НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, 2020, том 56, № 9, с. 968–974

УДК 669-154.01546.06546.82

ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ТИТАНА НА СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО СПЕКАНИЯ

© 2020 г. С. Г. Аникеев[1, *], М. И. Кафтаранова[1], В. Н. Ходоренко[1], Н. В. Артюхова[1], А. С. Гарин[1], В. Э. Гюнтер[1]

[1]*Национальный исследовательский томский государственный университет, пр. Ленина, 36, Томск, 634050 Россия*

**e-mail: Anikeev_Sergey@mail.ru*

Поступила в редакцию 28.01.2020 г.
После доработки 12.04.2020 г.
Принята к публикации 21.04.2020 г.

Исследованы структурные особенности пористых материалов на основе никелида титана с добавками титана, полученных методом диффузионного спекания. Установлено, что с ростом содержания добавок титана происходят снижение коэффициента пористости материала и увеличение объемной доли вторичных фаз Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$. Показана возможность использования добавок порошка титана с целью коррекции атомного состава TiNi.

Ключевые слова: TiNi, пористый материал, спекание, порошок, структура

DOI: 10.31857/S0002337X2009002X

ВВЕДЕНИЕ

Пористые сплавы на основе никелида титана (TiNi) успешно используются в различных областях медицины: челюстно-лицевой хирургии [1, 2], травматологии [3], онкологии [4], стоматологии [5]. Оптимальный пористый материал должен соответствовать структуре костных тканей организма человека, пористость которой составляет 30–90% [6]. Для получения такого рода биосовместимых пористых материалов на основе TiNi применяют методы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза и диффузионного спекания [7]. Использование определенного метода для получения биосовместимого пористого материала обусловлено решением конкретной задачи создания материала с высокими конструкционными и оптимальными функциональными свойствами, позволяющими использовать его в имплантационной хирургии. Поскольку методы СВС и спекания характеризуются разными механизмами структурообразования, сформированное пористое пространство и металлическая матрица будут иметь отличительные особенности.

Известно, что метод СВС позволяет получать материалы с высокими конструкционными и прочностными свойствами, однако полученные таким методом материалы характеризуются ярко выраженной неоднородностью внутренней структуры [8]. Спекание гидридно-кальциевого порошка интерметаллида TiNi позволяет снизить высокую степень неоднородности состава пористо-проницаемого сплава на основе никелида титана [9, 10]. Благодаря методу спекания возможно получение малогабаритных имплантатов с минимальными припусками на металлообработку [11, 12] с заданными структурными, физико-механическими характеристиками и особой шероховатой террасовидной морфологией поверхности стенок пор [13].

Однако, как показали исследования, при использовании однокомпонентной порошковой шихты никелида титана происходит обеднение соединения TiNi по Ti. Способствуют этому сегрегация титана на свободные поверхности [14], процессы окисления [14], формирование частиц Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ [13, 15, 16]. Нарушается баланс соотношения титана и никеля в соединении TiNi, которое ответственно за мартенситные превращения в материале на основе никелида титана [14, 17]. Данное обстоятельство приводит к невозможности реализации мартенситных превращений в пористом материале на основе TiNi, что негативно сказывается на его функциональных свойствах. Необходимо разработать методику коррекции атомного состава соединения TiNi для достижения реализации мартенситных превращений в пористых сплавах на основе никелида титана, полученных методом спекания. Одним из возможных

Таблица 1. Характеристики исходных порошков

Марка порошка	Химический состав, ат. %						Фракция, мкм
ПВ–Н55Т45	Ni	Ti	Ca	Fe		C	100–160
	49.9	49.4	0.4	0.1		0.2	
ПТЭМ–1	Ti	N	C	Cl	Fe	Si	0–100 (50%) 160–200 (50%)
	Основа	0.7	1.6	0.7	0.7	0.3	

способов достижения этого является внесение добавок Ti в порошок TiNi.

Совместное спекание порошков TiNi и Ti позволит скомпенсировать обеднение по титану соединения TiNi, что решит проблему создания сплава на основе никелида титана с возможностью реализации в нем мартенситных превращений. Добавки порошка Ti приведут к изменению состояния системы TiNi–Ti.

В связи с этим цель данной работы состоит в исследовании влияния добавок Ti на структурные особенности пористых материалов на основе никелида титана и оценке эффективности используемого подхода с целью коррекции атомного состава соединения TiNi.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для получения пористых образцов TiNi–Ti использованы порошки никелида титана марки ПВ–Н55Т45 и титана марки ПТЭМ–1 с концентрацией 5, 10, 15 ат. % Ti сверх стехиометрии TiNi. Порошок ПВ–Н55Т45 состоит из следующих фаз: TiNi(*B*2) – аустенит, TiNi(*B*19') – мартенсит, Ti_2Ni, $TiNi_3$, Ti_3Ni_4 [18]. Химический состав и гранулометрические параметры порошков представлены в табл. 1. Для первоначального поиска оптимальной концентрации добавки Ti использован широкий интервал ее значений. С одной стороны, это обусловлено существенной степенью обеднения сплава по титану. С другой стороны, в исследуемой системе энтальпия образования фазы Ti_2Ni минимальна, что приводит в первую очередь к ее активному формированию [19].

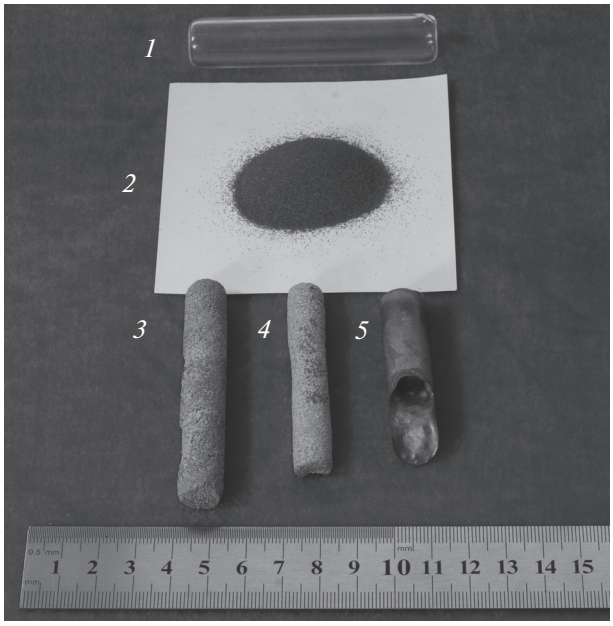

Рис. 1. Общий вид используемых материалов для получения пористых образцов TiNi–Ti: *1* – кварцевые капсулы для спекания, *2* –шихта TiNi + Ti, *3* – пористый образец TiNi–5 ат. % Ti, *4* – пористый образец TiNi–10 ат. % Ti, *5* – пористый образец TiNi–15 ат. % Ti.

Для приготовления шихты использован порошок TiNi с фракцией в интервале 100–160 мкм. Добавки порошка титана имели двойную фракцию в равном долевом отношении: 160–200 мкм и менее 100 мкм. Фракция Ti 160–200 мкм использовалась для получения повышенной пористости, фракция менее 100 мкм – для равномерного распределения Ti в шихте и максимального растворения в расплаве Ti_2Ni–TiNi. Фракционный состав определяли с помощью ситового анализа. Предварительно исходные порошки просушивали в сухожаровом шкафу при температуре 150°C в течение 2 ч. Для расчета навесок использованы аналитические весы I класса точности A&D GH-200. Смешивание проводили в *V*-образном смесителе в течение 8 ч. Порошок засыпали в кварцевые капсулы, которые имели внутренний диаметр 13–14 и длину 65–80 мм (рис. 1). Порошок засыпали через боковое отверстие диаметром 3–4 мм на одном из краев кварцевой капсулы. Начальная пористость насыпки составляла 60–65%.

Однократное спекание проводили в электровакуумной печи СНВЭ–1.31/16–И4 в течение 15 мин при температуре 1255 ± 5°C, которая контролировалась при помощи термопары на основе вольфрам-рениевого сплава. Указанный температурно-временной режим был ранее успешно апробирован в работе [13] при получении пористых образцов без добавок Ti, которые имели оптимальную степень спекания с высоким качеством межчастичных контактов и регулярной пористой структурой. Спекание проводили при дав-

лении 6.65×10^{-4} Па со средней скоростью нагрева 10°C/мин. Полученные пористые образцы с добавкой 5 и 10 ат. % Ti имели диаметр 11–13, длину 65–80 мм, с 15 ат. % Ti получена практически монолитная структура образца TiNi–Ti (рис. 1).

С целью изучения макро- и микроструктуры образцов пористого сплава TiNi готовили металлографические шлифы по стандартной методике. Для выявления структурных особенностей исследуемых образцов поверхность металлографических шлифов обрабатывали в водном растворе азотной и плавиковой кислот (2 части HNO_3, 1 часть HF и 3 части H_2O) при температуре раствора 55–60°C в течение 2–3 с. Структуру металлической матрицы полученных образцов исследовали методами оптической и растровой электронной микроскопии с использованием микроскопов Axiovert–40 MAT и Quanta 200 3D соответственно. Концентрационный состав фаз определяли с помощью энергодисперсионного спектрометра EDAX ECON IV. Рентгенофазовый анализ (**РФА**) проводили на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD 6000 с полупроводниковым детектором на Cu-излучении с использованием баз данных PDF 4+, а также программы полнопрофильного анализа POWDER CELL 2.4.

Выполнено количественное описание поровой структуры. Начальную пористость насыпки и пористость полученных образцов определяли методом взвешивания [7] по формуле

$$\Pi = 1 - \frac{\rho_{пор}}{\rho_{мон}} \times 100\%, \quad (1)$$

где $\rho_{пор}$ – плотность пористого образца или порошковой заготовки, $\rho_{мон}$ – плотность монолитного никелида титана (6.45 г/см^3).

Плотность порошковой насыпки (пористого образца) находили путем деления массы порошка на его объем, занимаемый в кварцевой капсуле. Массу насыпки определяли с помощью весов A&D GH-200 путем вычитания массы кварцевой капсулы из общей массы насыпки с капсулой. Размеры капсулы и пористых образцов определяли с помощью штангенциркуля. Средний размер пор образцов TiNi–Ti определен методом случайных секущих. Гистограммы распределения пор по размерам построены на основе множественных значений размеров пор. Количественный анализ содержания фаз Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ проведен по стереографической методике с использованием программного обеспечения ImageJ.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В процессе изотермической выдержки порошковая система стремится к минимуму свободной поверхностной энергии и химического потенциала [20]. Формально диффузионное спекание порошка никелида титана, полученного методом гидридно-кальциевого восстановления, является однокомпонентным, однако на практике имеет место его фазовая неоднородность [18]. За счет наличия легкоплавкой фазы Ti_2Ni в исходном порошке в процессе спекания образуются первые порции жидкости на ее основе при температурах около 955°C. В результате взаимодействия расплава Ti_2Ni и основной фазы TiNi в спекаемой порошковой системе образуются межчастичные контакты в процессе поверхностной диффузии атомов и локального смачивания. Дальнейшее повышение температуры до 1250–1260°C приводит к образованию дополнительных порций жидкой фазы, которая смачивает и растворяет поверхность частиц порошка TiNi и Ti. Возрастает степень перекристаллизации порошковой системы, и формируются новые поверхности стенок пор на поверхности частиц исходных порошков. В перспективе создания пористых материалов важное значение приобретает объем образуемого в процессе спекания расплава, т.к. его избыточное содержание может нарушать регулярную структуру пористого тела.

Выбранный режим получения пористого сплава на основе никелида титана с добавкой 5, 10, 15 ат. % Ti характеризуется образованием умеренных, повышенных и избыточных порций жидкой фазы соответственно. Получен пористый сплав TiNi–Ti с добавкой 5 и 10 ат. % Ti с качественными межчастичными контактами во всем объеме материала. Однако необходимо отметить, что в сплаве с добавкой 10 ат. % Ti вследствие большого объема расплава, образованного в процессе жидкофазного спекания, наблюдается значительная степень усадки в поперечном направлении. Пористость образцов после спекания для сплавов на основе никелида титана с добавкой 5 ат. % Ti составляет 51%, что является допустимой величиной для создания пористо-проницаемых имплантатов. В сплавах с добавкой 10 ат. % Ti образуется большее количество расплава и как следствие происходит коалесценция мелких пор. В результате наблюдается снижение пористости до 27%. Получение сплава с 15 ат. % Ti с регулярной пористой структурой невозможно в силу образования избыточного объема расплава в процессе спекания. Высокое содержание порошка Ti приводит к получению практически монолитного материала с пористостью 6%.

Существенное изменение пористости можно объяснить тем, что в спекаемой системе TiNi–Ti происходит растворение частиц порошка Ti в жидкой фазе TiNi с образованием фазы Ti_2Ni в раз-

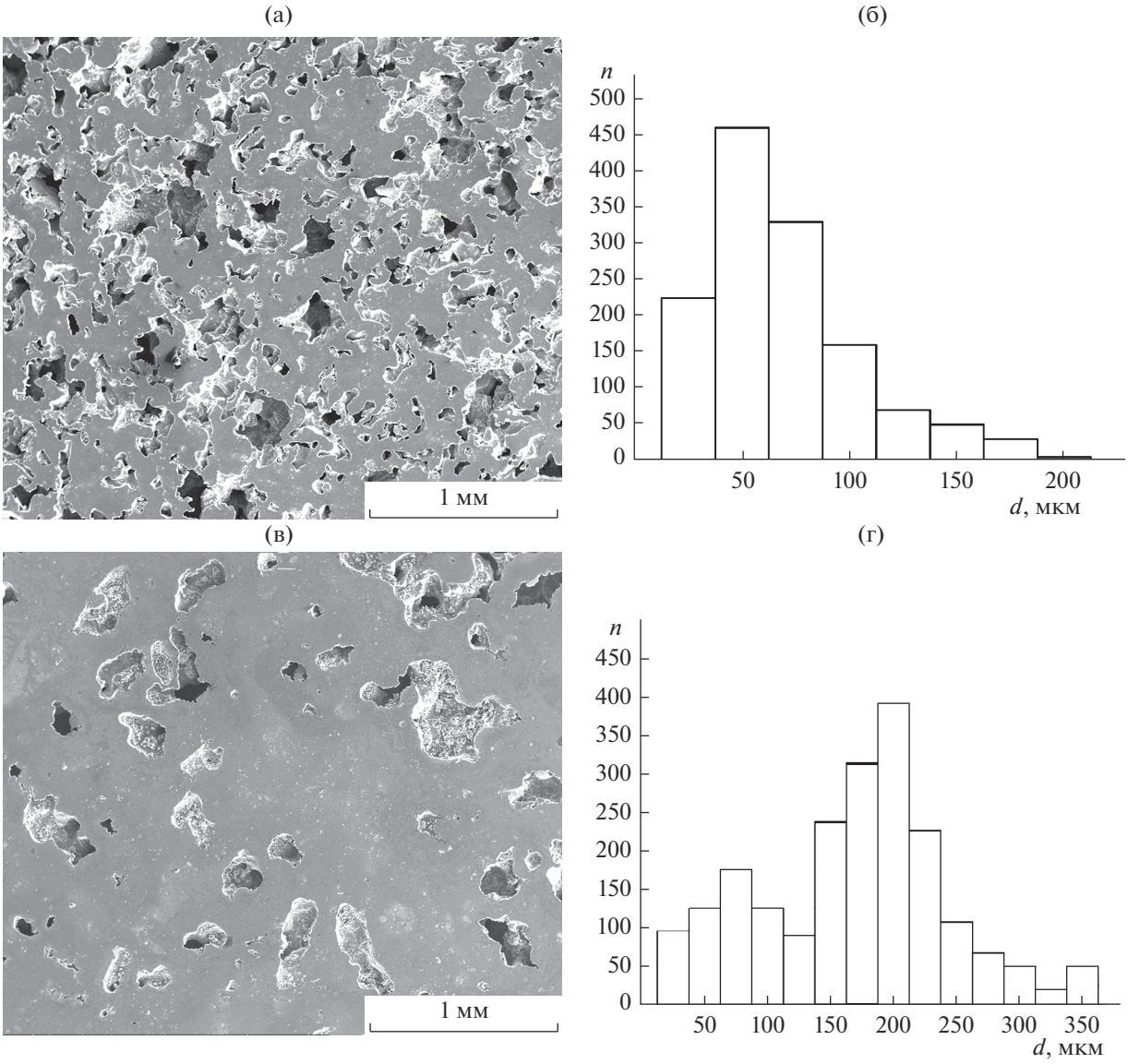

Рис. 2. Макроструктура порового пространства и гистограммы распределения пор по размерам пористых материалов на основе никелида титана с добавкой 5 (а, б) и 10 ат. % Ti (в, г).

личном морфологическом состоянии. С увеличением добавки титана наблюдается увеличение количества фазы Ti_2Ni, которая переходит в расплав, так как температура ее плавления составляет около 955°C. В результате этого происходит значительное увеличение объема расплава, что вызывает снижение коэффициента пористости материала с добавкой 15 ат. % Ti.

Гистограмма распределения пор по размерам для сплавов на основе никелида титана с добавкой 5 ат. % Ti имеет одномодальный вид, что характерно для мелкопористых материалов (рис. 2б). Средний размер пор составляет 70 мкм при интервале размеров пор от 10 до 200 мкм. Увеличение добавки титана до 10 ат. % приводит к коалесценции мелких пор и образованию крупных, что выражается в смещении локальных максимумов распределения размеров пор в область больших значений и расширении общего интервала до 350 мкм при увеличении среднего размера пор до 170 мкм (рис. 2г). В процессе жидкофазного взаимодействия вязкое течение вещества в области межчастичных контактов сопровождается увеличением площади контакта и сближением контактирующих частиц.

Данные РФА пористых сплавов на основе никелида титана показывают, что в сплаве присутствуют аустенитная фаза TiNi(*B*2), мартенситная TiNi(*B*19'), а также вторичные фазы Ti_2Ni, Ti_3Ni_4 и следы $TiNi_3$. Определить объемное содержание

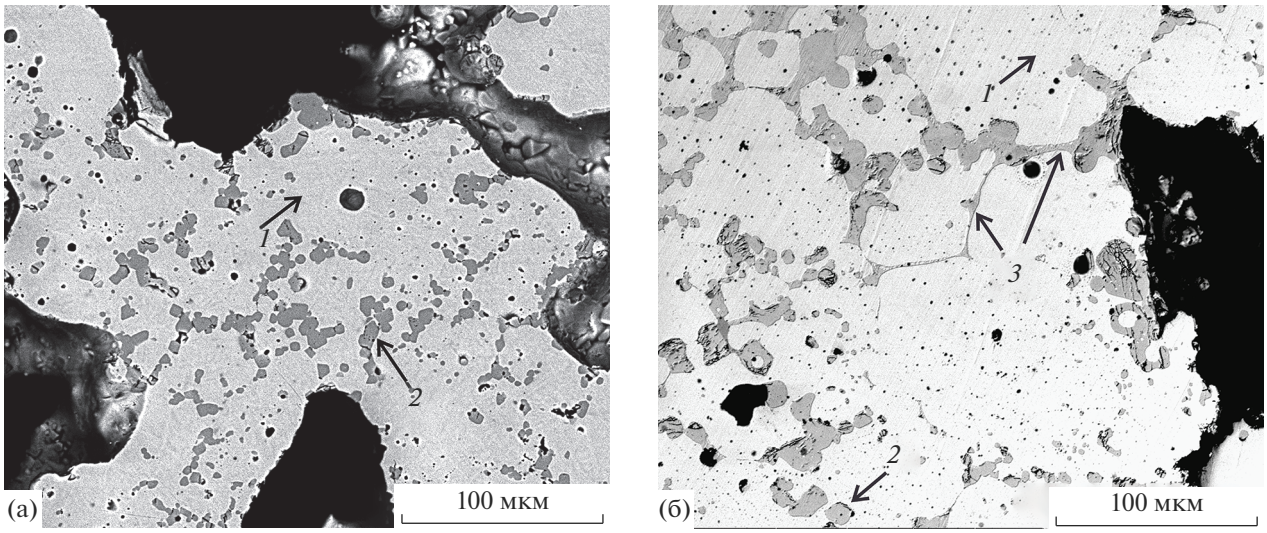

Рис. 3. Микроструктура пористых материалов на основе никелида титана с добавкой 5 (а) и 10 ат. % Ti (б): *1* – фаза TiNi, *2* – отдельные фазы Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$, *3* – прослойки фазы Ti_2Ni.

обнаруженных фаз не представлялось возможным в силу неоднородной макроструктуры пористого сплава TiNi, однако для фаз Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ это можно сделать с использованием стереографических методик. Необходимость этого основана на существенном влиянии фаз, обогащенных по титану, на свойства получаемого материала TiNi. Их объемное содержание для сплавов TiNi с 5 ат. % Ti составило 12.7%, для сплава с 10 ат. % Ti – 25.3%. Как видно из соотношения, с двукратным увеличением добавок титана двукратно возрастает доля частиц, обогащенных по титану. Температуры спекания пористого материала лежат в интервале, способствующем образованию Ti_2Ni в результате жидкофазного взаимодействия расплава TiNi и частиц Ti согласно уравнению $TiNi + Ti \rightarrow Ti_2Ni$.

С увеличением содержания добавки Ti фаза Ti_2Ni приобретает отличительные морфологические признаки. В сплавах с 5 ат. % Ti фаза Ti_2Ni имеет вид отдельных выделений круглой, пирамидальной и прямоугольной форм или их совокупности (рис. 3а). Химический состав частиц – 66.13 ат. % Ti и 33.87 ат. % Ni. Наблюдаемые частицы наследуют форму исходных порошков TiNi компактной и губчатой морфологии и видоизменяются под действием добавок Ti. Примеси внедрения на основе кислорода, углерода, азота, которые всегда присутствуют в порошке никелида титана, активно вступают в процессы взаимодействия при высоких температурах, и на основе частиц Ti_2Ni образуются крупные частицы оксикарбонитридов $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ различной формы и размеров. Преимущественное их расположение – по границам зерен и пор, реже встречаются в теле зерна (рис. 3). С повышением добавки Ti до 10 ат. % увеличивается количество расплава Ti_2Ni, который вовлекает отдельные крупные и мелкие частицы, обогащенные по титану. Вокруг отдельных зерен происходит образование прослоек фазы Ti_2Ni с составом 65.89 ат. % Ti и 34.11 ат. % Ni (рис. 3б, фаза *3*). Наряду с этим наблюдаются отдельные частицы фазы Ti_2Ni (рис. 3б, фаза *2*). Процесс образования прослоек на основе фазы Ti_2Ni находится на начальном этапе, так как, согласно работам [21–23], дальнейшее повышение содержания Ti приводит к формированию дендритной структуры Ti_2Ni–TiNi.

На основе данных микрорентгеноспектрального анализа пористых сплавов с добавками 5, 10 ат. % Ti и без добавок был установлен состав матричной фазы TiNi (табл. 2). Состав TiNi определен с участков, свободных от частиц вторичных фаз.

Использование различных концентраций добавок Ti позволяет регулировать состав TiNi. При 5 ат. % Ti химический состав TiNi – 49.14 ± ± 0.24 ат. % Ti, в случае 10 ат. % Ti количество ти-

Таблица 2. Данные микрорентгеноспектрального анализа пористых сплавов на основе никелида титана с добавками титана

Сплав	Состав, ат. %	
	Ti	Ni
TiNi без добавок	46.51 ± 0.21	53.49 ± 0.21
TiNi + 5 ат. % Ti	49.14 ± 0.24	50.86 ± 0.24
TiNi + 10 ат. % Ti	49.73 ± 0.17	50.27 ± 0.17

тана в фазе TiNi незначительно возрастает – до 49.73 ± 0.17 ат. %. Отмеченная особенность может быть объяснена тем, что в сплаве с 10 ат. % Ti большое количество титана расходуется на формирование прослоек на основе фаз Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$, так как они имеют минимальную энтальпию образования в исследуемой системе Ti–Ni.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано влияние различных концентраций добавок Ti на макро- и микроструктурные особенности пористых сплавов на основе никелида титана. Увеличение концентрации добавок Ti ведет к уменьшению коэффициента пористости, увеличению интервала размеров пор и среднего размера пор. Показано, что добавки титана свыше 10 ат. % приводят к формированию практически монолитной структуры за счет избыточного образования расплава во время спекания. С изменением концентрации добавки титана обнаружены морфологические изменения фазы Ti_2Ni. При добавке 10 ат. % Ti, кроме отдельных частиц на основе Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$, образовались прослойки фазы Ti_2Ni по границам зерен и пор.

Использование добавок Ti позволило решить задачу коррекции атомного состава соединения TiNi.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-79-10045).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Сысолятин П.Г., Сысолятин С.П., Байдик О.Д. и др.* История развития хирургии височно-нижнечелюстного сустава // Бюллетень сибирской медицины. 2016. Т. 15. № 2. С. 98–111. https://doi.org/10.20538/1682-0363-2016-2-98-111
2. *Радкевич А.А., Гюнтер В.Э., Синюк И.В. и др.* Остеосинтез нижнечелюстных переломов с использованием конструкций из никелида титана // В мире научных открытий. 2018. Т. 10. № 5. С. 12–27. https://doi.org/10.12731/wsd-2018-5-12-27
3. *Ланшаков В.А., Гюнтер В.Э., Панов А.А. и др.* Оперативное лечение переломов костных тканей с использованием имплантатов с памятью формы. Томск: Изд-во МИЦ, 2016. 192 с.
4. *Кульбакин Д.Е., Чойнзонов Е.Л., Мухамедов М.Р. и др.* Реконструктивно-пластические операции в комбинированном лечении больных местнораспространенными опухолями головы и шеи // Вопросы онкологии. 2017. Т. 63. № 6. С. 862–866.
5. *Radkevich A., Gantimurov A., Zhiglov N. et al.* Application of TiNi Dental Implants with Permeable Porosity in Patients Rehabilitation with Different Adentia Options // J. Mater. Sci. 2017. V. 2. № 1. P. 211–218. https://doi.org/10.18502/kms.v2i1.799
6. *Yuan B., Zhu M., Chung C.Y.* Biomedical Porous Shape Memory Alloys for Hard-Tissue Replacement Materials // Materials. 2018. V. 11. P. 1716. https://doi.org/10.3390/ma11091716
7. *Гюнтер В.Э., Ходоренко В.Н., Чекалкин Т.Л. и др.* Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы. Медицинские материалы с памятью формы. Т. 1. Томск: Изд-во МИЦ, 2011. 534 с.
8. *Resnina N., Belyaev S., Voronkov A. et al.* Mechanical Behavior and Functional Properties of Porous Ti–45 at. % Ni Alloy Produced by Self-Propagating High-Temperature Synthesis // Smart Mater. Struct. 2016. V. 25. № 5. 055018. https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/5/055018
9. *Kasimtsev A.V., Markova G.V., Shuitsev A.V. et al.* Change in Structure during Consolidation of Calcium Hydride Powders of TiNi Intermetallic // Metallurgist. 2015. V. 58. № 11–12. P. 1038–1045. https://doi.org/10.1007/s11015-015-0037-1
10. *Anikeev S., Hodorenko V., Chekalkin T. et al.* Fabrication and Study of Double Sintered TiNi-Based Porous Alloys // Smart Mater. Struct. 2017. V. 26. № 5. P. 057001. https://doi.org/10.1088/1361-665X/aa681a
11. *Дроздов И.А.* Структурообразование никелида титана в процессах порошковой металлургии: Дис. ... д-ра физ.-мат. наук: 01.04.07. С., 1998. 190 с.
12. *Андриевский Р.А.* Порошковое материаловедение. М.: Металлургия, 1991. 205 с.
13. *Anikeev S.G., Artyukhova N.V., Khodorenko V.N. et al.* Structural Features of TiNi-Based Biocompatible Porous Materials with Terraced Pore-Wall Surface Morphology // Russ. Phys. J. 2018. V. 61. № 3–4. P. 1039–1046. https://doi.org/10.1007/s11182-018-1494-3
14. *Беляев С.П., Гильмутдинов Ф.З., Канунникова О.М.* Исследование процессов окисления и сегрегации на поверхности никелида титана // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. № 13. С. 89–94.
15. *Roy G. Baggerly.* Electrolytic Phase Extraction: an Old Technique to Evaluate Precipitates in Nitinol // Adv. X-Ray Anal. 2012. V. 55. P. 80–88. https://doi.org/10.1017/S0885715612000279
16. *Sheng L., Yang Y., Xi T. et al.* Effect of Heat Treatment on Morphology Evolution of Ti_2Ni Phase in Ti–Ni–Al–Zr Alloy // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 322. 022040. https://doi.org/10.1088/1757-899X/322/2/022040
17. *Otsuka K., Ren X.* Physical Metallurgy of Ti–Ni-Based Shape Memory Alloys // Prog. Mater. Sci. 2005. V. 50. № 5. P. 511–678. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.10.001
18. *Anikeev S.G., Garin A.S., Artyukhova N.V. et al.* Structural and Morphological Features of TiNi-Based Powder Manufactured by the Method of Hybrid-Calcium Reduction // Russ. Phys. J. 2018. V. 61. № 4. P. 749–756. https://doi.org/10.1007/s11182-018-1456-9

19. *Клопотов А.А., Потекаев А.И., Козлов Э.В. и др.* Кристаллогеометрические и кристаллохимические закономерности образования бинарных и тройных соединений на основе титана и никеля. Томск: Изд-во Том. политех. ун-та, 2011. 312 с.

20. *Gupta R.K., Anil Kumar V., Khanra G.P.* Reactive and Liquid-Phase Sintering Techniques // Intermetallic Matrix Composites. 2018. P. 303–318. https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-346-2.00011-X

21. *Zhang J., Liu Y., Ren Y. et al.* In situ Synchrotron X-ray Diffraction Study of Deformation Behavior and Load Transfer in a Ti_2Ni-NiTi Composite // Appl. Phys. Lett. 2014. V. 105. № 4. 041910. https://doi.org/10.1063/1.4892352

22. *Peng W., Liu K., Shah B.A. et al.* Enhanced Internal Friction and Specific Strength of Porous TiNi Shape Memory Alloy Composite by the Synergistic Effect of Pore and Ti_2Ni // J. Alloys Compd. 2019. V. 816. 152578. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152578

23. *Yang B., Luo Z., Yuan B. et al.* High Damping of Lightweight TiNi-Ti_2Ni Shape Memory Composites for Wide Temperature Range Usage // J. Mater. Eng. Perform. 2017. V. 26. № 10. P. 4970–4976. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2947-5