

На правах рукописи



Гатина Светлана Азатовна

**ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
ПСЕВДО- β -СПЛАВА Ti-15Mo, ПОДВЕРГНУТОГО ИНТЕНСИВНОЙ
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

УФА 2016

Работа выполнена в научно-исследовательском институте физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»

Научный руководитель: **Семенова Ирина Петровна**, доктор технических наук, научно-исследовательский институт физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ), ведущий научный сотрудник

Официальные оппоненты: **Столяров Владимир Владимирович**, доктор технических наук, профессор, ФГБУН Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН (ИМАШ РАН), главный научный сотрудник

Жеребцов Сергей Валерьевич, доктор технических наук, профессор ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ БелГУ), заведующий кафедрой материаловедения и нанотехнологий

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет», г. Тольятти

Защита состоится «24» ноября 2016 г. в 14.00 часов на заседании диссертационного совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов РАН (450001, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИПСМ РАН и на сайте ИПСМ РАН <http://www.imsp.ru>

Автореферат разослан «___» _____ 2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук

Имаев Марсель Фанирович

Примечание: отзывы на автореферат, заверенные гербовой печатью организаций, просим высылать в 2-х экз. по вышеуказанному адресу на имя ученого секретаря диссертационного совета. Факс :+7 (347) 282-37-59

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. В настоящее время 70-80% медицинских имплантатов изготавливается из металлических материалов, которые представлены кобальто-хромовыми сплавами, нержавеющей сталью, коммерчески чистым ниобием, танталом, титаном и их сплавами. Однако титан и его сплавы являются наиболее предпочтительными, что обусловлено их уникальной биосовместимостью, хорошей коррозионной стойкостью, высокой удельной прочностью и низким модулем упругости (110-125 ГПа) по сравнению с кобальто-хромовыми сплавами (210-253 ГПа) и сталями (190-200 ГПа), а также более низкой стоимостью по сравнению с чистым ниобием и танталом. В зависимости от продолжительности, условий эксплуатации и физиологических особенностей пациента различают имплантаты временного, длительного или постоянного применения. Необходимыми требованиями, предъявляемыми ко всем типам имплантатов, являются высокая биосовместимость, усталостная прочность и коррозионная стойкость. Однако для имплантатов постоянного применения существует еще одна проблема – значительная разница в модуле упругости материала имплантата и кости (20-40 ГПа). В частности, для искусственных суставов (эндопротезов) большая разница между упругими модулями материала имплантата и кости может привести к неправильному распределению нагрузки из-за «жесткости» конструкции, резорпции ткани вокруг имплантата и, как следствие, к его расшатыванию, что, в итоге, приводит к дополнительному хирургическому вмешательству.

В настоящее время существует два основных способа решения этой проблемы. Во-первых, за счет конструкции изделия, в которой снижение «жесткости» соединения достигается путем создания переходного слоя цементной фиксации эндопротеза в кости. Во-вторых, за счет применения титановых материалов с наиболее низким модулем упругости. Поэтому в последнее время в мире большое внимание уделяется разработке псевдо- β -титановых сплавов, которые обладают свойством изменять свой модуль упругости в зависимости от фазового состава. Среди сертифицированных в медицине выпускаемых промышленностью титановых сплавов, Ti-15Mo (ASTM F2066) предназначен для применений в ортопедии, травматологии, сердечно-сосудистой хирургии. Сплав Ti-15Mo в однофазном β -состоянии имеет самый низкий модуль упругости (около 80 ГПа). Однако при этом он характеризуется недостаточной прочностью ($\sigma_b \leq 800$ МПа, $\sigma_{-1} \leq 400$ МПа). Традиционные методы повышения прочности псевдо- β -титановых сплавов термической или термомеханической обработкой, включающей прокатку или волочение в сочетании со старением, обычно приводят к снижению пластичности, неизбежному повышению модуля упругости за счет выделения вторых фаз, а также к формированию острой текстуры и, как следствие, сильной анизотропии свойств. В этой связи имплантаты из сплава Ti-15Mo применяются только для временной фиксации переломов.

Одним из эффективных методов повышения усталостной прочности с сохранением пластичности в металлах и сплавах является формирование в них ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД), позволяющими достичь очень больших деформаций при относительно низких температурах в условиях высоких приложенных давлений¹. К настоящему времени в работах российских и зарубежных исследователей продемонстрировано, что УМЗ технически чистый титан, обладающий идеальной биосовместимостью и прочностью на уровне прочности титановых сплавов Ti-6Al-7Nb, Ti-6Al-4V ELI (1150-1250 МПа), является перспективным биоматериалом для имплантатов. Однако относительно высокий модуль упругости (110-120 ГПа) ограничивает его применение в эндопротезировании.

Таким образом, повышение усталостной прочности псевдо- β сплава Ti-15Mo с сохранением относительно низкого модуля упругости является актуальной проблемой в области создания биомедицинских материалов и искусственных суставов постоянного применения. В данной работе продемонстрирована возможность повышения прочностных и усталостных свойств сплава Ti-15Mo без значительного повышения модуля упругости за счет формирования в нем УМЗ структуры, используя методы ИПД, которые могут быть реализованы при температурах, ниже температур фазовых превращений в сплаве.

В связи с этим, **целью настоящей работы** являлось установление закономерностей структурообразования и фазовых превращений в псевдо- β сплаве Ti-15Mo при интенсивной пластической деформации и повышение его прочности и сопротивления усталости с сохранением низкого модуля упругости за счет формирования УМЗ структуры.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Изучить особенности измельчения зерен и фазовых превращений в сплаве Ti-15Mo, подвергнутом обработке методом интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК), и определить их влияние на микротвердость и модуль упругости.
2. Установить особенности развития фазовых превращений при старении сплава Ti-15Mo, подвергнутого ИПДК.
3. Исследовать микроструктуру и механические свойства, включая модуль упругости, сплава Ti-15Mo после равноканального углового прессования (РКУП).
4. Изучить усталостное поведение, характер разрушения УМЗ сплава Ti-15Mo при симметричной циклической нагрузке в условиях растяжения-сжатия и оценить влияние УМЗ структуры на модуль упругости сплава.

¹ Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства/ Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.

Научная новизна. 1. Показано, что увеличение степени ИПДК при комнатной температуре с 18 до 200 (по Мизесу) приводит к уменьшению размера формирующихся β -зерен/субзерен от 180 до 80 нм. Измельчение зерен сопровождается фазовым превращением $\beta \leftrightarrow \omega$ и немонотонным изменением объемной доли ω -фазы.

2. Установлено, что формирование наноструктуры с повышенной плотностью дислокаций и границ зерен в сплаве привело к изменению кинетики выделения α -фазы при последующем старении, которое характеризовалось:

а) увеличением центров зарождения α -фазы по сравнению с КЗ состоянием и, как следствие, повышением ее объемной доли (в 6 и 4 раза после старения в течение 30 минут при 500 и 550 °С, соответственно);

б) образованием α -частиц преимущественно равноосной формы в отличие от пластинчатой в КЗ сплаве.

3. Показано, что полученная методом РКУП ультрамелкозернистая структура в сплаве Ti-15Mo со средним размером β зерен/субзерен менее 200 нм и малым содержанием частиц ω -фазы ($f_{\omega} < 5\%$) обеспечивает сочетание высокого предела выносливости (640 МПа) и низкого модуля упругости (<100 ГПа).

Основные результаты и положения, выносимые на защиту. 1. Результаты исследования особенностей развития фазового превращения $\beta \leftrightarrow \omega$ и изменения размера β -зерен/субзерен с увеличением степени деформации в ходе ИПДК сплава Ti-15Mo.

2. Особенности кинетики фазового превращения $\beta \rightarrow \alpha$ при последующем старении наноструктурного сплава в интервале температур 500-550 °С.

3. Режимы равноканального углового прессования (РКУП) (исходная структура, температура и степень деформации) сплава Ti-15Mo, обеспечивающие сочетание высокой усталостной прочности и низкого модуля упругости.

4. Результаты исследования усталостных свойств и характера разрушения УМЗ сплава Ti-15Mo на гладких образцах в условиях растяжения-сжатия при симметричном цикле нагружения.

Практическая значимость. 1. Определены условия РКУП (исходная структура, температура и степень деформации) псевдо- β сплава Ti-15Mo, обеспечивающие повышение предела выносливости до 640 МПа в сочетании с модулем упругости менее 100 ГПа.

2. Разработана и экспериментально подтверждена феноменологическая модель эволюции структуры и фазового превращения $\beta \rightarrow \alpha$ в ходе старения КЗ и УМЗ сплава Ti-15Mo в интервале температур выше 500 °С.

3. Результаты работы использованы для получения опытных прутков-полуфабрикатов на производственной базе ООО Наномет (г.Уфа). Предложены режимы деформационно-термической обработки, включающие термообработку, РКУП по схеме «Конформ» и волочение.

По результатам усталостных испытаний предел выносливости материала полуфабрикатов из сплава Ti-15Mo с УМЗ структурой в 1.5 раза выше по сравнению с пределом выносливости прутков, выпускаемых промышленностью ($\sigma_{-1}=710$ МПа и 500 МПа, соответственно).

4. Результаты диссертационной работы использованы в учебном процессе и вошли в учебные программы дисциплин «Процессы на поверхности раздела фаз» и «Деформационно-термическая обработка» для подготовки бакалавров по специальности 28.03.02 «Наноинженерия» на кафедре нанотехнологий ФГБОУ ВО «УГАТУ».

Апробация работы. Основные результаты работы были представлены на следующих научных конференциях и школах: Третья Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения», г. Пицунда, 11-13 сентября 2013; VI Международная школа «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, г. Тольятти, 30 сентября – 5 октября 2013; The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NanoSPD6 in Metz, France, 2014 June 30 - July 4; Открытая школа-конференция стран СНГ "Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы", Уфа, 6-10 октября 2014; VIII Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (ФППК-2014) памяти академика Г.В.Курдюмова, г. Черноголовка, 27-31 октября 2014; 5-й Международный симпозиум Объемные наноструктурные материалы: от науки к инновациям, BNM-2015, г.Уфа, 26-28 августа 2015; IX Всероссийская молодёжная научная конференция «Мавлютовские чтения», г. Уфа, 28-30 октября 2015.

Степень обоснованности полученных результатов обеспечивается использованием современных методов исследования структуры, включая различные методики просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, а также использованием методик определения механических свойств: измерения модуля упругости наноиндентированием, стандартных методов механических и усталостных испытаний, их статистической обработкой, воспроизводимостью результатов экспериментов и сравнением с имеющимися литературными данными.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием взаимодополняющих, комплексных методов исследований, а также публикацией в реферируемых журналах и обсуждением на всероссийских и международных конференциях.

Личный вклад соискателя. Все изложенные в диссертации результаты исследований получены либо соискателем лично, либо при его непосредственном участии. Под непосредственным участием автора подразумевается научная постановка задач исследования, получение, обсуждение и интерпретация экспериментальных результатов, подготовка и написание статей.

Публикации. По теме диссертационной работы опубликовано 10 научных статей в рецензируемых журналах: из них 5 статей входят в перечень ВАК РФ, 3 статьи имеют Российский индекс научного цитирования (РИНЦ), 4 статьи включены в перечень базы данных SCOPUS и 3 статьи в Web of Science.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка условных обозначений и сокращений, списка литературы из 179 наименований и трех приложений. Общий объем диссертации 135 страниц, в том числе 69 рисунков и 8 таблиц.

Автор признателен сотрудникам Института физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет», где была выполнена большая часть данной работы, а также сотрудникам центра коллективного пользования УГАТУ (Уфа), сотрудникам кафедры сопротивления материалов УГАТУ (Уфа), междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Санкт-Петербургского государственного университета (Санкт-Петербург), кафедры физики металлов Карлов университета (Прага, Чешская Республика), института физики материалов Мюнстерского университета (Германия).

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность выбранной темы диссертационной работы, дано общее направление работы.

Глава 1. Литературный обзор

В литературном обзоре обобщены требования к металлическим материалам для изготовления имплантатов временного и постоянного применения. Показано, что имплантаты длительного применения должны обладать хорошей биосовместимостью, высокой усталостной прочностью и низким модулем упругости. Выявлены преимущества и недостатки промышленных материалов, используемых в остеосинтезе и эндопротезировании. Показано, что применение титановых сплавов в качестве материалов длительной эксплуатации является предпочтительным в связи с их более низким модулем упругости по сравнению со сталями и Co-Cr сплавами. Проанализированы основные пути уменьшения высокой разницы модуля упругости между костной тканью и имплантатом, одним из которых является использование псевдо- β -титановых сплавов с изменяемым модулем упругости, к которым относится сплав Ti-15Mo с модулем упругости около 80 ГПа, но недостаточной прочностью (800 МПа) в β -состоянии. Показано влияние традиционных методов термомеханической обработки псевдо- β -титановых сплавов на их структурно-фазовые параметры и механические свойства. В частности, данные методы, наряду с упрочнением сплава, приводят к повышению модуля упругости и снижению пластичности за счет выделения вторичных α - и ω -фаз. Для обеспечения

комплекса оптимальных свойств сплава Ti-15Mo, включающих высокую усталостную прочность и низкий модуль упругости, рассмотрен новый подход, заключающийся в формировании в сплаве наноструктурного состояния методами ИПД. Обоснован выбор методов ИПД для проведения экспериментальных исследований. В частности, для моделирования фазовых превращений в сплаве с увеличением степени деформации и формирования наноструктуры был использован метод ИПДК. Методом РКУП были получены объемные заготовки с УМЗ структурой, предназначенные для исследования прочностных и усталостных свойств сплава.

В заключении первой главы, основываясь на результатах обзора и анализа литературы, сформулированы цель и задачи диссертации.

Глава 2. Материал и методы исследования

В качестве материала исследования использовали горячекатаные прутки диаметром $\varnothing 15$ мм из псевдо- β -титанового сплава Ti-15Mo, произведенного компанией Dynamet Carpenter (США), следующего химического состава: 15,2 Мо; 0,16 О; 0,02 Fe; 0,008 С; 0,010 N вес. %. Исходное состояние характеризовалось двухфазной ($\alpha+\beta$)-структурой, со средним размером β -зерен 2 мкм и объемной долей первичной α -фазы 23%.

Температурные диапазоны фазовых превращений сплава определялись с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на установке Netzsch Geratetechnik STA 409 РС/4/Н. Нагрев проводили в интервале температур 30-1200 °С с постоянной скоростью 10 К/мин в среде аргона.

Для формирования наноструктуры в сплаве использовали ИПДК. Выполнялось 1, 5, 10 оборотов при комнатной температуре заготовок диаметром 20 мм и толщиной 2 мм, предварительно подвергнутых осадке и закалке на β -твердый раствор. При этом величина эквивалентной степени деформации в областях, соответствующих середине радиуса дисков, составляла 20, 100 и 200, соответственно. Эквивалентная степень деформации рассчитывалась с помощью выражения по Мизесу: $\varepsilon = \frac{2\pi Nr}{\sqrt{3}h}$, где N – количество оборотов, r – расстояние от центра диска, h – толщина образца.

С целью формирования объемных заготовок с УМЗ структурой использовали РКУП по маршруту Вс с варьированием температуры деформации (20, 250 °С), угла пересечения каналов оснастки (120, 135°), числа проходов (1, 3, 4). Диаметр заготовок составлял 15 мм, длина – 80 мм. Эквивалентная степень деформации за каждый проход рассчитывалась по формуле: $\varepsilon_n = \frac{2}{\sqrt{3}} ctg\left(\frac{\varphi}{2}\right)$, где φ – внутренний угол пересечения каналов оснастки.

Микроструктурные исследования проводили с помощью оптической (ОМ), растровой и просвечивающей электронной микроскопии (РЭМ и ПЭМ) на установках JSM 6390 и Jeol Jem

2100, соответственно. Рентгеноструктурный (РСА) и рентгенофазовый анализ осуществляли на установке Rigaku Ultima IV. Анализ полученных рентгенограмм проводился с помощью программного обеспечения MAUD методом Ритвельда. Плотность дислокаций рассчитывалась путем обработки данных рентгеноструктурного анализа в программном обеспечении MatLab. Средний размер зерен и частиц определяли по РЭМ и темнопольным ПЭМ изображениям методом измерения длин хорд.

Измерения микротвердости по Виккерсу проводились на приборе Buehler «Omnimet-5101», при нагрузке 3 Н и длительности выдержки 10 секунд. Расчет среднего значения микротвердости производился с помощью программного обеспечения «Omnimet Imaging System». Для оценки механических свойств проводились испытания на одноосное растяжение по ГОСТ 1497-84 при комнатной температуре на машине Instron 1114. Скорость перемещения траверсы составляла 1 мм/мин. Точность измерения усилия 1 %. Цилиндрические образцы для испытаний с диаметром рабочей части 3 мм были вырезаны из центральной части прутка в продольном направлении. Для оценки среднего значения испытывали не менее 3 образцов для каждого состояния. Усталостные испытания на растяжение-сжатие проводились на машине Instron 8801 при комнатной температуре в условиях симметричного цикла нагружения $R = -1$ с частотой $f = 30$ Гц и базой 10^7 циклов согласно международному стандарту для циклических испытаний ASTM E466, который используется для металлических материалов, применяемых в медицине. Использовались гладкие образцы круглого сечения и диаметром рабочей части 3 мм в соответствии с ГОСТ 25.502-79. Модуль упругости сплава определялся методом наноиндентирования с помощью установки Универсальный-микро-трибометр CETRN с нагрузкой 100 мН, временем нагружения/разгружения 15 сек в соответствии с ISO 14577. В среднем было сделано 200 отпечатков в области, соответствующей середине радиусов образцов.

Глава 3. Влияние формирования наноструктуры на фазовые превращения и механические свойства сплава Ti-15Mo

В данном разделе представлены результаты экспериментального изучения микроструктуры и фазовых превращений в крупнозернистом (КЗ) сплаве Ti-15Mo после обработки на β -твердый раствор и последующего старения. Рассмотрены механизмы $\beta \rightarrow \omega$ и $\beta \rightarrow \alpha$ превращений, форма, размеры и объемная доля выделяющихся из β -матрицы вторичных ω - и α -фаз. Исследовано влияние ИПДК на особенности фазовых превращений и формирования в сплаве наноструктурного состояния (НС).

С помощью ДСК и рентгенофазового анализа (Рисунок 1) были определены температурные диапазоны фазовых превращений в сплаве. На кривой ДСК закаленного сплава Ti-15Mo фиксируется два экзотермических пика (Рисунок 1, а). Первый пик, имеющий начало при 265 °С

с экстремумом при температуре 300 °С, предположительно, соответствует распаду пересыщенного β -твердого раствора и выделению метастабильной изотермической ω -фазы. Второй экзотермический пик с началом при температуре 500 °С и с максимумом при 600 °С, вероятно, соответствует распаду β -фазы с выделением стабильной α -фазы. Данные предположения были подтверждены с помощью рентгенофазового анализа образцов, состаренных в интервале температур 350...600 °С в течение двух часов, по результатам которого была построена диаграмма (Рисунок 1, б) по реперным точкам с шагом 50 °С при их соединении плавными линиями, полученными путем аппроксимации.

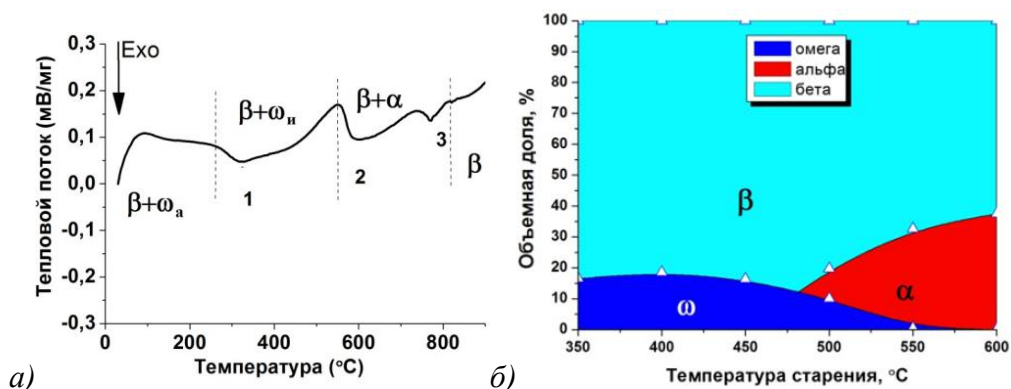


Рисунок 1 – а) ДСК кривая сплава Ti-15Mo; б) результаты рентгенофазового анализа образцов из сплава Ti-15Mo, состаренных при температурах 350...600 °С в течение двух часов

По результатам данных исследований была выбрана температура под закалку для формирования в сплаве однофазной β -структуры, равная 810 °С (время выдержки в печи 30 минут). Закаленный сплав характеризовался поликристаллической бимодальной структурой, состоящей из рекристаллизованных β -зерен, со средним размером 35 ± 2 мкм и 15 ± 3 мкм (Рисунок 2, а). Объемная доля зерен размером больше 35 мкм составляла 55 %. Также с помощью высокоразрешающего сканирующего микроскопа в структуре обнаружены частицы атермической ω -фазы, которая образуется при закалке с однофазной β -области за счет частичного сближения плоскостей ОЦК решетки матрицы в направлении $\langle 111 \rangle$. Размер частиц не превышал 10 нм, а объемная доля составила ≈ 5 %. Методом ДСК и рентгенофазового анализа было установлено, что при температурах нагрева 350 – 500 °С в сплаве происходит $\beta \rightarrow \omega$ превращение (Рисунок 1). При температуре старения 400 °С в течение двух часов объемная доля выделившейся ω -фазы достигает максимума $18,5 \pm 3$ % (Рисунок 1, б). ПЭМ исследования показали, что размер выделяющихся ω -частиц не превышал 20 нм, они имели эллипсоидную форму (Рисунок 2, б), типичную для сплавов системы Ti-Mo. С увеличением температуры нагрева происходит растворение ω -фазы, и при 500 °С ее объемная доля минимальна и составляет $9,7 \pm 2$ % (Рисунок 1, б). В интервале температур 550 – 790 °С сплав находится в двухфазном ($\alpha+\beta$)-состоянии. Частицы α -фазы имеют пластинчатую форму (Рисунок 2, в), ее

объемная доля максимальна при нагреве до 600 °С в течение двух часов и составляет $37,5 \pm 1 \%$ (Рисунок 1, б).

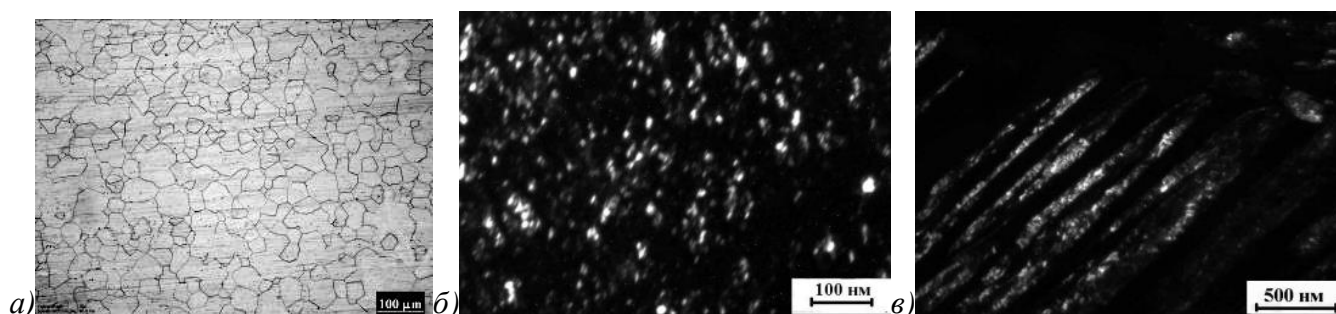


Рисунок 2 – а) микроструктура сплава после закалки с 810 °С (30 мин), ОМ. Типичные темнопольные ПЭМ изображения микроструктуры сплава после старения в: б) $(\beta+\omega)$ -области, $T=400$ °С; в) $(\beta+\alpha)$ -области, $T=600$ °С

Для исследования влияния фазового состава на механические свойства сплава проводили механические испытания на растяжение образцов, состаренных при температурах 350...600 °С в течение двух часов (Рисунок 3, а). Показано, что образцы, состаренные в интервале 350...450 °С, обладали довольно высокой прочностью (более 1500 МПа) и нулевой пластичностью, т.е. разрушились хрупко еще в упругой области деформации, что, вероятно, связано с выделением высокодисперсных частиц ω -фазы (Рисунок 1, а) и образованием зон, свободных от выделений вдоль границ β -зерен (Рисунок 3, б), приводящих к локализации деформации. Образцы, состаренные в интервале 500...600 °С, характеризовались меньшей прочностью, но при этом были более пластичны по сравнению с $(\beta+\omega)$ -состоянием, что можно объяснить выделением более «мягкой» α -фазы и размытием зон, свободных от выделений (Рисунок 3, в), при повышении температуры нагрева.

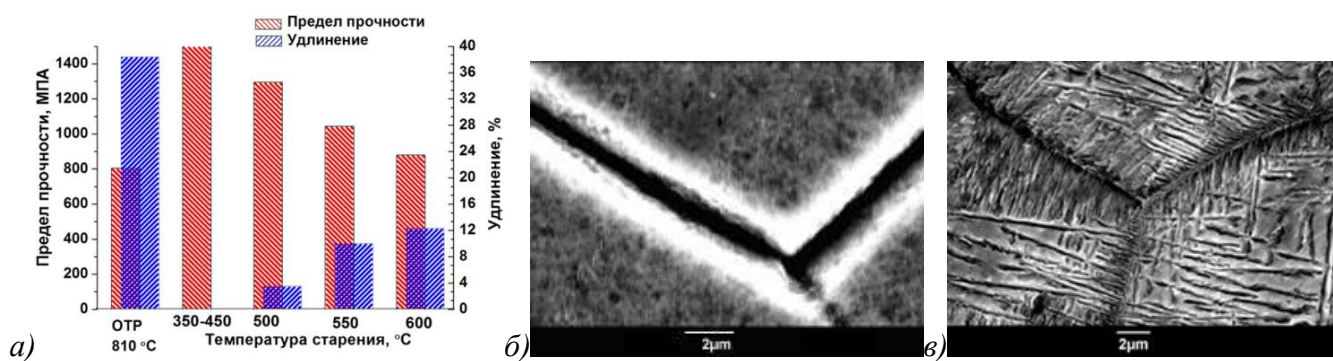


Рисунок 3 – а) механические свойства образцов, состаренных при температурах 350...600 °С в течение двух часов; типичные РЭМ изображения образцов, состаренных в: б) $(\beta+\omega)$ -области, $T=450$ °С; в) $(\beta+\alpha)$ -области, $T=600$ °С

Для формирования наноструктуры проводили ИПДК сплава в закаленном состоянии при комнатной температуре с целью предотвращения выделения вторых фаз. Выявлено, что уже один оборот приводит к уменьшению размера β -зерен/субзерен до 0,18 мкм (по сравнению с закаленным состоянием с размером β -зерен 35 мкм), а после 10 оборотов ИПДК средний размер

β -зерен/субзерен составил 0,08 мкм (Рисунок 4). При этом с увеличением степени деформации происходит немонокотное изменение объемной доли ω -фазы. Так после одного оборота ее доля возрастает до 10 %, что связано с ее выделением из пересыщенного твердого раствора под действием высоких приложенных давлений, а после 10 оборотов с помощью РСА обнаружить ω -фазу не удалось. Это может быть связано с несколькими причинами. Во-первых, сильное искажение кристаллической решетки, высокие внутренние напряжения и высокая плотность дефектов, вызванные деформацией, приводят к физическому уширению пиков и увеличению интегральной интенсивности фона, что затрудняет идентификацию наноразмерных частиц ω -фазы с низкой объемной долей, лежащей за пределами чувствительности рентгеновского метода фазового анализа. Во-вторых, уменьшение количества ω -фазы может свидетельствовать об обратном $\omega \rightarrow \beta$ превращении, вызванном высокой сдвиговой деформацией и уменьшением зерна до критических размеров (80 нм). Подобный феномен наблюдали в сплавах системы Ti-Nb-Ta-Zr после ИПДК, когда размер зерен был менее 100 нм.

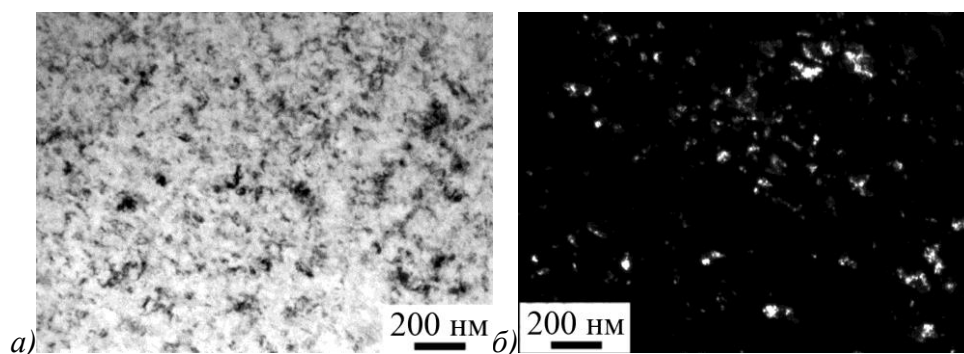


Рисунок 4 – Типичные ПЭМ изображения микроструктуры сплава Ti-15Mo после 10 оборотов ИПДК: а) светлопольное; б) темнопольное изображение

В таблице 1 приведено соотношение модуля упругости и микротвердости сплава Ti-15Mo в различных структурных состояниях. Из диаграммы видно, что наименьшими значениями микротвердости и модуля упругости обладает состояние после закалки. Оно характеризуется содержанием небольшого количества атермической ω -фазы, которая имеет такой же химический состав, что и β -фаза. $(\alpha+\beta)$ -состояние, полученное старением при 600 °С, обладает повышенными свойствами, что связано с присутствием α -фазы, которая является более твердой по сравнению с β -матрицей и вносит большой вклад в значения модуля упругости сплава. Наибольшими значениями микротвердости и модуля упругости обладает образец после старения при 350 °С, содержащий 18 % ω -фазы. Наноструктурный образец после 10 оборотов ИПДК характеризуется наилучшим сочетанием свойств, высоким значением микротвердости (4450 МПа) при относительно низком модуле упругости (93 ГПа).

Также в работе проводилось сравнение экспериментальных значений модуля упругости с расчетными, полученными по правилу смеси, согласно которому модуль упругости сплавов зависит от его фазового состава: $E = f(\omega/\alpha)E(\omega/\alpha) + f(\beta)E(\beta)$, где $f(\omega/\alpha)$ и $E(\omega/\alpha)$ - объемная

доля и модуль упругости вторичных ω - и α -фаз, $f(\beta)$ и $E(\beta)$ - объемная доля и модуль упругости β -фазы, соответственно.

Видно что экспериментальные и расчетные значения после закалки и старения в $(\alpha+\beta)$ -области хорошо согласуются (Таблица 1). А после старения при 350 °С наблюдается существенное отклонение экспериментальных значений модуля упругости от расчётных, что, вероятно, связано с тем, что правило смеси не учитывает взаимодействия частиц когерентной ω -фазы с окружающей β -матрицей, вокруг которых возникают высокие упругие напряжения, внося дополнительный вклад в модуль упругости.

Экспериментально полученные значения модулей упругости образцов после ИПДК вполне сопоставимы со значениями, рассчитанными в соответствии с правилом смеси. Небольшие отклонения, вероятно, связаны с кристаллографической текстурой, формирующейся при ИПДК, что дает дополнительный вклад в модуль упругости.

Таблица 1 – Экспериментальные и расчётные значения модуля упругости образцов из сплава Ti-15Mo после термических обработок и ИПДК

| Обработка | ε (на середине радиуса) | $f(\omega/\alpha),\%$ | H_v , МПа | $E_{\text{экс}}'$, ГПа | $E_{\text{расч}}'$, ГПа |
|-------------------------|-------------------------------------|----------------------------|-------------|-------------------------|--------------------------|
| КЗ Закалка | 0 | $\beta+(5\pm 2\%) \omega$ | 3200±30 | 87±5 | 86 |
| КЗ Старение 600 °С, 2 ч | 0 | $\beta+(38\pm 2\%) \alpha$ | 3400±25 | 100±5 | 98 |
| КЗ Старение 350 °С, 2 ч | 0 | $\beta+(18\pm 2\%) \omega$ | 5200±40 | 137±5 | 97 |
| НС 1 оборот ИПДК | ≈18 | $\beta+(10\pm 2\%) \omega$ | 4200±15 | 96±5 | 90,3 |
| НС 10 оборотов ИПДК | ≈200 | $\beta+(\leq 5\%) \omega$ | 4450±25 | 93±5 | 82 |

Таким образом, формирование наноструктуры в сплаве Ti-15Mo позволило добиться хорошего баланса прочностных характеристик и модуля упругости. Увеличение плотности дислокаций и существенное уменьшение размера зерен сплава (с 35 до 0,08 мкм) внесли основной вклад в упрочнение сплава. Сохранить низкий модуль упругости сплава удалось, с одной стороны, за счет увеличения доли неравновесных границ зерен с внесенными дислокациями, вблизи которых сплав характеризуется более низким модулем упругости по сравнению с телом зерна, с другой стороны, за счет малого содержания ω -фазы, возможно, связанного с ее частичным растворением при формировании наноструктуры в условиях высоких приложенных давлений.

Глава 4. Исследование кинетики старения сплава Ti-15Mo в крупнозернистом и наноструктурном состоянии

В данной главе представлены результаты изучения кинетики старения наноструктурного сплава Ti-15Mo в сравнении с крупнозернистым. Исследовано влияние наноструктуры на форму и размеры выделяющихся частиц α -фазы, ее объемную долю, и микротвердость сплава в зависимости от температуры и продолжительности нагрева.

Для исследования $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в сплаве Ti-15Mo в КЗ и НС состояниях проводили старение образцов при температурах 500, 550 °С в течение 0.5, 2, 4 часов. Установлено, что в НС состоянии рост объемной доли α -фазы с увеличением продолжительности нагрева происходил намного интенсивней по сравнению с КЗ, что, вероятно, вызвано высокой плотностью границ зерен и дислокаций, которые являются преимущественными местами ее зарождения. Подобную закономерность наблюдали при старении при 500 и 550 °С (Рисунок 5, а). Выявлены отличия в изменении микротвердости в зависимости от продолжительности нагрева (Рисунок 5, б). В КЗ состоянии уже после 30 минут нагрева наблюдали увеличение микротвердости, связанное с выделением вторичной α -фазы. Дальнейшее падение микротвердости обусловлено укрупнением частиц. Напротив, в НС сплаве происходило заметное снижение микротвердости, особенно после 2 и 4 часов нагрева, что можно объяснить, по-видимому, конкурирующими с выделением α -частиц процессами возврата и рекристаллизации.

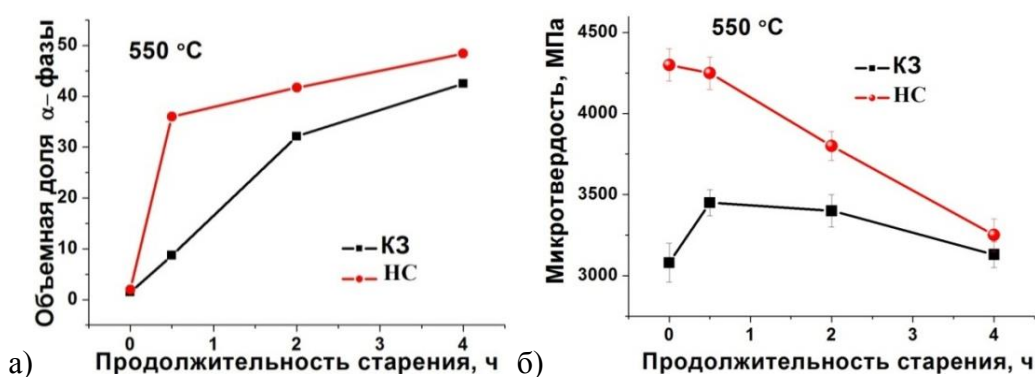


Рисунок 5 – а) Влияние продолжительности старения при 550 °С на: а) объемную долю α -фазы в КЗ и наноструктурном сплаве; б) микротвердость сплава в КЗ и наноструктурном состоянии

Обнаружено, что формирование наноструктуры привело к изменению особенностей кинетики старения и формы выделяющихся α -частиц. В частности, старение КЗ сплава сопровождалось выделением в нем α -частиц пластинчатой формы и их ростом с увеличением продолжительности нагрева (Рисунок 6, а).

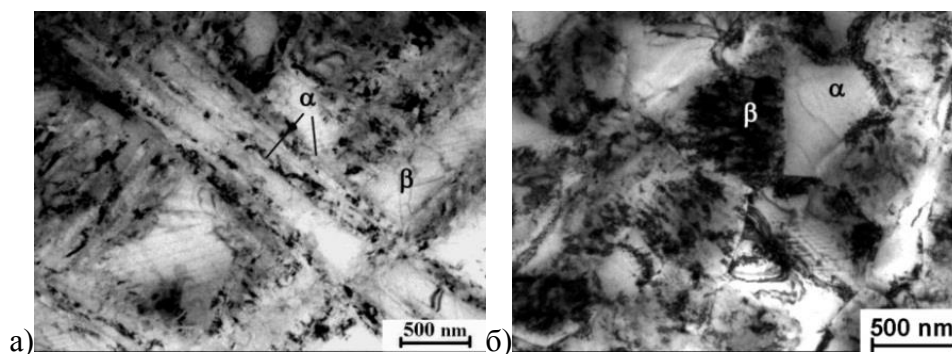


Рисунок 6 – Типичные ПЭМ изображения микроструктуры сплава Ti-15Mo после старения при 550 °С в течение 4 ч: а) частицы α -фазы пластинчатой формы, выделившиеся в КЗ сплаве; б) частицы α -фазы равноосной формы, выделившиеся в наноструктурном сплаве

В отличие от КЗ состояния после старения НС сплава в микроструктуре наблюдали α -частицы преимущественно равноосной формы (Рисунок 6, б). При этом увеличение длительности нагрева способствовало небольшому укрупнению частиц при сохранении их формы.

Отличия в кинетике старения наноструктурного сплава Ti-15Mo можно объяснить следующей схемой эволюции структуры (Рисунок 7). Как известно, α -фаза, выделяющаяся в псевдо- β -титановых сплавах, характеризуется комбинацией когерентных, полукogerентных и некогерентных границ с β -матрицей, которая связана с минимизацией общей энергии поверхности раздела фаз. Рост и форма частиц определяются миграцией этих α/β границ, при этом некогерентные границы мигрируют за счет диффузионных процессов, а полукogerентные и когерентные – путем образования выступов и языков. Таким образом, некогерентные границы раздела фаз мигрируют с большей скоростью по сравнению с когерентной или полукogerентной границей, приводя к образованию α -частиц пластинчатой формы (Рисунок 7, а). Однако в наноструктурных образцах, полученных методом ИПДК, высокая плотность дефектов кристаллического строения и внутренние упругие напряжения значительно влияют на характеристики межфазных α/β границ. По-видимому, высокая плотность дислокаций снижает энергию активации диффузионных процессов, а поля упругих напряжений и искажения кристаллической решетки нарушают когерентность границ α -зародышей с β -матрицей.

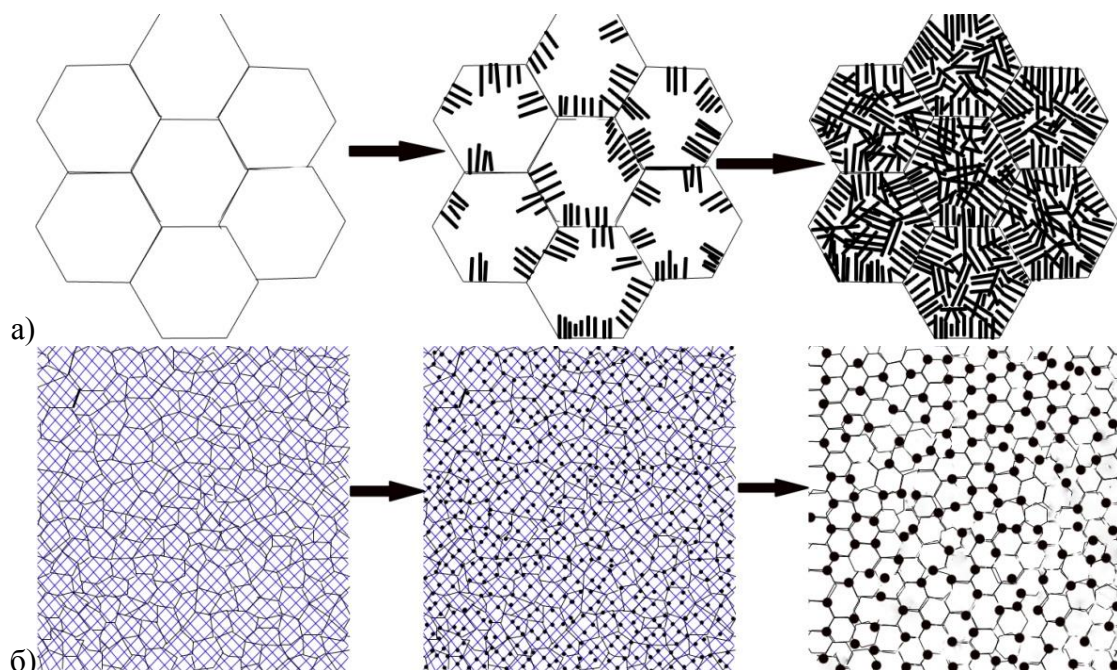


Рисунок 7 - Феноменологическая модель развития структуры в процессе старения сплава Ti-15Mo в КЗ (а) и наноструктурном (б) состояниях

В этом случае все границы α -частиц могут быть некогерентными и мигрировать с одинаковой скоростью, формируя таким образом равноосные частицы (Рисунок 7, б). Кроме того, ультрамелкий размер β -зерна и большое количество зарождающихся частиц α -фазы затрудняет

их рост. Подобные закономерности наблюдали ранее в сталях и алюминиевых сплавах, подвергнутых РКУП и последующему старению.

Глава 5. Формирование УМЗ структуры и повышение механических свойств в объемных заготовках из сплава Ti-15Mo методом РКУП

Для получения объемных заготовок с УМЗ структурой в сплаве Ti-15Mo и более подробного исследования механических и усталостных свойств использовали метод РКУП. На основе изложенных в третьей главе экспериментальных данных о структурно-фазовых превращениях в сплаве, подвергнутом ИПДК, были выбраны условия деформационной обработки сплава для получения цельных заготовок. В данной главе исследовано влияние УМЗ структуры на фазовый состав, механические свойства и модуль упругости псевдо-β-сплава Ti-15Mo. Выбраны режимы РКУП (температура, степень деформации) для формирования УМЗ структуры в сплаве с возможно малым содержанием ω-фазы. Представлены результаты исследования усталостного поведения УМЗ сплава.

При варьировании температурой и степенью деформации был выбран режим РКУП, включающий 4 прохода по маршруту Вс в оснастке с углом пересечения каналов 135°, накопленная эквивалентная степень деформации была равна 2. Учитывая технологические ограничения метода РКУП, реализация деформации заготовок была осуществлена при температуре 250 °С, т.е. ниже температуры выделения ω-фазы. Данный режим позволил получить бездефектные заготовки, обладающие наилучшими механическими свойствами ($\sigma_b=1400$ МПа, $\delta=8,3$ %) (Рисунок 8).

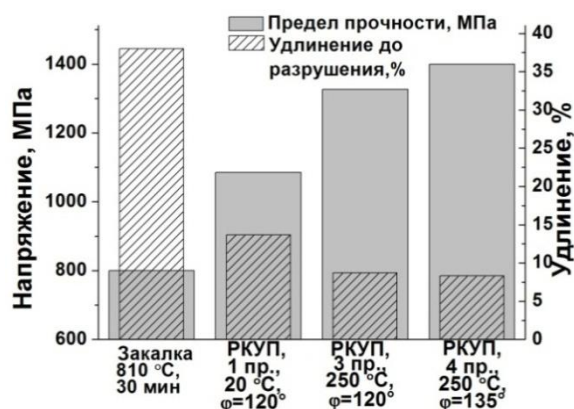


Рисунок 8 - Влияние режимов РКУП на механические свойства сплава Ti-15Mo

Известно, что на предел выносливости материалов влияет не только их прочность, но и пластичность. Высокие внутренние напряжения после ИПД могут привести к ранней локализации деформации и разрушению, что обычно характеризуется малой величиной равномерного удлинения образца (δ_p). В этой связи, для уменьшения внутренних напряжений и

повышения пластичности были проведены исследования с целью выбора режима отжига после РКУП. В соответствии с кривой ДСК были выбраны температуры нагрева в интервале ниже 250 °С, когда объемная доля ω -фазы минимальна (Рисунок 1, а). Проведена серия отжигов в интервале температур 100...250 °С с различным временем выдержки. Установлено, что наилучшие свойства были получены после отжига при температуре 150 °С в течение 3 часов, который привел к повышению равномерного до 1,5 % и относительного удлинения до 10 %, по сравнению с состоянием после РКУП (0,5 и 8,3 %, соответственно) (Рисунок 9). Увеличение температуры и продолжительности отжига приводит к повышению прочности, но снижению пластичности сплава, вероятно, связанном с дополнительным выделением частиц изотермической ω -фазы. Таким образом, выбранный режим отжига (150 °С, 3 ч) был использован для образцов, предназначенных для усталостных испытаний.

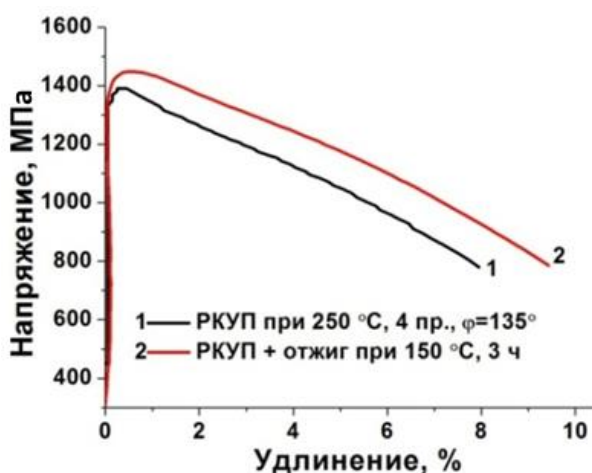


Рисунок 9 - Влияние отжига для снятия внутренних напряжений на механические свойства сплава Ti-15Mo после РКУП

После РКУП и отжига в отличие от обработки методом ИПДК микроструктура сплава Ti-15Mo представляла собой ориентированные вдоль оси прутка структурные элементы в виде дислокационных ячеек, зерен/субзерен размером 200 ± 20 нм (Рисунок 10). На картинах микродифракции, снятых с площади $1,25 \text{ мкм}^2$, обнаружены слабые рефлексы, принадлежащие ω -фазе.

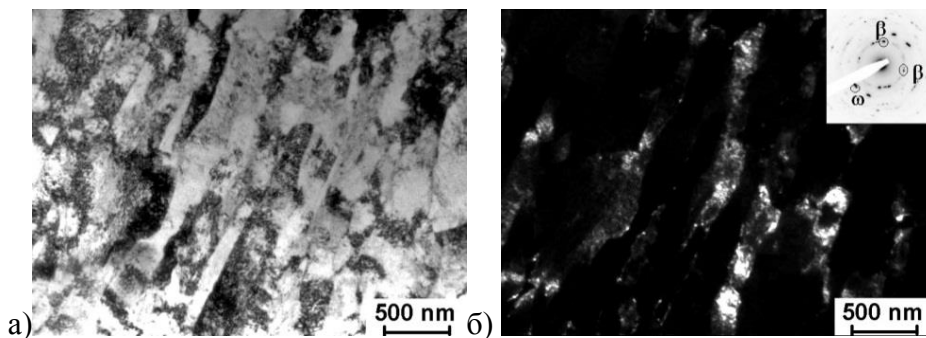


Рисунок 10 – Типичные ПЭМ изображения микроструктуры сплава Ti-15Mo после РКУП и отжига: а) светлопольное изображение; б) темнопольное изображение

С помощью РСА не удалось определить объемную долю ω -фазы, несмотря на присутствие ее рефлексов на ПЭМ картинах микродифракции. Вероятно, ее объемная доля настолько мала, что находится ниже предела чувствительности метода (<5%).

На рисунке 11 представлены кривые усталости образцов в КЗ и УМЗ состояниях, полученных при испытаниях в условиях растяжения-сжатия, на которых можно выделить две основные области: малоциклового и многоциклового усталости. КЗ сплав в закаленном состоянии, в котором он содержит небольшое количество атермической ω -фазы ($\approx 5\%$) в теле крупных зерен (15...35 мкм) β -фазы с ОЦК решеткой, характеризуется низким пределом выносливости 410 ± 10 МПа при базе испытаний 10^7 циклов (Рисунок 11). Формирование методом РКУП УМЗ структуры со средним размером β -зерен/субзерен 200 нм и с малым содержанием ω -фазы в сплаве Ti-15Mo привело к увеличению предела выносливости сплава, который повысился более чем на 50 % по сравнению с закаленным состоянием, и составил 640 ± 10 МПа при базе испытаний 10^7 циклов (Рисунок 11).

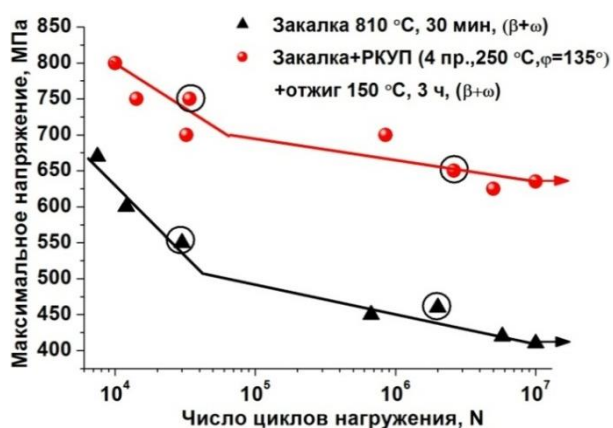


Рисунок 11 – Результаты циклических испытаний на растяжение-сжатие сплава Ti-15Mo после закалки и после РКУП

Известно, что циклическая долговечность материалов складывается из стадии зарождения и стадии распространения усталостной трещины, причем во время испытаний на растяжение-сжатие первая стадия вносит основной вклад в долговечность образцов. Повышение предела выносливости УМЗ сплава до 640 МПа, вероятно, связано с увеличением длительности обеих стадий, т.е. за счет повышения сопротивления материала зарождению трещины и увеличения способности сопротивляться ее развитию. Увеличение стадии зарождения усталостной трещины при переходе от КЗ к УМЗ состоянию может быть обусловлено повышением сопротивления микропластической деформации приповерхностного слоя, которая происходит на стадии микротекучести в начальный период циклических испытаний. На этой стадии циклического деформирования, как и в условиях статического нагружения, изменяется дислокационная структура: на границах зерен генерируются новые дислокации; в отдельных зернах наблюдаются дислокационные сплетения, что приводит к формированию более прочного приповерхностного

слоя, который является барьером для выхода дислокаций на поверхность, в результате чего тормозится развитие процессов повреждаемости. В УМЗ материалах образование и передвижение новых дислокаций затруднено вследствие маленького размера зерен и присутствующих полей упругих напряжений, вызванных высокой плотностью дислокаций, внесенных ИПД. В связи с этим напряжение течения, необходимое для развития микропластической деформации, и величина предела выносливости возрастает с уменьшением размера зерна. Увеличение стадии распространения усталостной трещины, по-видимому, связано с повышением сопротивления материала ее развитию за счет увеличения протяженности границ зерен, которые являются эффективным барьером при ее распространении.

Для исследования особенностей усталостного разрушения сплава в КЗ и УМЗ состояниях проводили фрактографический анализ изломов образцов (Рисунок 12).

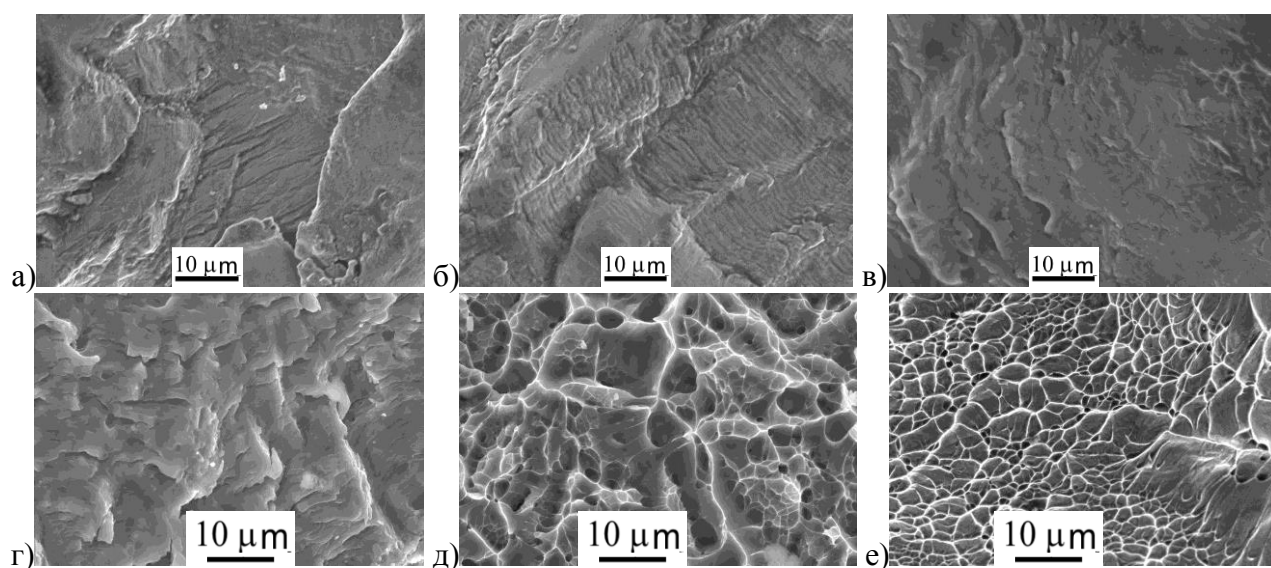


Рисунок 12 – Фрактограммы поверхности усталостного разрушения сплава Ti-15Mo после испытаний на растяжение-сжатие (2×10^6 циклов): а,б,в) в КЗ состоянии; г,д,е) в УМЗ состоянии

При этом были выявлены отличительные особенности разрушения. Во-первых, у КЗ образцов наблюдался более плоский излом по сравнению с УМЗ образцами (Рисунок 12), исходя из этого можно предположить, что путь, проходимый трещиной, и площадь поверхности изломов, необходимая для захлопывания усталостной трещины в УМЗ состоянии, были больше. Во-вторых, в УМЗ образцах, разрушившихся в области многоциклового усталости, наблюдалось больше вторичных трещин, расположенных вдоль усталостных бороздок, чем в КЗ (Рисунок 12, а, г). Образование вторичных микротрещин, перпендикулярных главной, является одним из механизмов сопротивления распространению усталостной трещины. Появление вторичных трещин снижает движущую силу распространения магистральной трещины, так как вызывает релаксацию напряжений и затормаживает ее развитие. В-третьих, зона статического долома в УМЗ образцах характеризовалась типичным вязко-ямочным разрушением, в то время как в КЗ образце присутствовали элементы квазихрупкого разрушения (Рисунок 12, в, е).

Рисунок 13 отражает соотношение между пределом выносливости и модулем упругости для УМЗ сплава Ti-15Mo, полученного в данной работе, а также для сплавов, которые широко применяются в качестве биоматериалов, в частности, для CP Ti Gr4, Ti-6Al-4V ELI после стандартной обработки и ИПД. УМЗ сплав Ti-15Mo демонстрирует наилучший баланс высокой усталостной прочности и относительно низкого модуля упругости по сравнению с известными биомедицинскими сплавами, в том числе в УМЗ состоянии после ИПД обработки.

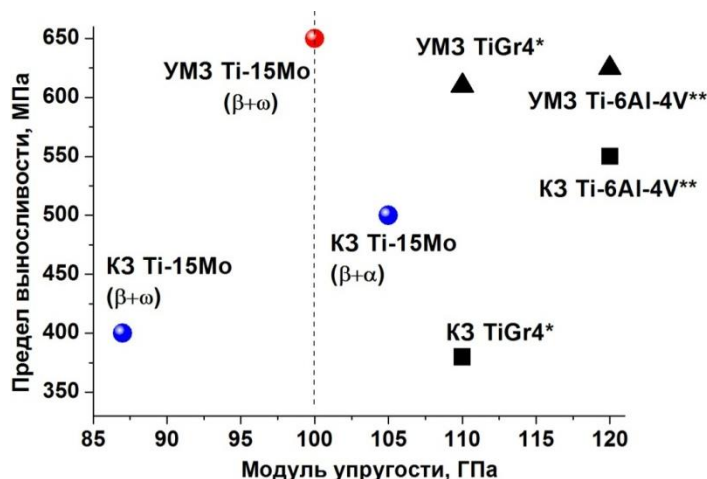


Рисунок 13 – Соотношение предела выносливости и модуля упругости биомедицинских титановых сплавов

Таким образом, в результате проведенных исследований установлено, что формирование в сплаве Ti-15Mo нано- или УМЗ структуры с минимальным содержанием ω-фазы с помощью методов ИПД позволяет добиться наилучшего комплекса свойств, включающих высокие прочностные характеристики и относительно низкий модуль упругости. Полученные в данной работе результаты создают реальные условия для разработки имплантатов и фиксирующих конструкций в остеосинтезе, обладающих не только высоким сопротивлением циклическим нагрузкам, но и прекрасными биомеханическими свойствами, которые зависят от модуля упругости материала имплантата.

По результатам диссертационной работы на производственной базе ООО Наномет (г.Уфа) были получены опытные прутки-полуфабрикаты. Акты апробации и аттестации опытных прутков – полуфабрикатов из УМЗ сплава Ti-15Mo представлены в соответствующих приложениях к диссертации.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Установлены основные закономерности формирования наноструктуры в сплаве Ti-15Mo методом ИПДК при комнатной температуре:

а) с увеличением степени деформации с 1 до 10 оборотов средний размер β зерен/субзерен достигает 180 и 80 нм, соответственно;

б) эволюция микроструктуры сопровождается превращением $\beta \rightarrow \omega$, в результате которого уже после одного оборота ИПДК объемная доля частиц ω -фазы составляет 10 %;

в) с последующим увеличением степени деформации наблюдалось снижение объемной доли ω -фазы за счет ее частичного растворения в результате обратного $\omega \rightarrow \beta$ превращения.

2. Показано, что формирование наноструктуры в сплаве Ti-15Mo со средним размером β -зерен/субзерен 80 нм и малым содержанием ω -фазы (<5%) позволяет достичь комбинации высоких прочностных свойств (микротвердость 4450 МПа) и низкого модуля упругости (93 ГПа).

3. Выявлены основные отличия в кинетике старения наноструктурного и КЗ сплава Ti-15Mo:

а) установлено, при старении наноструктурного сплава идет более интенсивное по сравнению с КЗ выделение α -фазы за счет увеличения центров ее зарождения, которыми являются дислокации и границы зерен;

б) показано, что в наноструктурном сплаве с увеличением продолжительности старения при $T=500$ и 550 °С от 0,5 до 4 часов конкурирующие процессы интенсивного выделения частиц α -фазы, возврата и рекристаллизации приводят к снижению микротвердости в отличие от КЗ сплава, в котором старение сопровождается упрочнением за счет увеличения объемной доли вторичной α -фазы.

4. Показано, что формирование наноструктуры с повышенной плотностью дислокаций влияет на состояние межфазных α/β границ и, как следствие, на механизмы их миграции, что приводит к образованию частиц α -фазы преимущественно равноосной формы в отличие от пластинчатой в КЗ сплаве.

5. Определены режимы РКУП сплава Ti-15Mo, обеспечивающие формирование УМЗ структуры со средним размером зерен/субзерен ≈ 200 нм и минимально возможным содержанием ω -фазы. Разработанные режимы РКУП обеспечивают получение полуфабрикатов со сбалансированным комплексом свойств: высокой прочностью сплава 1450 МПа, пределом выносливости 640 МПа, пластичностью 10 % и низким модулем упругости 100 ГПа по сравнению с известными УМЗ биоматериалами (Ti Grade4, Ti-6Al-4V ELI)

6. Выявлены основные особенности усталостного разрушения сплава Ti-15Mo в КЗ и УМЗ состояниях. Показано, что УМЗ образцы имели повышенное сопротивление распространению усталостной трещины, обусловленное большой протяженностью границ зерен и, как следствие, увеличением пути развития трещины. В целом, строение изломов УМЗ образцов характеризовалось более вязким характером разрушения по сравнению с КЗ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ПРЕДСТАВЛЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК:

1. Гатина, С.А. Влияние интенсивной пластической деформации кручением на кинетику старения β -титанового сплава Ti-15Mo / С.А. Гатина, В.В. Полякова, И.П. Семенова // Вектор науки ТГУ. – 2013. – № 3 (25) – С.128-131.
2. Gatina, S. Effect of high pressure torsion on the aging kinetics of β -titanium Ti-15Mo alloy / S. Gatina, I. Semenova, M. Janecek, J. Strasky // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 63 – 1. – 012068. –doi.org/10.1088/1757-899x/63/1/012068.
3. Janeček, M. Microstructure evolution in solution treated Ti15Mo alloy processed by high pressure torsion / M. Janeček, J. Čížek, J. Stráský, K. Václavová, P. Hruška, V. Polyakova, S. Gatina, I. Semenova // Materials Characterization. – 2014. – Vol.98 – P. 233-240.
4. Гатина, С.А. Особенности усталостного разрушения ультрамелкозернистого сплава Ti-15Mo, полученного интенсивной пластической деформацией / С.А. Гатина, Ф.Г. Сулейманов, И.П. Семенова // Деформация и разрушение материалов. – 2015. – №5 – С. 28-34.
5. Gatina, S.A. Nanostructuring and Phase Transformations in the β -alloy Ti-15Mo during High-Pressure Torsion / S.A. Gatina, I.P. Semenova, L. Joern, R.Z. Valiev // Advanced Engineering materials – 2015. – Vol.17 (12) – P. 1742-1747.

Статьи в других изданиях (сборниках конференций):

6. Гатина, С.А. Влияние термической обработки на структуру, фазовый состав и механические свойства β -титанового сплава Ti-15Mo / С.А. Гатина, В.В. Полякова, И.П. Семенова // Сборник трудов 3-ей Всероссийской молодежной школы-конференции «Современные проблемы металловедения». – Пицунда, 2013. – С.142-149.
7. Сулейманов, Ф.Г. Влияние фазового состава на механические свойства и модуль упругости медицинского сплава Ti-15Mo / Ф.Г. Сулейманов, С.А. Гатина, И.П. Семенова // Сборник материалов Всероссийской молодежной научной конференции «Современные биоинженерные и ядерно-физические технологии в медицине». – Саратов, 2014. – С. 31-37.
8. Gatina, S., Influence of severe plastic deformation on kinetics of the aging process in the Ti-15Mo alloy / S. Gatina, I.Semenova, M. Janeček, J. Stráský // Book of abstracts of «The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation» NanoSPD6. – Metz (France), 2014 – P. 393.
9. Гатина, С.А. Повышение прочности β -титанового сплава Ti-15Mo при сохранении низкого модуля упругости / С.А. Гатина, Ф.Г. Сулейманов, И.П. Семенова // Сборник научных трудов «Мавлютовские чтения»: Всероссийская молодежная научная конференция. – Уфа, 2015 – Т.1 – С.912-916.
10. Сулейманов, Ф. Г. Влияние термической обработки на структуру, фазовый состав и механические свойства β -титанового сплава Ti-15Mo / Ф.Г. Сулейманов, С.А. Гатина // Сборник научных трудов «Мавлютовские чтения»: Всероссийская молодежная научная конференция. – Уфа, 2015 – Т.1 –С.938-942.