ_{100} – с показателями прочности. Это вполне логично, так как термодинамические условия образования поверхности разрушения в значительной степени определяются степенью деформации материала в области шейки (т.е. характеристики ψ). Взаимосвязь f_{100} и ψ объясняется тем, что для более пластичных материалов развитие разрушающей трещины происходит из нескольких зародышей и приводит к большей равномерности процессов разрушения. Показатель Δ_{100} , отражающий степень упорядоченности структуры «чашек» на изломе, возрастает при очень незначительном снижении предела прочности, так как структура разрушения приповерхностных слоев по мере снижения прочности (сталь \rightarrow композит с кристаллическим слоем \rightarrow композит с аморфным слоем) приближается к структуре разрушения внутренних объемов материалов.

Обнаружено, что между слоем аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и материалом основы имеется переходный слой толщиной примерно 600-700 нм, возникший на этапе нанесения покрытия на поверхность стальной основы (рис. 4, б).

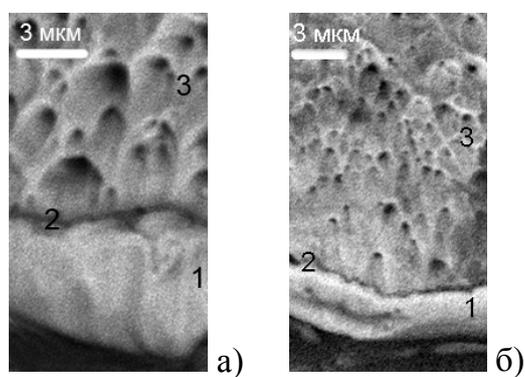


Рис. 4. Вид излома поверхностного слоя композита: а) с аморфным поверхностным слоем, б) с кристаллическим поверхностным слоем. Цифрами показано: 1- поверхностный слой, 2- переходный слой между основой и поверхностным слоем, который образовался при взаимодействии расплава с поверхностью проволоки в процессе получения композита, 3- проволока-основа.

В заключительном разделе третьей главы представлены результаты исследований по улучшению механических свойств композиционного материала путем проведения отжига образцов при температуре от 300 до 500 °С в течение 1 часа на воздухе. Такой выбор интервала температур отжига был обусловлен тем, что в интервале температур 450-500 °С для этого сплава может наблюдаться переход от аморфной к кристаллической структуре. С другой стороны, для получения оптимального комплекса механических свойств данного типа мартенситно-старееющей стали, являющейся внутренним компонентом композита, рекомендуется отжиг в интервале 425-480 °С.

Поверхностный слой композита после отжига имеет гладкую стекловидную поверхность с зарождением нанокристаллов, в дальнейшем наноаморфный слой (рис 5).

Повышение температуры отжига интенсифицирует диффузионные процессы на поверхности материала и увеличивает толщину такого слоя до 2,5-4 мкм (рис.6).

Оптимальной температурой отжига для разработанного одномерного композиционного материала является температура 430⁰С (рис.7). При таком отжиге достигается сочетание высоких показателей прочности ($\sigma_{0,2} \sim 1850$ МПа, $\sigma_B \sim 1900$ МПа) с хорошей пластичностью ($\psi \sim 70\%$). Отжиг при данной температуре практически уравнивает прочностные показатели композита и стали (разница составляет $\approx 4\%$), зато увеличивает преимущество первого в пластичности. Термостабильность композита сохраняется до 400⁰С, в то время как не отожженный аморфный сплав начинает претерпевать изменения структуры после нагрева выше 300 ⁰С, что совпадает с данными предшествующих исследований. Температурный диапазон рекристаллизации для изучаемого аморфного сплава составил 450-570 ⁰С. Отжиг не ухудшает хорошие адгезионные свойства между двумя компонентами композита. Поверхностный слой показал себя достаточно пластичным, сохранял свою целостность при нагружении и не отслаивался (рис. 8). Отжиг при 430⁰С практически не оказывал влияние на характер поверхности разрушения, которая представляет собой совокупность разновеликих самоподобных пор («чашек») вязкого излома (рис. 9а). Увеличение температуры до 500 ⁰С приводит к интенсивному протеканию процессов старения с укрупнением частиц выделений в 2,5-3 раза (рис. 9б).

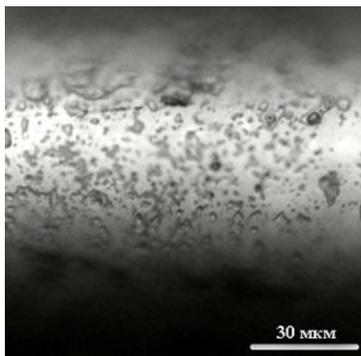
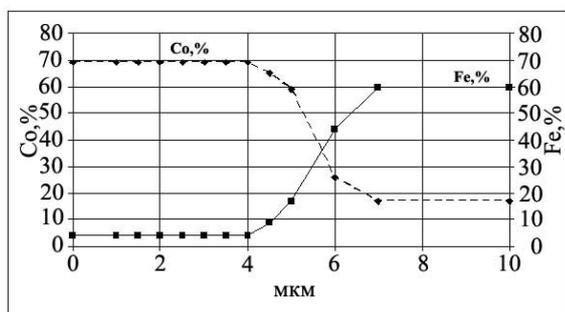
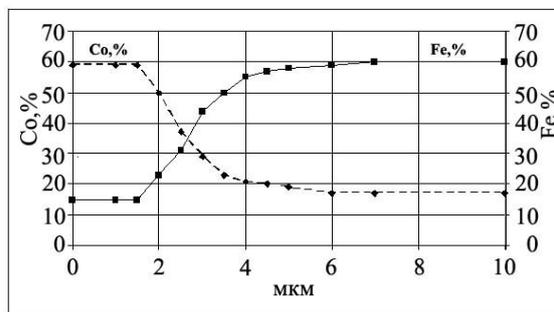


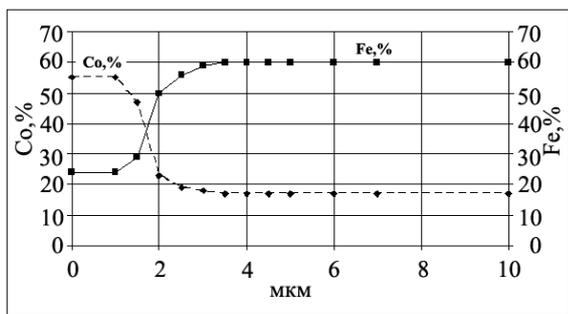
Рис.5. Микроструктура композита после отжига при температуре 430⁰С .



а)

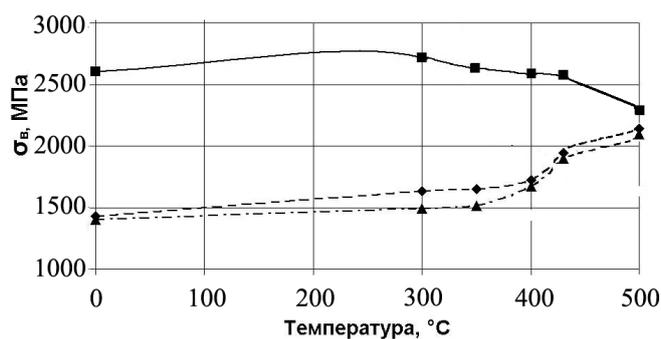


б)

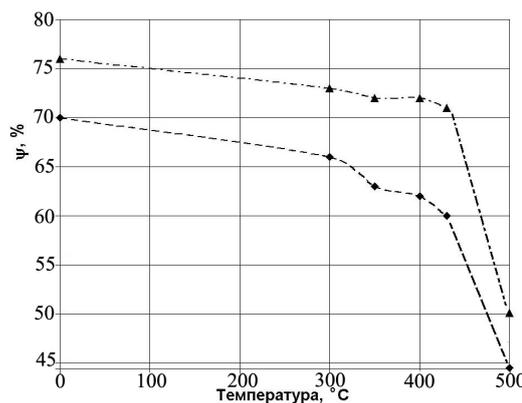


в)

Рис. 6. Зависимость распределения железа и кобальта в зоне границы поверхностного слоя аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и основы из стали Н9К17М14 (по данным РСМА): а) без отжига, б) после отжига 430°C , в) после отжига 500°C .



а)



б)

Рис. 7. Зависимость предела прочности σ_B (а) и относительного сужения ψ (б) от температуры отжига: ■ - сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, ◆ - сталь Н9К17М14, ▲ - композит.

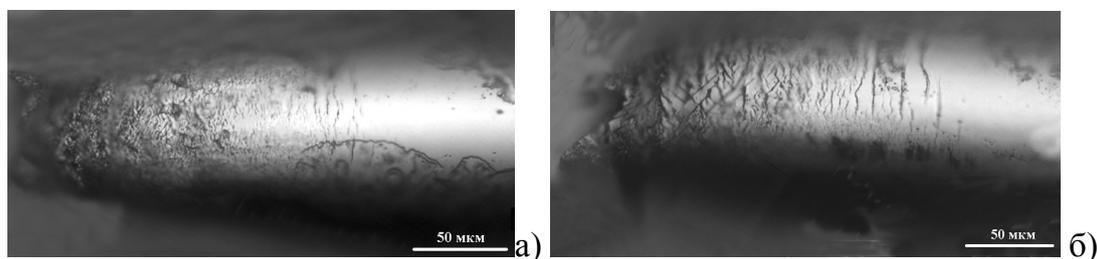


Рис. 8. Вид боковой поверхности композиционных материалов в зоне шейки непосредственно рядом с местом разрушения: а) без отжига, б) после отжига при 430°C .

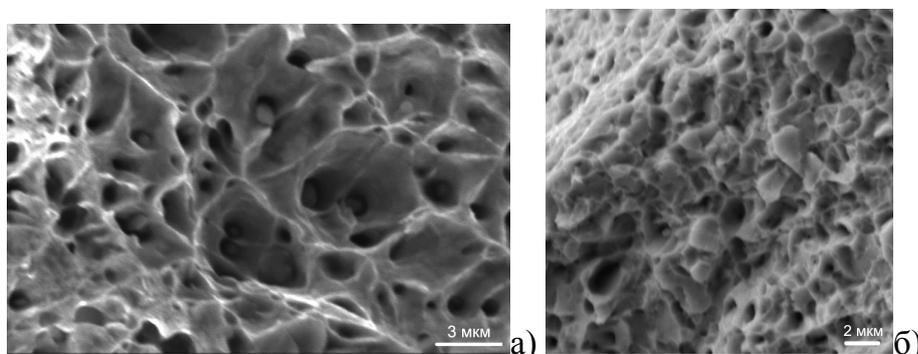


Рис. 9. Характерный вид поверхности разрушения исследуемых образцов композита после отжига: а) при 430°C , 1 час, б) при 500°C , 1 час.

Четвертая глава посвящена разработке технологии получения композиционного материала биомедицинского назначения на основе нитинола (TiNi) и поверхностного слоя из Ta толщиной 3-5 мкм и исследованию его свойств. Технология включает механическую обработку поверхности, стабилизирующую термическую обработку и ионно-вакуумную технологию формирования поверхностного слоя из тантала.

Для получения наиболее благоприятного комплекса физико-химических и механических свойств композита проведены исследования по оптимизации технологических режимов на ключевых стадиях его получения. Установлено, что наиболее высокие показатели механических характеристик в условиях как статического, так и усталостного нагружения, достигаются после температуры отжига 450 °С в течение 15 мин (табл. 3, рис. 10). При температуре отжига свыше 450 °С могут выделяться богатые никелем интерметаллиды (Ti_3Ni_4 и Ti_2Ni_3), что приводит к обеднению В2 фазы по никелю и повышению температуры перехода из мартенситного в аустенитное состояние и снижению механических свойств.

Таблица 3. Механические свойства сплава в зависимости от температуры отжига

Образец	δ , %	δ_{nb} , %	Ψ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа
в исходном состоянии	8,9	4	42	472	1524
ТО 400 °С, 15 мин	9	4,1	42	472	1547
ТО 450 °С, 15 мин	10,5	5	45	564	1635
ТО 500 °С, 15 мин	9,3	4,3	42	495	1542

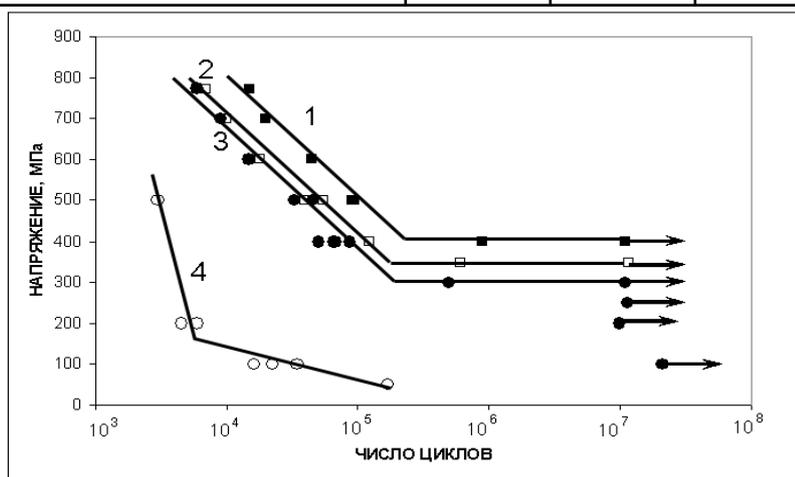


Рис. 10. Влияние температуры стабилизирующего отжига на усталостные свойства сплава TiNi
1-ТО 450 °С, 15 минут, 2 - ТО 500 °С, 15 минут, 3 - ТО 400 °С, 15 минут, 4 – исходная.

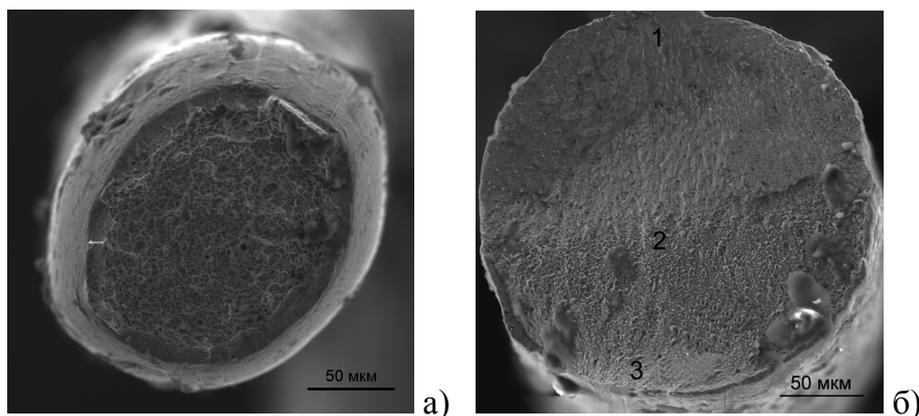


Рис. 11. Поверхность разрушения сплава TiNi после отжига при 450 °С, 15 мин:

а) статическое растяжение;

б) усталостное нагружение: 1- зона зарождения микротрещины; 2 – переходная зона; 3 – зона статического долома.

При статическом растяжении поверхность разрушения представляет собой совокупность разновеликих самоподобных пор («чашек») вязкого излома (рис. 11,а). Зарождение усталостной трещины начинается с поверхности образца в зоне наиболее крупного приповерхностного микродефекта, зародышевых микротрещин иногда возникает несколько, однако, только одна из них затем переходит в макротрещину (рис. 11,б). На характер разрушения термическая обработка практически не оказывала влияния, как при статическом, так и при усталостном разрушении (рис. 11).

Направленное изменение топографической структуры поверхности материала оказывает существенное влияние на статические и усталостные свойства. За счет изменения размеров, формы и взаиморасположения имеющихся на поверхности материала микродефектов можно повышать: предел текучести - до 5 %, предел прочности – до 5%, характеристик пластичности – до 50%, предела усталости – до 40%. Механическая обработка поверхности наиболее целесообразна до достижения относительной максимальной глубины поверхностных микродефектов (отношения максимальной глубины поверхностных микродефектов (R) к диаметру (d) микропроволок) R/d , после которой дальнейшее уменьшение величины дефектов уже не вызывает заметного улучшения механических свойств около 0,007 (рис. 12, 13), но ведет к существенному росту финансовых и временных затрат. Величина может быть принята в качестве оценочного значения глубины зоны эффективного протекания приповерхностных процессов в материалах нитинола.

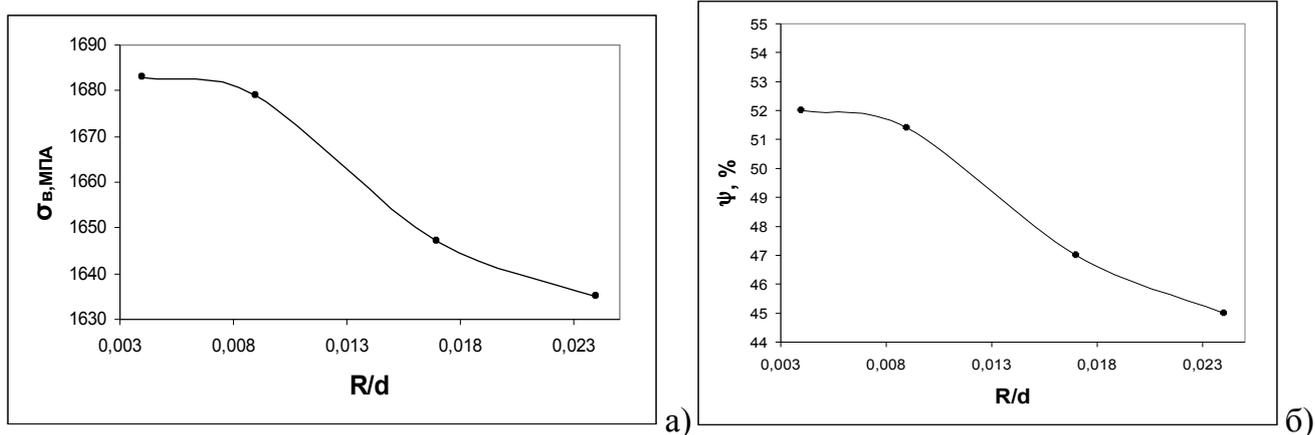


Рис. 12. Зависимость предела прочности σ_v (а) и относительного сужения ψ (б) сплава TiNi при статическом растяжении от относительной максимальной глубины поверхностных микродефектов R/d.

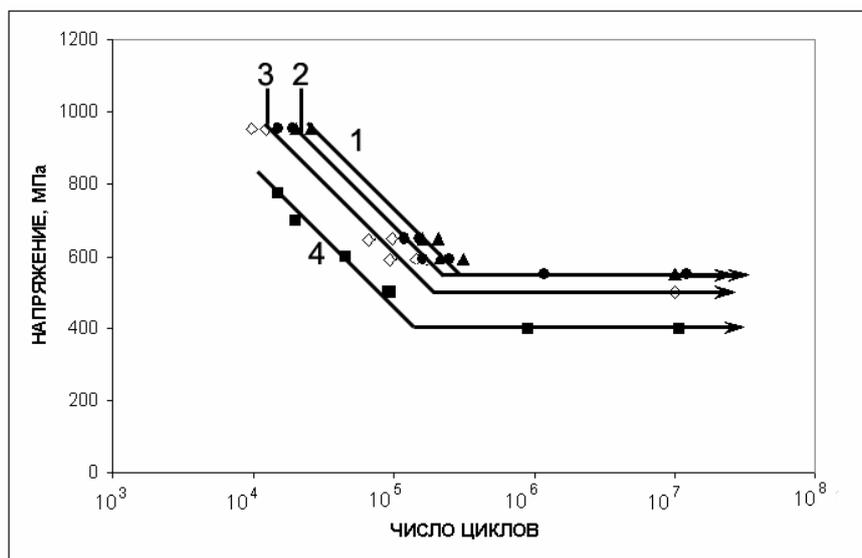


Рис. 13. Кривые усталости сплава NiTi с различной относительной максимальной глубиной поверхностных микродефектов:
1- R/d=0,004, 2 - R/d=0,009,
3 - R/d=0,017, 4 – R/d=0,024.

Проведены исследования по оценке влияния усталостного нагружения на механические свойства сплава 50 ат.% Ni – 50 ат.% Ti. Микроструктура сплава показана на рис. 14. Выявлено, что увеличение амплитуды усталостного нагружения сплава нитинола приводит к увеличению остаточной деформации, росту значения критического напряжения мартенситного превращения и уменьшению размеров петли гистерезиса. Критическое напряжение, при котором начинается мартенситное превращение, уменьшается с ростом числа циклов нагружения, гистерезис становится меньше, а остаточная деформация увеличивается. После 5 циклов площадка фазового предела текучести ($\sigma_{фт}$) пропадает, т.е. полностью протекает фазовое превращение «аустенит \rightarrow мартенсит деформации». Причиной остаточного удлинения, вероятно, является появление деформации скольжения во время предыдущих циклов нагружения.

Таблица 4. Механические свойства нитинола и композита «нитинол - поверхностный слой из Ta» при испытаниях на статическое растяжение.

Материал	$\sigma_{0,2}$ МПа	$\sigma_{фm}$ МПа	$\sigma_{в}$ МПа	$\delta_{пл}$, %	ψ , %
Сплав «нитинол» после механической обработки	316±5	322±6	1426±5	5,0±0,2	45±1
Сплав «нитинол» после ионной обработки с $U_{см} = 700$ В	318±5	324±6	1429±3	5,0±0,2	45±1
Композит с Та $U_{см} = 0$ В	348±3	354±3	1460±7	5,1±0,2	48±1
Композит с Та $U_{см} = 700$ В	338±4	340±5	1435±7	5,2±0,2	50±0
Относительное увеличение свойств	7-10%	6-10%	1-2%	-	4-11%

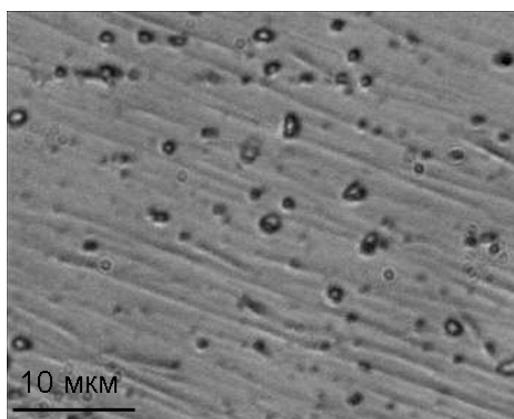


Рис. 14. Микроструктура сплава (основа - В2 фаза, глобулярные включения - Ti_2Ni фаза)

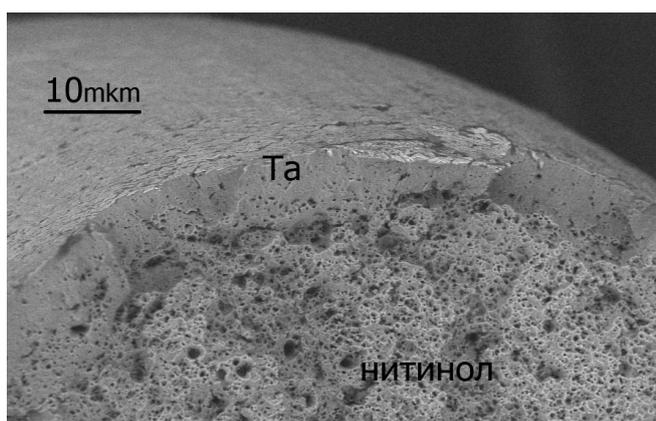


Рис. 15. Поверхность излома после активации: ионная обработка ($U_{см}=700$ В, $t=20$ мин).

Проведение перед формированием танталового поверхностного слоя предварительного облучения ионами аргона позволяло добиваться хорошей адгезионной связи между компонентами композита и повышения механических характеристик основы. Оптимальный комплекс механических характеристик получен при следующих технологических параметрах: напряжение смещения $U_{см}=700$ В и время облучения $t=20$ мин ($U_{разряда}=550$ В, $I_{разряда}=5$ А.) (табл. 4).

Результаты испытаний образцов на статическое растяжение представлены в табл. 4. Для композита удалось добиться одновременного роста показателей прочности и пластичности по сравнению с обычным никелидом титана на 4-11 %. Поверхностный слой не оказывал заметного воздействия на фазовый переход, но повышал значения фазового предела текучести. Присутствие переходного слоя, обусловленное использованием метода ионно-атомного осаждения, обеспечивает хорошие адгезионные свойства между компонентами композита. Поверхностный слой показал себя достаточно пластичным, сохранял целостность при нагружении вплоть до разрушения и не отслаивался. Небольшое радиальное растрескивание наблюдается только в непосредственной близости от поверхности излома (рис. 15).

Из разработанного композита были получены медицинские изделия типа стент (рис. 16) и в настоящее время проходят стандартные методы опробования в качестве ответственных изделий при эндоваскулярных операциях на базе Российского онкологического научного центра им. Н.Н. Блохина РАМН (рис.17). Ряд технологических разработок внедрен на предприятии ООО «Минимально инвазивные технологии».

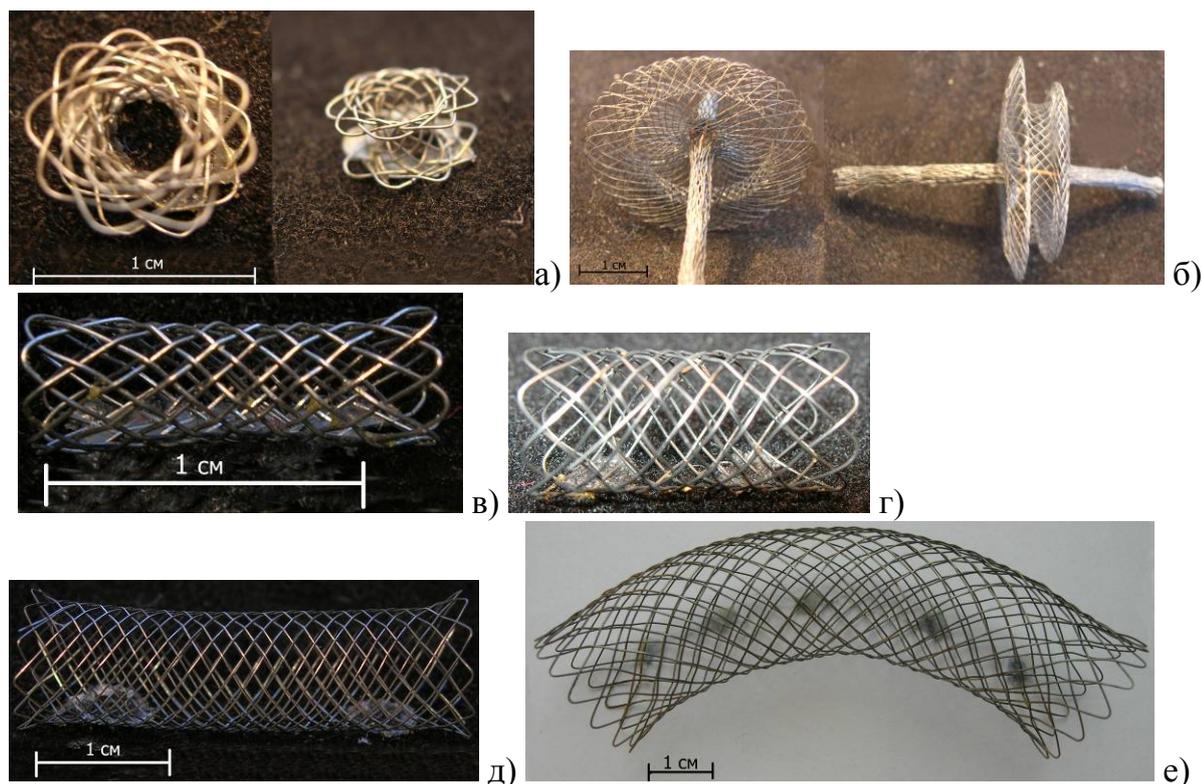
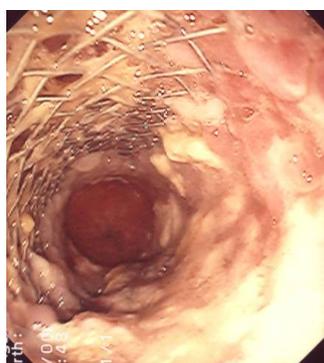


Рис. 16. Характерный вид конечных изделий (стентов): а) при шунтировании,



НО-

а) б) в)

а)

б)

в)

Рис. 17. Примеры восстановления проходимости за счет имплантации стента: а) при раке пищевода, б) при раке толстой кишки, в) восстановление мочеточника единственной почки (Российский онкологический научный центр им. Н.Н. Блохина РАМН).

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. На примере двух композиционных материалов (композит с особым сочетанием электромагнитных и механических свойств на основе стали K17H9M14 с поверхностным слоем из магнитомягкого сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и композит биомедицинского назначения на основе сплава с памятью формы «нитинол» и поверхностного слоя из тантала) показана возможность эффективного формирования металлических одномерных композиционных материалов функционального назначения с высокими эксплуатационными характеристиками с использованием методов модификации поверхности.

2. Разработан композиционный материал на основе высокопрочной мартенситно-стабилизирующей стали K17H9M14 с наноморфным поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ толщиной 2-5 мкм и переходным слоем толщиной 2,5-4 мкм, который обладает высоким уровнем прочностных показателей ($\sigma_{0,2} \sim 1850$ МПа, $\sigma_b \sim 1900$ МПа) по сравнению с аморфной проволокой из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и сталью K17H9M14 отличается существенно лучшей пластичностью ($\psi \sim 70\%$), термостабильностью (стойк при температурах эксплуатации) до 430 °С и имеет хорошие адгезионные свойства между двумя компонентами.

3. Установлены оптимальные технологические параметры получения нового композиционного материала «сталь K17H9M14 с наноморфным поверхностным слоем из сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ » обеспечивающие лучший комплекс механических свойств, получение большей толщины и лучшего качества поверхностного слоя. В частности проволока-основа должна проходить со скоростью 0,12 м/с через расплав сплава при температуре 1260°С с последующей закалкой композита в слое воды, а оптимальная температура контролируемого отжига составляет 430°С.

4. Впервые обнаружен эффект проявления пластичности аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ при его деформировании в составе композита, когда он в виде поверхностного слоя испытывает значительную пластическую деформацию, в то же время в виде проволоки или ленты он разрушается без образования шейки. Проведение отжига усиливает обнаруженный эффект.

5. Создан новый одномерный композиционный материал биомедицинского назначения на основе сплава с памятью формы TiNi с поверхностным слоем из Ta толщиной 3-5 мкм. Созданный композит обладает высокой адгезионной связью между его компонентами, стойкостью поверхностного слоя к деформации, одновременно повышенными на 4-11 % показателями прочности и пластичности. Фазовый переход композита протекает также как и у сплава с памятью формы, но значения фазового предела текучести были выше.
6. Разработана комплексная технология получения созданного композита и медицинских изделий из него в виде стентов. Технология включает термическую обработку, механическую обработку поверхности и ионно-вакуумную технологию формирования поверхностного слоя из тантала. Диаметр проволок для стентов, используемых при восстановлении пищеводного тракта, составляет 300-280 мкм.
7. Проведены исследования по оптимизации технологических режимов на ключевых стадиях получения созданного композита нитинол - тантал. Показано, что наиболее высокие эксплуатационные характеристики достигаются при режимах, предусматривающих проведение: стабилизирующего структуру нитинола отжига при температуре 450 °С, механической обработки поверхности до достижения относительной максимальной глубины поверхностных микродефектов (отношения максимальной глубины поверхностных микродефектов к диаметру микропроволок) $R/d \approx 0,007$, предварительного облучения ионами аргона перед формированием танталового поверхностного слоя при напряжении смещения $U_{см}=0В$ в течении $t=20$ мин ($U_{разряда}=3КВ$, $I_{разряда}=0,2А$.) и нанесения поверхностного слоя из Ta ($U_{нап}=550В$, $I_{разр}=5А$) при напряжении смещении от 0 до 700 В.
8. На основе разработанного нового одномерного композиционного материала биомедицинского назначения были выпущены уникальные медицинские устройства в виде стентов, которые в настоящее время проходят стандартные методы опробования в качестве ответственных изделий для эндоваскулярных операций в Российском онкологическом научном центре им. Н.Н. Блохина РАМН. Ряд технологических разработок внедрен на предприятии ООО «Минимально инвазивные технологии». С применением медицинских изделий из разработанного нитинола в Российском онкологическом научном центре им. Н.Н. Блохина РАМН только в 2012 году проведено уже 12 операций. Все операции были успешными.

Основное содержание диссертации отражено в следующих статьях:

1. Колмаков, А.Г. Влияние низкоэнергетического потока ионов аргона на топографическую структуру поверхности и механические свойства мартенситно-старееющей стали [Текст] / А.Г.Колмаков, В.В.Геров, Н.Н.Краснобаев, М.А.Севостьянов, В.Ф.Терентьев // Вестник ВГТУ. Сер. «Материаловедение». 2003. Вып. 1.14. С. 8-19.
2. Молоканов, В.В. Оптимизация технологии получения композиционного материала: высокопрочная проволока – аморфный поверхностный слой из магнитомягкого Со-сплава [Текст] / В.В.Молоканов, П.П.Умнов, Н.В.Куракова, М.А. Севостьянов,

А.Г.Колмаков, А.Н.Шалыгин, Ю.К.Ковнеристый // Перспективные материалы. 2006. №4. С.93-99.

3. Умнов, П.П. Влияние технологических факторов на качество поверхности проволоки-композита с аморфным металлическим покрытием [Текст] / П.П.Умнов, Н.В.Куракова, В.В.Молоканов, М.А.Севостьянов, А.Г.Колмаков, Ю.К.Ковнеристый // Деформация и разрушение материалов. 2006. №12. С.38-42.

4. Ковнеристый, Ю.К. Высокопрочные магнитные композиционные наноаморфные материалы [Текст] / Ю.К.Ковнеристый, Н.В.Куракова, П.П.Умнов, М.А.Севостьянов, А.Г.Колмаков, В.В.Молоканов // Деформация и разрушение материалов. 2007. №1. С.2-5.

5. Колмаков, А.Г. Мультифрактальный анализ для исследования композиционного материала «высокопрочная мартенситно-стареющая проволока-основа с аморфным магнитомягким $C_{60}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ сплавом» после разрушения [Текст] / А.Г.Колмаков, М.А.Севостьянов, П.П.Умнов, Н.В.Куракова, В.В.Молоканов // Перспективные материалы. 2007. Спец.выпуск. Сентябрь. С.368-370.

6. Севостьянов, М.А. Механические свойства композиционного материала «высокопрочная мартенситно-стареющая проволока-основа с аморфным магнитомягким $C_{60}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ сплавом» после отжига [Текст] / М.А.Севостьянов, А.Г.Колмаков, П.П.Умнов, Н.В.Куракова, В.В.Молоканов // Перспективные материалы. 2007. Спец.выпуск. Сентябрь. С.524-526.

7. Севостьянов, М.А. Деформация и разрушение высокопрочного композиционного микропровода с аморфным поверхностным слоем в условиях статического нагружения [Текст] / М.А.Севостьянов // Перспективные материалы. Специальный выпуск. Ноябрь. 2007. С. 21-26.

8. Севостьянов, М.А. Влияние отжига на свойства наноаморфного одномерного композиционного материала [Текст] / М.А.Севостьянов // Перспективные материалы, 2008. Спец.выпуск (5). Ноябрь. С.342-346.

9. Kolmakov, A.G. The Influence of Low-energy Flow of Argon Ions on Topography and Mechanical Properties of Maraging Steel [Текст] / A.G.Kolmakov, V.V.Gerov, N.N.Krasnobaev, E.L.Belousova, M.A.Sevostyanov, V.Ph.Terentev, A.Ciuplis, J.-S.Vilys // High Temperature Materials and Processes. 2009. Vol.28. №1-2. P.9-23.

10. Севостьянов, М.А. Особенности деформации и разрушения композиционного материала на основе высокопрочной мартенситно-стареющей стали с быстрозакаленным поверхностным слоем из сплава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ [Текст] / М.А.Севостьянов, А.Г.Колмаков, В.В.Молоканов, В.Т.Заболотный, П.П.Умнов, Н.В.Куракова // Деформация и разрушение материалов, 2010. №3. С.28-35.

11. Sevost'yanov, M.A. Deformation and Fracture of a Composite Material Based on a High_Strength Maraging Steel Covered with a Melt_Quenched $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ Alloy Layer [Текст] / M.A.Sevost'yanov, A.G.Kolmakov, V.V.Molokanov, V.T.Zabolotnyi, P.P.Umnov, N.V.Kurakova // Russian Metallurgy (Metally). V. 2011. №4. P.337-344.

12. Колмаков, А.Г. Влияние отжига на структуру и механические свойства композиционного материала мартенситно-старееющая сталь Н9К17М14 - наноаморфный сплав $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ [Текст] / А.Г.Колмаков, М.А.Севостьянов, В.В.Молоканов, В.Т.Заболотный, П.П.Умнов, Н.В.Умнова // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 7. С. 30-38.
13. Заболотный, В.Т. Материаловедческие аспекты получения, обработки и свойств никелида титана для применения в эндоваскулярной хирургии [Текст] / В.Т.Заболотный, О.К.Белоусов, Н.А.Палий, Б.А.Гончаренко, Е.А.Армадерова, М.А.Севостьянов // Металлы. 2011. №3. С.47-59.
14. Новиков, И.И. Акустические свойства никелида титана [Текст] / И.И.Новиков, В.В.Рощупкин, А.Г.Кольцов, М.И.Ляховицкий, М.А.Покрасин, Н.А.Минина, А.И.Чернов, Н.Л.Соболь, М.А.Севостьянов // Перспективные материалы. 2012. №5. С.95-99.
15. Насакина, Е.О. Свойства наноструктурного никелида титана и композита на его основе [Текст] / Е.О.Насакина, А.С.Баикин, М.А.Севостьянов, А.Г.Колмаков, В.Т.Заболотный, К.А.Солнцев // Химическая технология. 2013. № 1. С. 14-23.