

ПОЛУЧЕНИЕ БИОИНЕРТНЫХ СПЛАВОВ В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ*

Шаркеев Ю.П.^{1,2}, д.ф.-м.н., профессор, заведующий лаборатории физики
nanoструктурных биокомпозитов (sharkeev@ispms.tsc.ru)

Ерошенко А.Ю.¹, к.т.н., научный сотрудник лаборатории физики nanoструктурных биокомпозитов

Данилов В.И.¹, д.ф.-м.н., профессор, главный научный сотрудник лаборатории физики прочности

Глухов И.А.¹, технолог лаборатории физики nanoструктурных биокомпозитов

Толмачев А.И.^{1,3}, главный специалист лаборатории физики nanoструктурных биокомпозитов

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
(634021, Россия, Томск, пр. Академический, 2/4)

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет
(634034, Россия, Томск, пр. Ленина, 30)

³ Томский государственный архитектурно-строительный университет
(634003, Россия, Томск, пл. Соляная, 2)

Аннотация. Представлены результаты исследования микроструктуры и механических свойств биоинертных сплавов на основе титана, циркония и ниобия в ультрамелкозернистом состоянии. Ультрамелкозернистое состояние получали комбинированным методом интенсивной пластической деформации, который включал многоцикловое *abc*-прессование при заданном температурном режиме, многоходовую прокатку в ручьевых валках при комнатной температуре и низкотемпературный докристаллизационный отжиг. Отжиг повышал пластичность сплавов в ультрамелкозернистом состоянии без изменения размера зерна. В результате двухэтапной интенсивной пластической деформации и отжига в сплавах сформирована ультрамелкозернистая структура со средним размером элементов зеренной-субзеренной структуры 0,16 – 0,25 мкм, которая обеспечивала значительное повышение уровня механических свойств (предел прочности, предел текучести и микротвердость) сплавов по сравнению с их исходным крупнозернистым или мелкокристаллическим состоянием. В то же время формирование ультрамелкозернистого состояния в сплавах не приводит к изменению модуля упругости при значительном увеличении пределов прочности и пластичности.

Ключевые слова: биоинертные сплавы титана и циркония, ультрамелкозернистое состояние, интенсивная пластическая деформация, микроструктура, механические свойства.

Требованиям, которые предъявляет современная медицина к материалам для имплантатов, более всего соответствуют титан и некоторые титановые сплавы [1 – 4]. Основным достоинством этих материалов являются их высокая коррозионная стойкость, биоинертность, слабая токсичность, низкие коэффициенты термического линейного расширения и теплопроводности, немагнитность, небольшая плотность [5]. Следует отметить, что аналогичными свойствами обладают и другие вентильные металлы, например, цирконий, ниобий, tantal, гафний [2 – 4]. Широко используются титановые среднепрочные сплавы (например, ВТ6), которые имеют необходимый уровень механических свойств. Однако предпочтительнее применение сплавов, не содержащих токсичных легирующих элемен-

тов (алюминия, ванадия, молибдена и др.) [2]. В этом аспекте перспективными для применения являются биоинертные металлы (титан, цирконий, ниобий и их сплавы), которые обладают уникальным комплексом физико-механических и биологических свойств [1, 2]. Широкое применение чистых металлов сдерживается их невысокими прочностными свойствами. Новейшие разработки предъявляют высокие требования не только к дальнейшему увеличению прочностных свойств, но и к снижению модуля упругости. Уменьшение различия в модулях упругости материала и тканей позволяет осуществить равномерное распределение деформаций и напряжений при их совместной работе и исключить возможность разрушения в местах сопряжения.

Модуль упругости у большинства титановых сплавов находится в пределах 100 – 120 ГПа [3, 4]. Перспективным направлением в области медицинского материаловедения является создание биосовместимых титановых сплавов с низким модулем упругости, например, систем Ti–Nb или Ti–Nb–Zr [2, 3]. Так, легирование титана ниобием или цирконием позволяет уменьшить модуль упругости до 55 – 80 ГПа [3, 4]. При

* Работа выполнена при частичной финансовой поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН, Программы фундаментальных исследований СО РАН на 2013 – 2016 гг. (проект III.23.2.2).

Авторы выражают благодарность профессору Zhu Q.F. и ведущему технологу П.В. Уваркину за содействие в работе и помошь в выполнении ряда экспериментов.

этом низкий модуль упругости сплава должен сочетаться с высокими пределами текучести и прочности материала.

Специальные деформационные обработки, к которым относятся методы интенсивной пластической деформации (ИПД), такие как равноканальное угловое прессование и его различные модификации, кручение под высоким давлением, всесторонняя ковка или *abc*-прессование, экструзия и т.д. [6–11], позволяют получать заготовки и изделия в наноструктурном и ультрамелкозернистом (УМЗ) состояниях со значительно более высокими значениями механических свойств по сравнению с крупнозернистым состоянием. Ультрамелкозернистая или наноразмерная структура могут кардинально повысить механические свойства (пределы текучести и прочности, сопротивление усталостному разрушению, износстойкость, циклическую долговечность и др.) металлических материалов. Как правило, УМЗ и/или наноструктурного состояния в металлах и сплавах удается достигнуть только за счет последовательного применения двух или более различных методов интенсивной пластической деформации, например, *abc*-прессования или равноканального углового прессования с последующей прокаткой [6–13].

Цель настоящей работы – исследование влияния комбинированной интенсивной пластической деформации на эволюцию микроструктуры, механических свойств сплавов на основе титана и циркония.

В качестве материала исследования были выбраны следующие сплавы: титан марки ВТ1-0; цирконий, легированный ниобием (1 % Nb (по массе) (сплав Э110)) и сплав системы Ti – 40 % Nb (по массе). Исходное состояние в титане получали отжигом в аргоне при температуре 800 °C в течение 1 ч. В результате отжига получено крупнозернистое состояние с равноосными зернами, средний размер которых 25 мкм (рис. 1, *a*). Образцы циркония подвергали отжигу при температуре 580 °C в течение 3 ч в вакууме. После отжига микроструктура циркония состояла из равноосных матричных зерен α -Zr и частиц ниобия, расположенных по

границам и в теле матричных зерен. Средний размер зерен циркония составил 2,8 мкм, а частиц ниобия – 0,4 мкм (рис. 1, *б*). Отметим, что исходное состояние циркония с указанным размером зерен следует отнести к мелкозернистому состоянию в соответствии с масштабной классификацией, приведенной в работе [14]. На микродифракционных картинах образцов циркония в исходном состоянии идентифицируются рефлексы от ниобия, α -Zr и β -Zr. Заготовки сплава Ti – 40 % Nb в литом состоянии отжигали при температуре 1100 °C в течение 1 ч в аргоне с последующей закалкой в воду. В исходном состоянии слиток имел ячеисто-дендритную структуру с преобладанием твердого раствора ниobia на основе β -Ti. После закалки в матричных зернах твердого раствора обнаружены игольчатые включения, характерные для мартенситной метастабильной α'' -фазы [15] (рис. 1, *в*).

Ультрамелкозернистую структуру в исследуемых сплавах получали комбинированным методом интенсивной пластической деформации, который включал *abc*-прессование в сочетании с многоходовой прокаткой в ручьевых валках [11]. На первом этапе деформацию заготовки проводили на гидравлическом прессе со скоростью 10^{-3} – 10^{-1} с⁻¹. После каждого цикла прессования заготовку поворачивали на 90° и затем подвергали следующему циклу. При переходе от одного цикла прессования к следующему температуру при прессовании заготовки понижали ступенчато в интервале 500–400 °C. Каждый цикл при заданной температуре включал осадку на 40–50 %. Отметим, что для более эффективного измельчения зерна образцы сплава Ti–Nb на первых двух циклах деформировали в прессформе, а на последующих семи циклах применяли свободное прессование.

На втором этапе заготовки деформировали прокаткой в ручьевых валках при комнатной температуре. Прокатка в ручьевых валках является необходимым условием, так как обеспечивает формирование однородной структуры по всему объему заготовки с дополнительным измельчением зерна. Величина на-

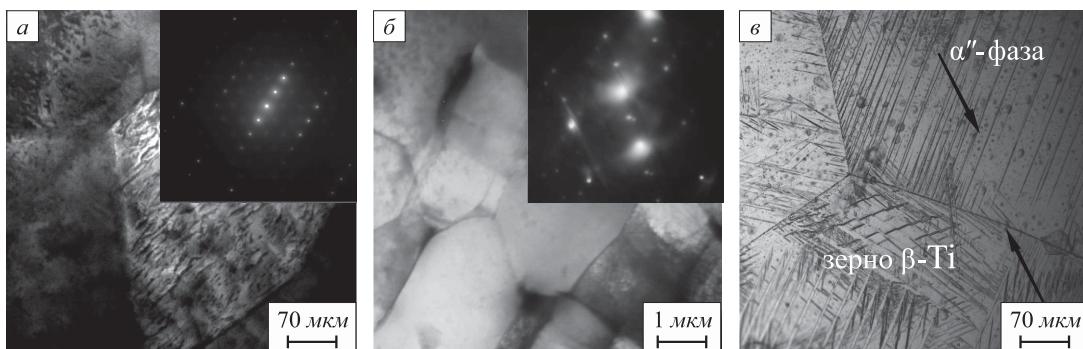


Рис. 1. Светлопольные электронно-микроскопические изображения микро-структур с соответствующими микродифракционными картинами (*а, б*) и оптическое изображение (*в*) титана ВТ1-0 (*а*), сплава циркония Э110 (*б*) и сплава Ti – 40 % Nb (*в*) в крупнозернистом состоянии

Fig. 1. Bright-field electron-microscope images of microstructure with the corresponding microdiffraction patterns (*a, б*) and optical image (*в*) of titanium VT1-0 (*а*), zirconium alloys E110 (*б*) and Ti – 40 % Nb (*в*) alloy in a large-grained condition

копленной деформации при прокатке составила 75 %. Готовые заготовки в форме прутков для снятия внутренних напряжений и увеличения пластичности подвергали отжигу в среде аргона при температуре 300 или 350 °С.

Микроструктуру образцов исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии (электронный микроскоп JEM-2100 в ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН). Средний размер элементов структуры (зерен, субзерен, фрагментов) рассчитывали методом секущей [16]. Для микроструктурных исследований и измерений микротвердости после *abc*-прессования и прокатки готовили образцы из продольного сечения заготовок. Механические испытания на растяжение были выполнены на испытательной машине «Инстрон».

В результате двухэтапной ИПД и низкотемпературного отжига в титане формируется зернисто-субзернистая структура со средним размером структурных элементов 0,16 мкм (рис. 2, *a*), что соответствует УМЗ состоянию. При ИПД в цирконии (сплав Э110) также формируется УМЗ состояние (рис. 2, *б*). Средний размер элементов структуры деформированного циркония, подвергнутого *abc*-прессованию и прокатке, составил 0,2 мкм. На светлопольных изображениях микроструктуры видны частицы ниобия. На микродифракционных картинах выявлены группы рефлексов от основной фазы α -Zr и фазы β -Nb. Средний размер частиц ниобия уменьшается до 0,12 мкм по сравнению с исходным состоянием, где средний размер частиц 0,4 мкм. Это может свидетельствовать о частичном растворении частиц ниобия при интенсивной пластической деформации с образованием твердого раствора.

В сплаве Ti – 40 % Nb (по массе) при ИПД формируется зернисто-субзернистая структура (рис. 2, *в*). На микродифракционной картине идентифицированы рефлексы высокой интенсивности от твердого раствора ниобия на основе β -Ti и рефлексы низкой интенсивности от твердого раствора ниобия на основе α -Ti. Метастабильную мартенситную фазу твердого раствора

α'' -Ti не идентифицировали. Очевидно, что при ИПД происходит распад мартенситной фазы в стабильную β -фазу твердого раствора ниобия и α -фазу титана по схеме $\alpha'' \rightarrow \beta + \alpha$ [13]. Средний размер элементов структуры сплава Ti–Nb после ИПД составил 0,25 мкм, что также соответствует УМЗ состоянию [14].

Кривые течения титана в УМЗ и крупнозернистом состояниях приведены на рис. 3, *а*. Ультрамелкозернистое состояние в титане обеспечивает пластичность до 8 %, пределы текучести $\sigma_{0,2}$ и прочности σ_b составляют 960 и 1160 МПа соответственно (рис. 3, *а*, кривая 1), $\sigma_{0,2}$ и σ_b исходного титана – 270 и 400 МПа (рис. 3, *б*, кривая 2). Напряжение течения циркония в УМЗ состоянии (рис. 3, *б*, кривая 3) также значительно выше по сравнению с напряжением течения циркония в исходном состоянии (рис. 3, *б*, кривая 4). Пределы текучести и прочности – 490 и 860 МПа соответственно. Продельная пластичность УМЗ циркония составила 7 %. Механические характеристики сплава Ti–Nb в УМЗ состоянии оказались следующие: пределы текучести и прочности – 920 и 1040 МПа; продельная пластичность – 4 % (рис. 3, *б*, кривая 5). Для получения более высокого уровня пластичности требуется увеличение длительности дорекристаллизационного отжига после деформационной обработки.

В таблице приведены значения механических свойств заготовок исследуемых материалов в ультрамелкозернистом и крупнозернистом состояниях и широко применяемого в качестве основы сплава ВТ6. Реализация интенсивной пластической деформации комбинированным методом *abc*-прессования с последующими прокаткой и дорекристаллизационным отжигом позволяет получать исследуемые сплавы в УМЗ состоянии с высокими механическими свойствами, сопоставимыми со свойствами среднелегированных титановых сплавов (как ВТ6). Следует отметить, что сплав Ti – 40 % Nb (по массе) имеет низкий модуль упругости – 55 ГПа [3]. Эта величина в два раза ниже, чем для биоинертных металлов (титана, циркония, гаф-

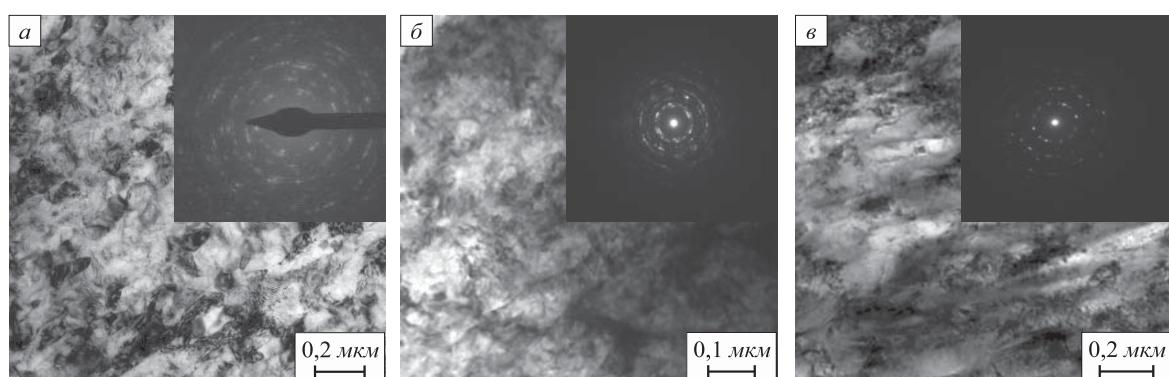


Рис. 2. Светлопольные электронно-микроскопические изображения микроструктуры с соответствующими микродифракционными картинами титана VT1-0 (*а*), сплава циркония Э110 (*б*) и сплава Ti – 40 % Nb (*в*) в ультрамелкозернистом состоянии

Fig. 2. Bright-field electron-microscope images of microstructure with the corresponding microdiffraction patterns (*a*, *b*) and optical image (*c*) of titanium VT1-0 (*a*), zirconium alloys E110 (*b*) and Ti – 40 % Nb (*c*) alloy in a ultrafine-grained condition

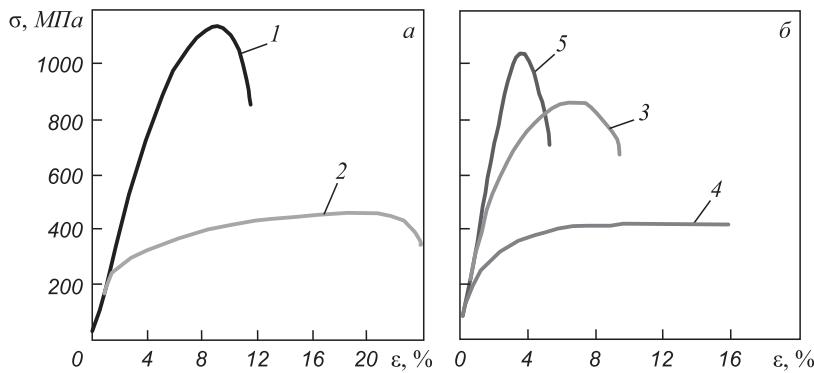


Рис. 3. Диаграммы растяжения титана ВТ1-0 (а) в крупнозернистом (1) и ультрамелкозернистом (2) состоянии, сплава Э110 в мелкозернистом (3) и ультрамелкозернистом (4) состояниях и сплава Ti – 40 % Nb в ультрамелкозернистом состоянии (5) (б)

Fig. 3. Diagrams of VT1-0 titanium stretching (a) in a large-grained (1) and ultrafine-grained (2) condition, E110 alloy in a fine-grained (3) and ultrafine-grained (4) conditions and Ti – 40 % Nb alloy in ultrafine-grained condition (5) (b)

Механические характеристики исследуемых материалов в крупнозернистом (числитель) и ультрамелкозернистом (знаменатель) состояниях

Материал	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	H_u , МПа	E , ГПа
ВТ1-0	270	400	23	1800	100–105
	960	1160	7	2800–3200	100
ВТ-6	1010	1100	6	3500	88–116
Э110	200	430	14	1500	89
	490	860	7	2600–2800	–
Ti – 40 % Nb	200	400	15	2300	55–76
	920	1040	4	2800	73

ния, tantalа) и сплавов на основе титана и циркония. Необходимые прочностные свойства достигаются за счет создания УМЗ состояния методами ИПД. При этом модуль упругости повышается незначительно.

Выходы. Комбинированный двухэтапный метод интенсивной пластической деформации, включающий *abc*-прессование и многоходовую прокатку, позволяет получать заготовки сплавов титана и циркония ВТ1-0, Э110, Ti – 40 % Nb (по массе) в УМЗ состоянии со средним размером элементов структуры 0,16, 0,20 и 0,25 мкм соответственно. Ультрамелкозернистое состояние обеспечивает значительное повышение механических свойств по сравнению с исходным крупнозернистым или мелкокристаллическим состоянием.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Карлов А.В., Шахов В.П. Системы внешней фиксации и регуляторные механизмы оптимальной биомеханики. – Томск: СТТ, 2001. – 478 с.
- Эппле М. Биоминералы и биоминерализация / Пер. с немецкого под. ред. В.Ф. Пичугина, Ю.П. Шаркеева, И.А. Хлусова – Томск: Ветер, 2007. – 137 с.
- Niinomi Mitsu, Masaaki Masaaki, Hieda Junko. Development of new metallic alloys for biomedical applications // Acta Biomaterialia. 2012. № 8. P. 3888 – 3903.
- Abdel-Hady Gepreel M., Niinomi M. Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2013. Vol. 20. P. 407 – 415.
- Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – М.: изд. МИСиС, 1999. – 416 с.
- Валиев Р.З., Александров И.В. Объемныеnanoструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. – М.: Академкнига, 2007. – 398 с.
- Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications, published jointly by John Wiley. – Hoboken, New Jersey, USA, and TMS. 2014. P. 456.
- Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др. – Минск: Навука і тэхніка, 1994. – 232 с.
- Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Братчиков А.Д. и др. // Нанотехника. 2007. № 3 (11). С. 81 – 88.
- Салищев Г.А., Валиахметов Р.М., Галеев Р.М., Малышева С.П. // Металлы. 1996. № 4. С. 86 – 91.
- Ерошенко А.Ю., Шаркеев Ю.П., Толмачев А.И. и др. // Перспективные материалы. 2009. Спец. выпуск. № 7. С. 107 – 112.
- Sharkeev Y.P., Eroshenko A.Y., Kulyashova K.S. etc. // Material wissenschaft und Werkstofftech. Materials Science and Engineering Technology. 2013. Vol. 44. № 2 – 3. P. 198 – 204.
- Пат. № 2441621 РФ. Дентальный внутрикостный имплантат и абдомент для него / Ю.П. Шаркеев, В.К. Поленичкин, О.А. Беляевская, А.В. Поленичкин, С.И. Шешуков // Бюллетень изобретений. 2012. № 4.
- Kozlov E.V., Koneva N.A., Trishkina L.I., Zhdanov A.N. // Russian metallurgy (Metally). 2010. № 4. С. 264 – 267.
- Лясоцкая В.С., Князева С.И. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 8 (838). С. 15 – 19.
- Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1976. – 270 с.

Поступила 8 апреля 2014 г.

FORMING OF BIOINERT ULTRAFINE-GRAINED ALLOYS

Sharkeev Yu.P.^{1,2}, Dr. Sci. (Phys.-math.), Professor; Head of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites (sharkeev@ispms.tsc.ru)

Eroshenko A.Yu.¹, Cand. Sci. (Eng.), Researcher of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites

Danilov V.I.¹, Dr. Sci. (Phys.-math.), Professor; Chief Researcher of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites

Glukhov I.A.¹, Technologist of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites

Tolmachev A.I.^{1,3}, Chief Specialist of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites

¹Institute of Strength Physics and Materials Science of the SB RAS (2/4, Akademicheskii ave., Tomsk, 634021, Russia)

²National Research Tomsk Polytechnic University (30, Lenina ave., Tomsk, 634036, Russia)

³Tomsk State University of Architecture and Building (2, Solyanaya sqr., Tomsk, 634003, Russia)

Abstract. The paper presents the results of a research of microstructure and mechanical properties of bioinert alloys based on titanium, zirconium and niobium in ultrafine-grained condition. Ultrafine-grained condition was received by a combined method of severe plastic deformation, which included high-cycle *abc*-pressing at a given temperature regime, a multi-pass rolling in shaped rolls at room temperature and low temperature prerezcrystallization annealing. The annealing increased the plasticity of alloys in ultrafine-grained condition without changing the grain size. In the two-stage severe plastic deformation and annealing the ultrafine-grained structure was formed in the alloys. The average element size of the grain-subgrain structure was 0.16 – 0.25 μm, which provided a significant improvement in mechanical properties (ultimate strength, yield strength and microhardness) of the alloys compared to their original hard-grained or fine-crystalline conditions. At the same time, the formation of ultrafine-grained conditions in alloys did not lead to any change in the elastic modulus with a significant increase in their strength and plasticity.

Keywords: bioinert alloys based on titanium and zirconium, ultrafine-grained condition, severe plastic deformation, microstructure, mechanical properties.

REFERENCES

1. Karlov A.V., Shakhov V.P. *Sistemy vneshej fiksatsii i reguljatornye mehanizmy optimal'noi biomekhaniki* [System of external fixation and regulatory mechanisms of optimal biomechanics]. Tomsk: STT, 2001. 478 p. (In Russ.).
2. Epple M. Biomaterialien und Biomineralisation. Teubner Verlag, Stuttgart 2003. (Russ.ed.: Epple M. *Biomineraly i biomineralizatsiya*. Pichugin V.F., Sharkeev Yu.P., Khlusov I.A. eds. Tomsk: Veter, 2007. 137 p.).
3. Niinomi Mitsuo, Masaaki Masaaki, Hieda Junko. Development of new metallic alloys for biomedical applications. *Acta Biomaterialia*. 2012, no. 8, pp. 3888–3903.
4. Abdel-Hady Gepreel M., Niinomi M. Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2013, Vol. 20, pp. 407–415.
5. Kolachev B.A., Elagin V.I., Livanov V.A. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov* [Metallography and heat treatment of nonferrous metals and alloys]. Moscow: izd. MISiS, 1999. 416 p. (In Russ.).
6. Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. *Ob"emnye nanostrukturye metallicheskie materialy: poluchenie, struktura i svoistva* [Bulk nanostructured metallic materials: synthesis, structure and properties]. Moscow: Akademkniga, 2007. 398 p. (In Russ.).
7. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*, published jointly by John Wiley. Hoboken, New Jersey, USA, and TMS (2014). 456 p.
8. Segal V.M., Reznikov V.I., Kopylov V.I., Pavlik D.A., Malyshev V.F. *Protsessy plasticheskogo strukturoobrazovaniya metallov* [Processes of plastic structure formation of metals]. Minsk: Navuka i tekhn-sha, 1994. 232 p. (In Russ.).
9. Sharkeev Yu.P., Eroshenko A.Yu., Bratchikov A.D., Legosteva E.V., Danilov V.I., Kukareko V.A. The bulk ultrafine titanium with high mechanical properties for medical implants. *Nanotekhnika*. 2007, no. 3 (11), pp. 81–88. (In Russ.).
10. Salishchev G.A., Valiakhmetov P.M., Galeev P.M., Malysheva S.P. Formation of submicrocrystalline structure in titanium during plastic deformation and its effect on mechanical properties. *Russian Metallurgy (Metally)*. 1996, no. 4, pp. 78–82.
11. Eroshenko A.Yu., Sharkeev Yu.P., Tolmachev A.I., Korobitsyn G.P., Danilov V.I. The structure and properties of bulk ultrafine titanium obtained by abs-pressing and rolling. *Perspektivnye materialy*. 2009, Special edition, no. 7, pp. 107–112. (In Russ.).
12. Sharkeev Y.P., Eroshenko A.Y., Kulyashova K.S., Fortuna S.V., Suvorov K.A., Epple M., Prymak O., Sokolova V., Chernoussova S. Microstructure, mechanical and biological properties of Zirconium alloyed with niobium after severe plastic deformation. *Mikrostruktur, mechanische und biologische Eigenschaften von Niob-legiertem Zirkonium nach intensiverplastischer Verformung. Materialwissenschaft und Werkstofftech. Materials Science and Engineering Technology*. 2013, Vol. 44, no. 2–3, pp. 198–204.
13. Sharkeev Yu.P., Polenichkin V.K., Belyavskaya O.A., Polenichkin A.V., Sheshukov S.I. *Dental'nyi vnutrikostnyi implantat i abutment dlya nego* [Dental intraosseous implant and abutment for him]. Patent RF no. 2441621, *Byulleten' Izobretений*. 2012, no. 4. (In Russ.).
14. Kozlov E.V., Koneva N.A., Trishkina L.I., Zhdanov A.N. Hardening mechanisms and deformation stages in nanogranulated polycrystals. *Russian metallurgy (Metally)*. 2010, no. 4, pp. 264–267.
15. Lyasotskaya V.S., Knyazeva S.I. Metastable phases in titanium alloys and conditions of their formation. *Metal Science and Heat Treatment*. 2008, vol. 50, no. 7–8, pp. 373–377.
16. Saltykov S.A. *Stereometricheskaya metallografiya* [Stereometric metallography]. Moscow: Metallurgiya, 1976. 270 p. (In Russ.).

Acknowledgements. This work was partially supported by the Basic Research Program of the Presidium of the Russian Academy of Sciences, Program for Basic Research of SB RAS for 2013 – 2016 years (project III.23.2.2).

The authors thank Professor Zhu Q.F. and leading technologist Uvarkin P.V. for assistance in work and in carrying out several experiments.

Received April 8, 2014