



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Структура сплава Ti–40 Nb, сформированного высокоэнергетическими методами

Жанна Ковалевская^{1, 2, a}, Юрий Шаркеев^{1, 2, b}, Маргарита Химич^{1, 3, c, *},
 Анна Ерошенко^{1, d}, Павел Уваркин^{1, e}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, 634055, Россия

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, 634050, Россия

³ Национальный исследовательский Томский государственный университет, пр. Ленина, 36, г. Томск, 634050, Россия

^a <http://orcid.org/0000-0003-3040-8851>, zhanna_kovalevskaya@mail.ru, ^b <http://orcid.org/0000-0001-5037-245X>, sharkeev@ispms.tsc.ru,

^c <http://orcid.org/0000-0001-5859-7418>, khimich@ispms.tsc.ru, ^d <http://orcid.org/0000-0001-8812-9287>, eroshenko@ispms.tsc.ru,

^e <http://orcid.org/0000-0003-1169-3765>, uvarkin@ispms.tsc.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 669.29:669.017.1:621.763

История статьи:

Поступила: 5 марта 2019

Рецензирование: 18 марта 2019

Принята к печати: 11 апреля 2019

Доступно онлайн: 15 июня 2019

Ключевые слова:

Сплав Ti–40 Nb

Электродуговая плавка

Селективное лазерное сплавление
 Интенсивная пластическая деформация

Микроструктура

β-фаза

α'-фаза

Ликвация

Имплантаты

Финансирование:

Работа выполнена по проекту Ш.23.2.2 программы фундаментальных исследований СО РАН. Государственное задание ИФПМ СО РАН 2017–2019 гг.

Благодарности:

Авторы признательны Q. Zhu, А.А. Сапрыкину, Е.А. Ибрагимову, Е.В. Бабаковой, И.А. Глухову, И.А. Шулепову за участие в работе и обсуждение результатов.

Для цитирования: Структура сплава Ti-40Nb, сформированного высокоэнергетическими методами / Ж.Г. Ковалевская, Ю.П. Шаркеев, М.А. Химич, А.Ю. Ерошенко, П.В. Уваркин // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2019. – Т. 21, № 2. – С. 124–135. – DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.2-124-135.

*Адрес для переписки

Химич Маргарита Андреевна, м.н.с., аспирант

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Национальный исследовательский Томский государственный университет, пр. Академический, 2/4, 634055, г. Томск, Россия

Тел.: +7-952-884-04-25, e-mail: khimich@ispms.tsc.ru

АННОТАЦИЯ

Введение. Сплав Ti–40 мас. % Nb (Ti–40 Nb) – перспективный материал для медицинских приложений, так как имеет низкий модуль упругости, что определяет механическую совместимость имплантата с костной тканью. Передовыми методами получения изделий из сплава Ti–40 Nb являются интенсивная пластическая деформация (ИПД) и селективное лазерное сплавление (СЛС). Представленные методы имеют разную природу и влияние на фазовый состав, строение и свойства изделия, что требует глубоких структурных исследований. **Цель работы** – оценка структурных характеристик сплава Ti–40 Nb, полученного в условиях высокоэнергетического воздействия методами ИПД и СЛС, с учетом неоднородности элементного состава. **Объекты исследования.** Слитки сплава получали электродуговой плавкой. ИПД закаленных слитков осуществлялась последовательным прессованием в симметричный канал, многоосевой ковкой и прокаткой. СЛС порошка механически легированного сплава выполнялось на установке ВАРИСКАФ–100МВС. **Методы исследования.** Оптическая и растровая электронная микроскопия, энергодисперсионный микроанализ, рентгеноструктурный анализ, определение модуля упругости и нанотвердости методом невосстановленного отпечатка. **Результаты.** В процессе кристаллизации слитка формируется дендритная структура, состоящая из β-фазы с внутрикристаллической ликвацией и разностью в концентрации Nb до 6 мас. %. После закалки слитка в зонах обедненных Nb, формируется мартенситная структура α'-фазы. ИПД слитка приводит к устранению ликвации, обратному α'' → β + α-превращению и формированию ультрамелкозернистой структуры с оптимальным комплексом физико-механических свойств. СЛС формирует структуру, состоящую из микронных зерен β-фазы с прослойками по границам зерен неравновесной α''-фазы. Образовавшуюся в сплаве внутрикристаллическую ликвацию с разностью в концентрации Nb до 27 мас. % предложено устранять последующей термической обработкой. **Заключение.** Рассмотренные высокоэнергетические методы получения медицинских имплантатов, ИПД и СЛС оказывают значительное влияние на структуру сплава Ti–40 Nb. Характер воздействия определяется самим методом и формирующейся неоднородностью элементного состава.

Введение

Сплавы системы титан – ниобий, в том числе с мультикомпонентным легированием, находят применение в медицине для производства имплантатов [1–5]. Из всех сплавов данной системы для медицинских целей наиболее подходят

сплавы, содержащие 40...45 мас. % ниобия, так как они имеют пониженный модуль упругости, что очень важно для механической совместимости имплантата с костной тканью [6, 7].

Сплавы Ti–Nb представляют собой систему с полной растворимостью компонентов друг в друге при высокой температуре и с ограниченной растворимостью при комнатной температуре [8]. Кристаллизация таких сплавов происходит в интервале температур и в случае неравновесных условий сопровождается формированием химической неоднородности внутри растущего зерна – внутрикристаллической ликвации [9]. Сохранение внутрикристаллической ликвации на последующих этапах обработки материала может приводить к неоднородности физико-механических свойств в готовом изделии. Поэтому слитки сплавов Ti–Nb, которые обычно получают электродуговой плавкой, подвергаются многократной деформации с промежуточными отжигами, что приводит к устранению дендритной ликвации, формированию равноосной зеренной структуры и выравниванию физико-механических свойств по объему слитка [10].

Альтернативными методами получения сплавов Ti–Nb с однородной структурой являются методы интенсивной пластической деформации (ИПД), такие как гидростатическая экструзия [11], кручение под высоким давлением [12–14], равноканальная угловая экструзия [15] и другие [16]. В этом случае формируется ультрамелкозернистый материал с высокими прочностными характеристиками сплава. ИПД фактически не повышает модуль упругости сплава, но его значение составляет 60...70 ГПа [11], что выше, чем у костной ткани (10...30 ГПа) [17].

Для производства имплантатов точной индивидуальной конфигурации и плотности используют аддитивные технологии [18]. Одним из методов является селективное лазерное сплавление (СЛС) [19–21]. СЛС можно получать имплантаты, начиная от компактных, с почти 100 %-й плотностью, до трехмерных металлических решеток с пористостью до 80 % [22]. Это дает возможность снижать интегральный модуль упругости получаемого материала вплоть до 1 ГПа [23].

Цель работы – выполнить оценку структурных характеристик сплава Ti – 40 мас. % Nb, полученного в условиях высокоэнергетического

воздействия методами селективного лазерного сплавления и интенсивной пластической деформации, с учетом неоднородности элементного состава.

Методика исследований

Для получения слитков использовалась печь электродуговой плавки с нерасходуемым электродом и водоохлаждаемым медным тиглем. Плавка проводилась в атмосфере инертного газа при избыточном давлении, напряжении 40 В и токе $30 \cdot 10^3$ А. Для получения большей однородности получаемого сплава слиток проплавливали пять раз с его переворотом. Слитки сплава имели концентрацию Nb, равную 40 мас. % (здесь и далее концентрации приводятся в мас. %). Получаемый слиток повторял форму тигля – лунки диаметром 80 мм и высотой 20 мм [24].

СЛС выполнялось на установке ВАРИСКАФ-100МВС [25]. Режим СЛС был следующим: мощность – 100 Вт, скорость сканирования луча лазера – 25 мм/с, диаметр лазерного луча на поверхности сплавляемого слоя – 250 мкм. Для СЛС был выбран композитный порошок, который получали механическим легированием смеси порошков титана – ниобия с массовым соотношением 60: 40. Обработка порошка проводилась в планетарной шаровой мельнице АГО-2С [26]. Полученный композитный порошок со средним размером частиц 25 мкм распределяли из бункера ровным слоем на титановой подложке, нагретой перед сплавлением порошка до температуры 200 °С. Толщина единичного слоя порошка составляла 150 мкм. В каждом образце сплавлялось 24 слоя порошкового материала. Стратегия сканирования лазерного луча – построчный зигзаг с шагом сканирования 50 мкм. Для каждого последующего слоя направление сканирования изменялось на 90°. В результате были получены объемные образцы площадью 10×10 мм² и толщиной ~3 мм.

ИПД сплава осуществлялась комбинированным способом, включающим прессование в симметричный канал, многоосевую ковку и многоходовую прокатку в ручьевых валках [27]. Для этого слитки предварительно закаливали от 1100 °С в воду. Далее заготовки, вырезанные из слитка, подвергались трехуровневой ИПД. Пер-

вый уровень ИПД включал в себя три операции прессования в пресс-форме с вертикальным каналом и двойным симметричным горизонтальным каналом одинакового сечения. Заготовка сплава в виде параллелепипеда выдавливалась при нагружении из вертикального канала в два симметричных горизонтальных канала. При этом формировалась новая заготовка в форме параллелепипеда тех же размеров, так как все каналы имели одинаковое поперечное сечение. Второй уровень ИПД – шесть операций многоосевойковки [28]. При каждой операции прессования иковки температура находилась в интервале 500...400 °С. Третьим уровнем ИПД была многоходовая прокатка в ручьевых валках при комнатной температуре. Последним для снятия остаточных внутренних напряжений проводился отжиг при 350 °С в течение одного часа.

Строение слитков и образцов, полученных СЛС и ИПД, исследовалось на поперечных шлифах и изломах на металлографическом микроскопе Carl Zeiss Axio Observer, рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 методом рентгеноструктурного анализа (РСА), растровом электронном микроскопе LEO EVO50 методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и энергодисперсионного микроанализа (ЭДМА) в ЦКП «НАНОТЕХ», ИФПМ СО РАН, г. Томск. Величину модуля упругости и нанотвердость определяли методом невосстановленного отпечатка при нагрузке на индентор 30 г на приборе “Nano Hardness Tester” NHT-S-AX-000X в ЦИСМ ФТИ НИ ТПУ, г. Томск.

Результаты и их обсуждение

На оптических изображениях поперечного сечения слитка, полученного при малых увеличениях, на всей поверхности наблюдалось первичное ячеисто-дендритное строение без ярко выраженного градиента структуры (рис. 1, а). В случае анализа на большем увеличении одновременно с дендритной структурой были заметны границы полиэдрических зерен (рис. 1, б, в). В дендритах расстояние между ветвями первого порядка равнялось ~700 мкм, второго порядка – ~100 мкм; размер зерен находился в интервале 500...1000 мкм [24]. Процесс формирования зерен вторичной структуры был связан с затвердеванием расплава, заполняющего дендритный каркас. В исследуемом сплаве зерна сформировались не на базе цельного дендрита, а на основе отдельных элементов соседних дендритов, объединенных определенным кристаллографическим соответствием (рис. 1, б) [9]. Зерна включали в себя части нескольких ориентированных дендритов, при этом их размер был близок к размерам дендритов. Размер структурных элементов, а именно расстояние между ветвями дендритов второго порядка, указывает на то, что при кристаллизации слитка скорость охлаждения сплава составляет порядка 10² °С/с и кристаллизация слитка проходит в равновесных условиях [9].

По данным РСА (рис. 2), было выявлено, что основной фазой в сплаве является β-фаза (твердый раствор Ti и Nb с ОЦК-решеткой). На



Рис. 1. Изображения микроструктуры (а, б, в) и результаты ЭДМА (в) слитка. На рисунке (в) указаны значения концентрации Nb в мас. %, измеренные на поверхности в локальных местах, выделенных белыми точками

Fig. 1. Microstructure images (а, б, в) and EDMA-results (в) of the ingot. At figure (в) Nb concentration values are in wt. % measured on the surface in local areas which are marked with white points

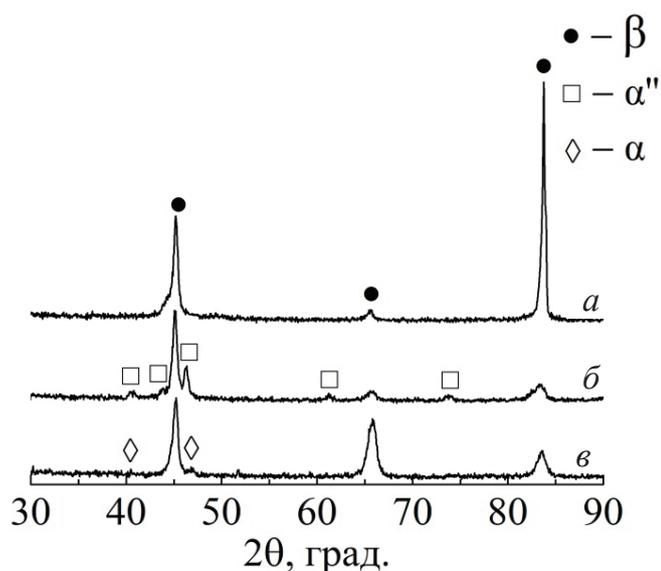


Рис. 2. Фрагменты рентгеновских дифрактограмм слитка (а); образцов после СЛС (б) и ИПД (в)

Fig. 2. X-ray diffraction patterns of the ingot (a), specimens after SLM (b) and after SPD (c)

рентгенограммах можно видеть основные пики β -фазы (рис. 2, а). Возможно наличие небольшого количества (менее 5 %) второй фазы, на что указывает асимметрия рентгеновской линии в интервале углов $43 \dots 46^\circ$.

Интенсивности пиков основной β -фазы не соответствуют эталонным штрих-диаграммам. На профиле сплава наблюдалось перераспределение интенсивностей. Такая форма рентгеновского профиля характерна для структуры, где зерна в области рентгеновской съемки имеют преимущественную ориентацию. В данном случае плоскостью ориентации является (211) – рефлекс на рис. 2, а, расположенный в области $2\theta \approx 83^\circ$. Это

связано с направленной кристаллизацией при получении слитка. Охлаждение и кристаллизация слитка начинались у стенки охлаждаемого тигля и распространялись вверх слитка.

Однофазное состояние сплава не исключает наличия дендритной ликвации в слитке, так как β -фаза может существовать в интервале концентраций от 36 до 100 % Nb. По данным ЭДМА, в объеме слитка среднее значение концентрации Nb составляло 42 %. Концентрация ниобия в дендритах превышала его концентрацию в междендритном пространстве (рис. 1, в). В дендритах концентрация Nb менялась от 42 до 45 %, а в междендритном пространстве – от 39 до 41 %. Таким образом, разность концентраций Nb в разных зонах дендритов достигала 6 %. Несмотря на небольшой разброс концентрации Nb и однофазный состав сплава, ликвация при последующей термической обработке приводила к формированию на участках, обедненных Nb, закалочных структур из α'' -фазы (пересыщенный твердый раствор Nb в Ti с орторомбической решеткой) [27].

Анализ строения образцов исследуемого сплава, полученных СЛС, показал неоднородность микроструктуры (рис. 3, а). Морфология зеренной структуры была связана с толщиной отдельно кристаллизовавшихся слоев материала. На участках с толщиной слоя менее 100 мкм наблюдалась структура, состоящая из равноосных зерен размером от 2 до 5 мкм (рис. 3, б). Слои с толщиной от 100 до 150 мкм имели эпитаксиальное строение и состояли из столбчатых кристаллитов с размером в поперечном сечении от 2 до 5 мкм и толщиной до 60 мкм (рис. 3, а).

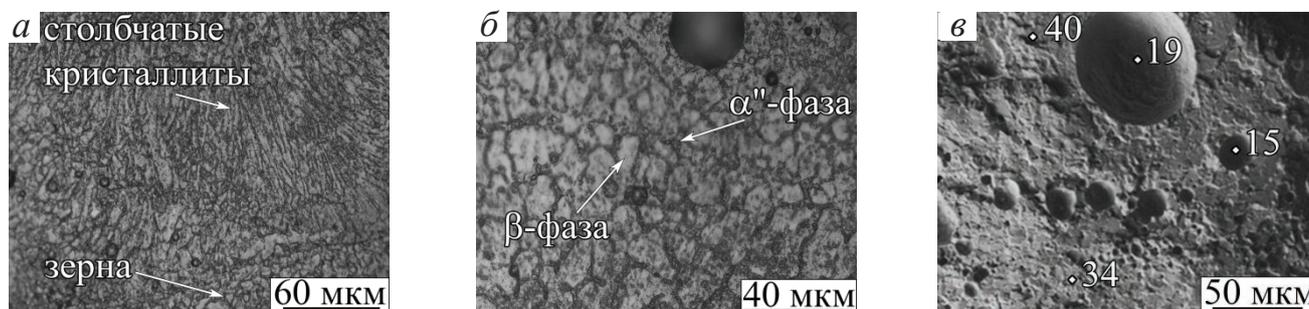


Рис. 3. Изображения микроструктуры (а, б, в) и результаты ЭДМА (г) образцов, полученных СЛС. На рисунке (г) указаны значения концентрации Nb в мас. % измеренные на поверхности в локальных местах, выделенных белыми точками

Fig. 3. Microstructure images (a, b, c) and EDMA-results (d) of SLM-ed specimens. At figure (d) Nb concentration values are in wt. % measured on the surface in local areas which are marked with white points

Размер и форма зерен несколько менялась в зависимости от местоположения участка и условий теплоотвода при кристаллизации. Данное строение характерно для сплавов титана, полученных с помощью аддитивных технологий [29].

В СЛС-образцах дендритная структура не формировалась. Зерно, растущее в сплаве, при его кристаллизации имеет форму, близкую к равноосной в том случае, когда интенсивность зародышеобразования преобладает над ростом дендритных ветвей. Этому способствуют высокие скорости охлаждения расплава. На основе измерения размеров образовавшихся зерен определено, что скорость охлаждения расплава при СЛС составляла около 10^4 °C/с [30].

Из-за малого размера объектов исследования (размер зерен структуры соизмерим с размером анализируемой площади) оценка методом ЭДМА внутрикристаллической ликвиации в зернах СЛС образцов проводилась следующим образом. Элементный анализ был сделан на изломах, в том числе на поверхности открывшихся при разрушении пор (рис. 3, в). На поверхности излома металлического материала определялось интегральное количественное соотношение компонентов сплава, так как анализируемая площадь составляла несколько квадратных микрометров, что соизмеримо с размером целого зерна. Так как поверхность поры образуется из совокупности границ зерен, то на поверхности пор определялось соотношение компонентов сплава, характерное для периферии зерен.

Количественное содержание ниобия на поверхности излома металлического материала в

среднем составляло 39 %. На поверхности пор концентрация Nb снижалась вплоть до 15 % (рис. 3, в). При такой концентрации Nb в сплаве в неравновесных условиях должна сформироваться α'' -фаза, существующая в интервале концентраций от 15 до 36 % [8]. Данное заключение подтвердил РСА. На рентгенограммах исследуемых образцов идентифицировались отражения как от плоскостей β -фазы, так и от α'' -фазы (рис. 2, б). Как и в слитке, полученном электродуговой плавкой, интенсивности пиков основной β -фазы были перераспределены, но не столь значительно, так как эпитаксиальный рост структурных элементов был характерен лишь для части формирующегося материала (рис. 3, а).

На оптическом изображении поверхности образцов после химического травления идентифицировались оба структурных компонента сплава – зерна β - и α'' -фаз (рис. 3, б). Результаты ранее проведенной просвечивающей электронной микроскопии подтвердили, что зерна микронных размеров образует основная β -фаза, а α'' -фаза локализована по границам β -зерен в виде более мелких структурных объектов с размером до 0,7 мкм [25].

Как показали структурные исследования, в продольном сечении образцов после ИПД сформировалась текстура (рис. 4, а), в поперечном сечении – вихревые структуры (рис. 4, б). Подобная структура характерна для материалов, сформированных в стесненных условиях методами ИПД [31, 32]. На металлографических снимках с малым увеличением заметен контраст темных и светлых участков (рис. 4, в).

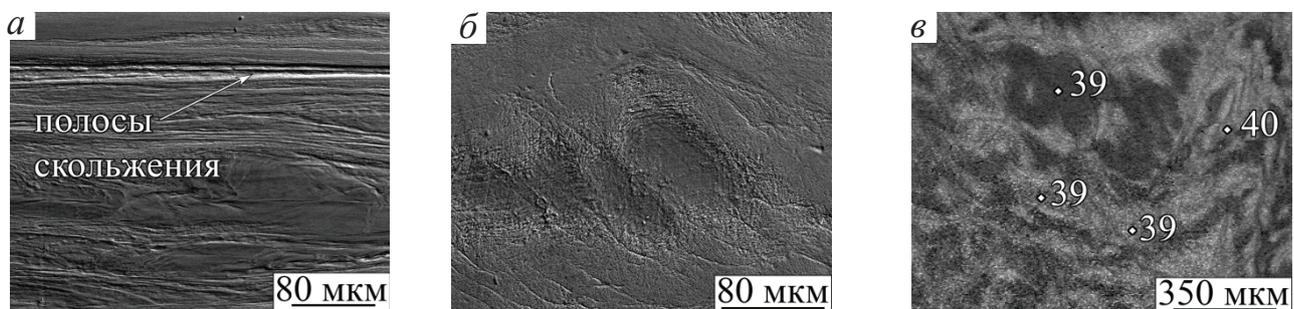


Рис. 4. РЭМ-изображения микроструктуры образцов после ИПД:

а – продольное сечение; б – поперечное сечение; в – результаты ЭДМА. На рисунке (в) указаны значения концентрации Nb в мас. %, измеренные на поверхности в локальных местах, выделенных белыми точками

Fig. 4. SEM-images of specimens' microstructure after SPD:

а – longitudinal section; б – transverse section; в – EDMA-results. At figure (в) Nb concentration values are in wt. % measured on the surface in local areas which are marked with white points

Наличие на поверхности шлифа участков с темным и светлым контрастом обусловлено неравномерным распределением структурных дефектов, возникающих при деформации [32]. Как видно на РЭМ-изображениях с большим увеличением, на поверхности сформировались области со светлым контрастом, состоящие из полос скольжения и значительно удлиненных зерен, а также области с темным контрастом, где в ходе пластической деформации сформировалась ультрамелкозернистая структура, в которой границы зерен не разрешаются в оптическом микроскопе. Данное заключение подтверждают ранее проведенные электронно-микроскопические исследования. Большая часть объема материала соответствует ультрамелкозернистому состоянию. Средний размер элементов структуры составил 0,3 мкм [27].

По данным РСА, после ИПД образцы имели следующий фазовый состав: основная β -фаза с небольшой долей второй фазы, идентифицированной как α -фаза (твердый раствор Nb в Ti с гексагональной плотноупакованной решеткой) (рис. 2, в). В исходном состоянии закалки в роли второй фазы выступала неравновесная α'' -фаза [27]. ИПД привела к обратному $\alpha'' \rightarrow \beta + \alpha$ -превращению [33]. Как видно на дифрактограмме, снятой с поперечного сечения образца после ИПД, плоскостью преимущественной ориентации является (200) – рефлекс на рис. 2, в, расположенный в области $2\theta \approx 66^\circ$. Такая форма профиля обусловлена особенностью последнего этапа деформации прокаткой. При многократном проходе прутка через ручьевые валки зерна приобретали преимущественную ориентацию и вытягивались вдоль направления прокатки.

По данным ЭДМА, внутрикристаллическая ликвация, сохраняющаяся в сплаве после закалки, устранялась в процессе ИПД. Разброс значений концентрации второго компонента сплава снижался с 6 % в слитке до 2 % после ИПД (рис. 4, в).

Анализ физико-механических свойств сплава в разном состоянии показал, что после электродуговой плавки по всему объему слитка среднее значение модуля упругости было равно 87 ГПа. Среднее значение нанотвердости составляло 3200 МПа. Наноиндентирование проводилось как в дендритах, так и в междендритном пространстве, но определить каким-либо образом

наличие ликвации по значениям физико-механических свойств не удалось. Можно предположить, что при однофазном строении исследуемого сплава ликвация не задает градиента свойств.

У сплава, полученного в условиях СЛС, значение модуля упругости составляло 90 ГПа. Нанотвердость по сравнению со значениями, полученными в слитке, возросла до 5700 МПа. Это обусловлено уменьшением размера структурных элементов сплава и выделением по границам и внутри зерен β -фазы дисперсных включений неравновесной α'' -фазы. Определить влияние ликвации на физико-механические свойства из-за малого размера структурных элементов было невозможно.

В состоянии закалки в слитке все неравновесные структуры имели низкие физико-механические свойства, что характерно для сплавов системы Ti–Nb [34]. Среднее значение модуля упругости составляло 75 ГПа, нанотвердости – 1800 МПа. В ходе ИПД незначительно возрос модуль Юнга с 75 до 79 ГПа. Нанотвердость в сплаве увеличивалась до 3170 МПа. Упрочнение было связано с наклепом, характерным для всех методов пластической деформации.

Опираясь на полученные результаты и ранее выполненные исследования [25, 27], можно описать особенности строения сплава Ti–40 Nb, полученного в условиях кристаллизации после электродуговой плавки слитка и СЛС следующим образом. В обоих случаях процесс кристаллизации проходил по диффузионному механизму с формированием ликвации. При увеличении скорости охлаждения в процессе СЛС менялись условия формирования фазового состава и структуры сплава. В образующихся зернах с разностью концентраций Nb до 25 % наряду с β -фазой формировалась метастабильная α'' -фаза. Дендритная структура, характерная для слитка, в условиях СЛС трансформировалась в зеренную или эпитаксиальную. Несмотря на присутствие в структуре равноосных зерен и столбчатых кристаллитов, интервал разброса размеров зерен в поперечном сечении был невелик: 2...5 мкм. За счет измельчения структурных составляющих и выделений второй фазы нанотвердость сплава, полученного СЛС, возросла почти в два раза с сохранением значения модуля упругости, характерного для слитка, полученного дуговой плавкой.

Отметим, что результаты оценки модуля упругости методом невосстановленного отпечатка при наноиндентировании, примененным в работе, давали значения несколько выше, чем при оценке стандартными методами [35]. Поэтому можно говорить лишь о сравнительном анализе данной характеристики в сплаве, полученном разными методами.

При обработке сплава ИПД внутрикristаллическая ликвация устранялась. Пластическая деформация приводила к формированию в сплаве равновесных фаз в процессе обратного $\alpha'' \rightarrow \beta + \alpha$ -превращения, а также ультрамелкозернистой структуры. Так как структурные превращения в исследуемом сплаве происходили одновременно с фазовыми превращениями, это способствовало дополнительному измельчению структуры. Упрочнение сплава, обусловленное ИПД, было значительно меньше, чем сплава, полученного в условиях высокоскоростного охлаждения при кристаллизации, также меньше и значение модуля упругости.

Сравнительный анализ структурно-фазового состояния сплава, полученного СЛС и ИПД, предполагает больший эффект упрочнения во втором случае. Это обусловлено наличием ультрамелкозернистой структуры, высокой плотности дислокационных ансамблей и большого числа мелкодисперсных частиц, что в совокупности должно в значительно большей степени приводить к упрочнению исследуемого сплава. Можно предположить, что большие значения нанотвердости образцов, полученных СЛС, обусловлены высокими внутренними напряжениями, формирующимися в сплаве в данных условиях получения. Это отчасти подтверждается тем, что наряду с большими значениями нанотвердости сплав имеет и большее значение модуля упругости на который, как известно, изменения в структуре влияют в последнюю очередь [36].

Наличие высоких внутренних напряжений в изделиях, полученных СЛС, является общим недостатком всех методов обработки металлов концентрированными потоками энергии и может быть решено с помощью последующей термической обработки, с помощью которой можно устранить в некоторой степени и сформировавшуюся внутрикristаллическую ликвацию.

Выводы

1. В процессе селективного лазерного сплавления сплава Ti–40 Nb в его зеренной структуре формируется внутрикristаллическая ликвация в значительно бóльшей степени, чем при кристаллизации слитка, что обусловлено неравновесными условиями охлаждения расплава. В данных условиях наряду с β -фазой, в сплаве формируется метастабильная α'' -фаза.

2. Малый размер элементов структуры сплава, полученного СЛС, нивелирует возможную неоднородность физико-механических свойств при ликвации. Высокая микротвердость сплава обусловлена формированием внутренних напряжений, для снятия которых требуется термическая обработка.

3. Интенсивная пластическая деформация сплава, включающая в себя прессование в симметричный канал, многоосевую ковку и многоходовую прокатку в ручьевых валках с последующим отжигом при 350 °С, приводит к устранению внутрикristаллической ликвации слитка, обратному $\alpha'' \rightarrow \beta + \alpha$ -превращению и формированию ультрамелкозернистой структуры с оптимальным комплексом физико-механических свойств, необходимых для производства имплантатов.

Список литературы

1. Microstructure and mechanical behavior of metal injection molded Ti-Nb binary alloy as biomedical material / D. Zhao, K. Chang, T. Ebel, H. Nie, R. Willumeit, F. Pyczak // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2013. – Vol. 28. – P. 71–182. – DOI: 10.1016/j.jmbbm.2013.08.013.
2. Niinomi M., Nakai M., Hieda J. Development of new metallic alloys for biomedical applications // *Acta Biomaterialia*. – 2012. – Vol. 8, iss. 11. – P. 3888–3903. – DOI: 10.1016/j.actbio.2012.06.037.
3. Microstructure and dry wear properties of Ti-Nb alloys for dental prostheses / L. Xu, S.L. Xiao, J. Tian, Y. Chen, Y. Huang // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. – 2009. – Vol. 19, iss. 3. – P. 639–644. – DOI: 10.1016/S1003-6326(10)60124-0.
4. Structure and properties of micro-arc calcium phosphate coatings on pure titanium and Ti-40Nb alloy / Yu. Sharkeev, E. Komarova, M. Sedelnikova, Z. Sun, Q. Zhu, J. Zhang, T. Tolkacheva, P. Uvarkin // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. – 2017. – Vol. 27, iss. 1. – P. 125–133. – DOI: 10.1016/S1003-6326(17)60014-1.

5. Electrochemical corrosion behavior of a Ti-35Nb alloy for medical prostheses / A. Cremasco, W.R. Osório, C.M.A. Freire, A. Garcia, R. Caram // *Electrochimica Acta*. – 2008. – Vol. 53, iss. 14. – P. 4867–4874. – DOI: 10.1016/j.electacta.2008.02.011.
6. Beta Ti alloys with low Young's modulus / T. Ozaki, H. Matsumoto, S. Watanabe, S. Hanada // *Materials Transactions*. – 2004. – Vol. 45, iss. 8. – P. 2776–2779. – DOI: 10.2320/matertrans.45.2776.
7. Biomedical titanium alloys with Young's moduli close to that of cortical bone / M. Niinomi, Y. Liu, M. Nakai, H. Liu, H. Li // *Regenerative Biomaterials*. – 2016. – Vol. 3, iss. 3. – P. 173–185. – DOI: 10.1093/rb/rbw016.
8. *Moffat D.L., Kattner U.R.* The stable and metastable Ti-Nb phase diagrams // *Metallurgical Transactions A*. – 1988. – Vol. 19, iss. 10. – P. 2389–2397. – DOI: 10.1007/BF02645466.
9. Плавка и литье титановых сплавов / А.Л. Андреев, Н.Ф. Аношкин, Г.А. Бочвар и др. – М.: Металлургия, 1994. – 368 с. – (Титановые сплавы).
10. *Губкин И.Н.* Заметки о технологии выплавки и переработки Nb-Ti слитков в прутки. – М.: ВНИИНМ, 2006. – 115 с.
11. Enhancement of mechanical properties of biocompatible Ti-45Nb alloy by hydrostatic extrusion / K. Ozaltin, W. Chrominski, M. Kulczyk, A. Panigrahi, J. Horvath, M. Zehetbauer, M. Lewandowska // *Journal of Materials Science*. – 2014. – Vol. 49, iss. 20. – P. 6930–6936. – DOI: 10.1007/s10853-014-8397-7.
12. Mechanical properties, structural and texture evolution of biocompatible Ti-45Nb alloy processed by severe plastic deformation / A. Panigrahi, B. Sulkowskia, T. Waitza, K. Ozaltin, W. Chrominski, A. Pukenas, J. Horvath, M. Lewandowska, W. Skrotzki, M. Zehetbauer // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2016. – Vol. 62. – P. 93–105. – DOI: 10.1016/j.jmbbm.2016.04.042.
13. Influence of testing orientation on mechanical properties of Ti45Nb deformed by high pressure torsion / B. Völker, N. Jäger, M. Calin, M. Zehetbauer, J. Eckert, A. Hohenwarter // *Materials and Design*. – 2017. – Vol. 114. – P. 40–46. – DOI: 10.1016/j.matdes.2016.10.035.
14. Phase transformations and mechanical properties of biocompatible Ti-16.1Nb processed by severe plastic deformation / A. Panigrahi, M. Bönisch, T. Waitz, E. Schafner, M. Calin, J. Eckert, W. Skrotzki, M. Zehetbauer // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – Vol. 628. – P. 434–441. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.12.159.
15. Severe plastic deformation of Ti74Nb26 shape memory alloys / J. Ma, I. Karaman, B. Kockar, H.J. Maier, Y.I. Chumlyakov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2011. – Vol. 528, iss. 25–26. – P. 7628–7635. – DOI: 10.1016/j.msea.2011.06.051.
16. Texture evolution in a Ti-Ta-Nb alloy processed by severe plastic deformation / V.D. Cojocaru, D. Raducanu, T. Gloriant, I. Cinca // *JOM*. – 2012. – Vol. 64, iss. 5. – P. 572–581. – DOI: 10.1007/s11837-012-0312-6.
17. New developments of Ti-based alloys for biomedical applications / Y. Li, C. Yang, H. Zhao, S. Qu, X. Li, Y. Li // *Materials*. – 2014. – vol. 7, iss. 3. – p. 1709–1800. – DOI: 10.3390/ma7031709.
18. *Shahali H., Jaggessar A., Yarlagadda P. Kdv.* Recent advances in manufacturing and surface modification of titanium orthopaedic applications // *Procedia Engineering*. – 2017. – Vol. 174. – P. 1067–1076. – DOI: 10.1016/j.proeng.2017.01.259.
19. Production of porous β -type Ti-40Nb alloy for biomedical applications: comparison of selective laser melting and hot pressing / K. Zhuravleva, M. Bönisch, K.G. Prashanth, U. Hempel, A. Helth, T. Gemming, M. Calin, S. Scudino, L. Schultz, J. Eckert, A. Gebert // *Materials*. – 2013. – Vol. 6, iss. 12. – P. 5700–5712. – DOI: 10.3390/ma6125700.
20. Selective laser melting of Ti-45Nb alloy / H. Schwab, K.G. Prashanth, L. Lober, U. Kuhn, J. Eckert // *Materials*. – 2015. – Vol. 5, iss. 2. – P. 686–694. – DOI: 10.3390/met5020686.
21. Numerical study of mechanical properties of nanoparticles of β -type Ti-Nb alloy under conditions identical to laser sintering. Multilevel approach / A.Yu. Nikonov, A.M. Zharmukhambetova, A.V. Ponomareva, A.I. Dmitriev // *Physical Meso-mechanics*. – 2018. – Vol. 21, N 1. – P. 43–51.
22. Rationally designed meta-implants: a combination of auxetic and conventional meta-biomaterials / H.M.A. Kolken, Sh. Janbaz, S.M.A. Leeflang, K. Lietaert, H.H. Weinans, A.A. Zadpoor // *Materials Horizons*. – 2018. – Vol. 5, iss. 1. – P. 28–35. – DOI: 10.1039/c7mh00699c.
23. The biomimetic design and 3D printing of customized mechanical properties porous Ti6Al4V scaffold for load-bearing bone reconstruction / B. Zhang, X. Pei, C. Zhou, Y. Fan, Q. Jiang, A. Ronca, U. D'Amora, Y. Chen, H. Li, Y. Sun, X. Zhang // *Materials and Design*. – 2018. – Vol. 152. – P. 30–39. – DOI: 10.1016/j.matdes.2018.04.065.
24. Evaluation of physical and mechanical properties of structural components of Ti-Nb alloy / Zh.G. Kovalevskaya, M.A. Khimich, A.V. Belyakov, I.A. Shulepov // *Advanced Materials Research*. – 2014. – Vol. 1040. – P. 39–42. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1040.39.
25. Structural and phase state of Ti-Nb alloy at selective laser melting of the composite powder /

Yu.P. Sharkeev, A.Yu. Eroshenko, Zh.G. Kovalevskaya, A.A. Saprykin, E.A. Ibragimov, I.A. Glukhov, M.A. Khimich, P.V. Uvarin, E.V. Babakova // *Russian Physics Journal*. – 2016. – Vol. 59, iss. 3. – P. 430–434. – DOI: 10.1007/s11182-016-0790-z.

26. Исследование строения и фазового состава порошков Ti и Nb после механической активации / Ю.П. Шаркеев, Ж.Г. Ковалевская, М.А. Химич, Е.А. Ибрагимов, А.А. Сапрыкин, В.И. Яковлев, В.А. Батаев // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2016. – № 1 (70). – С. 42–51. – DOI: 10.17212/1994-6309-2016-1-42-51.

27. Microstructure and mechanical properties of Ti40Nb alloy after severe plastic deformation / Yu.P. Sharkeev, A.Yu. Eroshenko, I.A. Glukhov, Q. Zhu, A.I. Tolmachev // *AIP Conference Proceedings*. – 2014. – Vol. 1623, iss. 1. – P. 567–570. – DOI: 10.1063/1.4899008.

28. Strength and ductility-related properties of ultrafine grained two-phase titanium alloy produced by warm multiaxial forging / S. Zherebtsova, E. Kudryavtseva, S. Kostjuchenko, S. Malyshev, G. Salishcheva // *Materials Science and Engineering A*. – 2012. – Vol. 536. – P. 190–196. – DOI: 10.1016/j.msea.2011.12.102.

29. Особенности структурно-фазового состояния сплава Ti-6Al-4V при формировании изделий с использованием электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии / Н.Л. Савченко, А.В. Воронцов, В.Р. Утяганова, А.А. Елисеев, В.Е. Рубцов, Е.А. Колубаев // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2018. – Т. 20, № 4. – С. 60–71. – DOI: 10.17212/1994-6309-2018-20.4-60-71.

30. *Cantor B.* Rapidly quenched metals III. – Brighton: Metals Society, 1978. – 470 p.

31. Anisotropy of mechanical properties in high-strength ultra-fine-grained pure Ti processed via a complex severe plastic deformation route / I. Sabirov, M.T. Perez-Prado, J.M. Molina-Aldareguia, I.P. Semenova, G.Kh. Salimgareeva, R.Z. Valiev // *Scripta Materialia*. – 2011. – Vol. 64, iss. 1. – P. 69–72. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.006.

32. *Meredith C.S., Khan A.S.* Texture evolution and anisotropy in the thermo-mechanical response of UFG Ti processed via equal channel angular pressing // *International Journal of Plasticity*. – 2012. – Vol. 30. – P. 202–217. – DOI: 10.1016/j.ijplas.2011.10.006.

33. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys / Y. Kim, Y. Ikehara, J.I. Kim, H. Yosoda, S. Miyazaki // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol. 54, iss. 9. – P. 2419–2429. – DOI: 10.1016/j.actamat.2006.01.019.

34. Influence of cooling rate on microstructure of Ti-Nb alloy for orthopedic implants / C.R.M. Afonso, G.T. Aleixo, A.J. Ramirez, R. Caram // *Materials Science and Engineering: C*. – 2007. – Vol. 27, iss. 4. – P. 908–913. – DOI: 10.1016/j.msec.2006.11.001.

35. Effects of thermomechanical history and environment on the fatigue behavior of (β)-Ti-Nb implant alloys / A. Reck, S. Pilz, U. Thormann, V. Alt, A. Gebert, M. Calin, C. Heiss, M. Zimmermann // *MATEC Web of Conferences*. – 2018. – Vol. 165. – P. 06001. – DOI: 10.1051/mateconf/201816506001.

36. *Brandon D., Kaplan W.D.* Microstructural characterization of materials. – New York: John Wiley and Sons, 2013. – 552 p.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2019 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



Obrabotka metallov - Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Structure of Ti-40Nb Alloy Formed with High-Energy Methods

Zhanna Kovalevskaya^{1, 2, a}, Yurii Sharkeev^{1, 2, b}, Margarita Khimich^{1, 3, c, *},
 Anna Eroshenko^{1, d}, Pavel Uvarkin^{1, e}

¹ Institute of Strength Physics and Materials Sciences SB RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

² National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

³ National Research Tomsk State University, 36 Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

^a <http://orcid.org/0000-0003-3040-8851>, zhanna_kovalevskaya@mail.ru, ^b <http://orcid.org/0000-0001-5037-245X>, sharkeev@ispms.tsc.ru,

^c <http://orcid.org/0000-0001-5859-7418>, khimich@ispms.tsc.ru, ^d <http://orcid.org/0000-0001-8812-9287>, eroshenko@ispms.tsc.ru,

^e <http://orcid.org/0000-0003-1169-3765>, uvarkin@ispms.tsc.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 5 March 2019

Revised: 18 March 2019

Accepted: 11 April 2019

Available online: 15 June 2019

Keywords:

Ti-40Nb alloy

Arc melting

Selective laser melting

Severe plastic deformation

Microstructure

β -phase

α'' -phase

Segregation

Implants

Funding:

This work was performed under the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23.2.2.

Acknowledgements:

Authors are grateful to Q. Zhu, A.A. Saprykin, E.A. Ibragimov, E.V. Babakova, I.A. Glukhov, I.A. Shulepov for their participation and results discussion.

ABSTRACT

Introduction. Ti-40 wt. % Nb (Ti-40 Nb) is a non-conventional material for medical applications as it has low modulus of elasticity (50-60 GPa) which is of great importance for the mechanical compatibility of an implant with bone tissue. The progressive methods productions of finished items on Ti-40Nb alloy are severe plastic deformation (SPD) and selective laser melting (SLM). These methods have different nature and influence on phase composition, structure and properties of finished item. Due to this fact rigorous structural researches are required. **Aim of present study** is evaluation of structural characteristics of Ti-40 Nb alloy produced in conditions of high-energy influence via SPD and SLM methods, taking into account heterogeneity of elemental composition, which is caused by the structure formation conditions. **Object of research.** Alloy ingots were produced via electro-arc melting. SPD of quenched ingots was carried out via combined method including subsequent operations of pressing to symmetric channel, multiaxial forging and rolling. SLM of mechanically alloyed powder was carried out with VARISKAF-100MVS installation. **Research methods.** Specimens' structure was studied with the methods of optical and scanning electron microscopy, energy-dispersive microanalysis, X-ray diffraction analysis. Elastic modulus and nanohardness were estimated via unrestored print method. **Results.** It is shown that in the process of ingot's crystallization dendritic structure, consisting of β -phase with intracrystalline segregation and Nb concentration's difference up to 6 wt. %, is formed. After ingot's quenching α'' -phase's martensite structure is formed in Nb-depleted zones. Ingot's SPD leads to the elimination of segregation, to the reverse $\alpha'' \rightarrow \beta + \alpha$ transformation and to the formation of ultrafinegrained structure with the optimal complex of physical mechanical properties required for the implants production. SLM forms structure, consisting of β -phase grains of micron size with interlays of nonequilibrium α'' -phase throughout the grains' boundaries. It is proposed to remove the formed in the alloy intracrystalline segregation with the difference of Nb concentrations up to 27 wt. % via subsequent thermal treatment. **Conclusion.** Two considered high-energy methods of medical implants production, which are SPD and SLM, have significant influence on the structure of Ti-40 Nb alloy. Character of the influence is defined with the method by itself and with the formed heterogeneity of elemental composition.

For citation: Kovalevskaya Zh.G., Sharkeev Yu.P., Khimich M.A., Eroshenko A.Yu., Uvarkin P.V. Structure of Ti-40Nb alloy formed with high-energy methods. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2019, vol. 21, no. 2, pp. 124–135. DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.2-124-135. (In Russian).

* Corresponding author

Khimich Margarita A., Junior Researcher, PhD Student
 Institute of Strength Physics and Materials Sciences SB RAS,
 National Research Tomsk State University,
 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation
 Tel.: +7-952-884-04-25, e-mail: khimich@ispms.tsc.ru

References

1. Zhao D., Chang K., Ebel T., Nie H., Willumeit R., Pyczak F. Microstructure and mechanical behavior of metal injection molded Ti-Nb binary alloy as biomedical material. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2013, vol. 28, pp. 171–182. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2013.08.013.
2. Niinomi M., Nakai M., Hieda J. Development of new metallic alloys for biomedical applications. *Acta Biomaterialia*, 2012, vol. 8, iss. 11, pp. 3888–3903. DOI: 10.1016/j.actbio.2012.06.037.
3. Xu L., Xiao S.L., Tian J., Chen Y., Huang Y. Microstructure and dry wear properties of Ti-Nb alloys for dental prostheses. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2009, vol. 19, iss. 3, pp. 639–644. DOI: 10.1016/S1003-6326(10)60124-0.
4. Sharkeev Yu., Komarova E., Sedelnikova M., Sun Z., Zhu Q., Zhang J., Tolkacheva T., Uvarkin P. Structure and properties of micro-arc calcium phosphate coatings on pure titanium and Ti-40Nb alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2017, vol. 27, iss. 1, pp. 125–133. DOI: 10.1016/S1003-6326(17)60014-1.
5. Cremasco A., Osório W.R., Freire C.M.A., Garcia A., Caram R. Electrochemical corrosion behavior of a Ti-35Nb alloy for medical prostheses. *Electrochimica Acta*, 2008, vol. 53, iss. 14, pp. 4867–4874. DOI: 10.1016/j.electacta.2008.02.011.
6. Ozaki T., Matsumoto H., Watanabe S., Hanada S. Beta Ti alloys with low Young's modulus. *Materials Transactions*, 2004, vol. 45, iss. 8, pp. 2776–2779. DOI: 10.2320/matertrans.45.2776.
7. Niinomi M., Liu Y., Nakai M., Liu H., Li H. Biomedical titanium alloys with Young's moduli close to that of cortical bone. *Regenerative Biomaterials*, 2016, vol. 3, iss. 3, pp. 173–185. DOI: 10.1093/rb/rbw016.
8. Moffat D.L., Kattner U.R. The stable and metastable Ti-Nb phase diagrams. *Metallurgical Transactions A*, 1988, vol. 19, iss. 10, pp. 2389–2397. DOI: 10.1007/BF02645466.
9. Andreev A.L., Anoshkin N.F., Bochvar G.A., et al. *Plavka i lit'e titanovykh splavov. Titanovye splavy* [Melting of titanium alloys. Titanium alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1994. 368 p.
10. Gubkin I.N. *Zametki o tekhnologii vyplavki i pererabotki Nb-Ti slitkov v prutki* [Notes about technology of melting and processing of Nb-Ti ingots into rods]. Moscow, VNIINM Publ., 2006. 115 p.
11. Ozaltin K., Chrominski W., Kulczyk M., Panigrahi A., Horky J., Zehetbauer M., Lewandowska M. Enhancement of mechanical properties of biocompatible Ti-45Nb alloy by hydrostatic extrusion. *Journal of Materials Science*, 2014, vol. 49, iss. 20, pp. 6930–6936. DOI: 10.1007/s10853-014-8397-7.
12. Panigrahi A., Sulkowskia B., Waitza T., Ozaltinc K., Chrominski W., Pukenasd A., Horkya J., Lewandowskac M., Skrotzkid W., Zehetbauera M. Mechanical properties, structural and texture evolution of biocompatible Ti-45Nb alloy processed by severe plastic deformation. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2016, vol. 62, pp. 93–105. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2016.04.042.
13. Völker B., Jäger N., Calin M., Zehetbauer M., Eckert J., Hohenwarter A. Influence of testing orientation on mechanical properties of Ti45Nb deformed by high pressure torsion. *Materials and Design*, 2017, vol. 114, pp. 40–46. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.10.035.
14. Panigrahi A., Bönisch M., Waitz T., Schafner E., Calin M., Eckert J., Skrotzki W., Zehetbauer M. Phase transformations and mechanical properties of biocompatible Ti-16.1Nb processed by severe plastic deformation. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, vol. 628, pp. 434–441. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.12.159
15. Ma J., Karaman I., Kockar B., Maier H.J., Chumlyakov Y.I. Severe plastic deformation of Ti74Nb26 shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, iss. 25–26, pp. 7628–7635. DOI: 10.1016/j.msea.2011.06.051.
16. Cojocaru V.D., Raducanu D., Gloriant T., Cinca I. Texture evolution in a Ti-Ta-Nb alloy processed by severe plastic deformation. *JOM*, 2012, vol. 64, iss. 5, pp. 572–581. DOI: 10.1007/s11837-012-0312-6.
17. Li Y., Yang C., Zhao H., Qu S., Li X., Li Y. New Developments of Ti-based alloys for biomedical applications. *Materials*, 2014, vol. 7, iss. 3, pp. 1709–1800. DOI: 10.3390/ma7031709.
18. Shahali H., Jaggessar A., Yarlagadda P. Kdv. Recent advances in manufacturing and surface modification of titanium orthopaedic applications. *Procedia Engineering*, 2017, vol. 174, pp. 1067–1076. DOI: 10.1016/j.pro-eng.2017.01.259.
19. Zhuravleva K., Bönisch M., Prashanth K.G., Hempel U., Helth A., Gemming T., Calin M., Scudino S., Schultz L., Eckert J., Gebert A. Production of porous β -type Ti-40Nb alloy for biomedical applications: comparison of selective laser melting and hot pressing. *Materials*, 2013, vol. 6, iss. 12, pp. 5700–5712. DOI: 10.3390/ma6125700.
20. Schwab H., Prashanth K.G., Lober L., Kuhn U., Eckert J. Selective laser melting of Ti-45Nb alloy. *Materials*, 2015, vol. 5, iss. 2, pp. 686–694. DOI: 10.3390/met5020686.



21. Nikonov A.Yu., Zharmukhambetova A.M., Ponomareva A.V., Dmitriev A.I. Numerical study of mechanical properties of nanoparticles of β -type Ti-Nb alloy under conditions identical to laser sintering. Multilevel approach. *Physical Mesomechanics*, 2018, vol. 21, no. 1, pp. 43–51.
22. Kolken H.M.A., Janbaz Sh., Leeftang S.M.A., Lietaert K., Weinans H.H., Zadpoor A.A. Rationally designed meta-implants: a combination of auxetic and conventional meta-biomaterials. *Materials Horizons*, 2018, vol. 5, iss. 1, pp. 28–35. DOI: 10.1039/c7mh00699c.
23. Zhang B., Pei X., Zhou C., Fan Y., Jiang Q., Ronca A., D'Amora U., Chen Y., Li H., Sun Y., Zhang X. The biomimetic design and 3D printing of customized mechanical properties porous Ti6Al4V scaffold for load-bearing bone reconstruction. *Materials and Design*, 2018, vol. 152, pp. 30–39. DOI: 10.1016/j.matdes.2018.04.065.
24. Kovalevskaya Zh.G., Khimich M.A., Belyakov A.V., Shulepov I.A. Evaluation of physical and mechanical properties of structural components of Ti-Nb alloy. *Advanced Materials Research*, 2014, vol. 1040, pp. 39–42. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1040.39.
25. Sharkeev Yu.P., Eroshenko A.Yu., Kovalevskaya Zh.G., Saprykin A.A., Ibragimov E.A., Glukhov I.A., Khimich M.A., Uvarkin P.V., Babakova E.V. Structural and phase state of Ti-Nb alloy at selective laser melting of the composite powder. *Russian Physics Journal*, 2016, vol. 59, iss. 3, pp. 430–434. DOI: 10.1007/s11182-016-0790-z.
26. Sharkeev Yu.P., Kovalevskaya Zh.G., Khimich M.A., Ibragimov E.A., Saprykin A.A., Yakovlev V.I., Baetaev V.A. Investigation of the structure and phase composition of Ti and Nb powders after mechanical activation. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2016, no. 1 (70), pp. 42–51. DOI: 10.17212/1994-6309-2016-1-42-51. (In Russian).
27. Sharkeev Yu.P., Eroshenko A.Yu., Glukhov I.A., Zhu Q., Tolmachev A.I. Microstructure and mechanical properties of Ti40Nb alloy after severe plastic deformation. *AIP Conference Proceedings*, 2014, vol. 1623, iss. 1, pp. 567–570. DOI: 10.1063/1.4899008.
28. Zherebtsova S., Kudryavtseva E., Kostjuchenkova S., Malyshev S., Salishcheva G. Strength and ductility-related properties of ultrafine grained two-phase titanium alloy produced by warm multiaxial forging. *Materials Science and Engineering A*, 2012, vol. 536, pp. 190–196. DOI: 10.1016/j.msea.2011.12.102.
29. Savchenko N.L., Vorontsov A.V., Utyaganova V.R., Eliseev A.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Features of the structural-phase state of the alloy Ti-6Al-4V in the formation of products using wire-feed electron beam additive manufacturing. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2018, vol. 20, no. 4, pp. 60–71. DOI: 10.17212/1994-6309-2018-20.4-60-71. (In Russian).
30. Cantor B. *Rapidly quenched metals III*. Brighton, Metals Society, 1978. 470 p.
31. Sabirov I., Perez-Prado M.T., Molina-Aldareguia J.M., Semenova I.P., Salimgareeva G.Kh., Valiev R.Z. Anisotropy of mechanical properties in high-strength ultra-fine-grained pure Ti processed via a complex severe plastic deformation route. *Scripta Materialia*, 2011, vol. 64, iss. 1, pp. 69–72. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.006.
32. Meredith C.S., Khan A.S. Texture evolution and anisotropy in the thermo-mechanical response of UFG Ti processed via equal channel angular pressing. *International Journal of Plasticity*, 2012, vol. 30, pp. 202–217. DOI: 10.1016/j.ijplas.2011.10.006.
33. Kim Y., Ikehara Y., Kim J.I., Yosoda H., Miyazaaki S. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, iss. 9, pp. 2419–2429. DOI: 10.1016/j.actamat.2006.01.019.
34. Afonso C.R.M., Aleixo G.T., Ramirez A.J., Caram R. Influence of cooling rate on microstructure of Ti-Nb alloy for orthopedic implants. *Materials Science and Engineering: C*, 2007, vol. 27, iss. 4, pp. 908–913. DOI: 10.1016/j.msec.2006.11.001.
35. Reck A., Pilz S., Thormann U., Alt V., Gebert A., Calin M., Heiss C., Zimmermann M. Effects of thermomechanical history and environment on the fatigue behavior of (β)-Ti-Nb implant alloys. *MATEC Web of Conferences*, 2018, vol. 165, p. 06001. DOI: 10.1051/mateconf/201816506001.
36. Brandon D., Kaplan W.D. *Microstructural characterization of materials*. New York, John Wiley and Sons, 2013. 552 p.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.