

Исследование влияния температурно-скоростных условий на механические свойства биорезорбируемого цинкового сплава Zn–4Ag–Cu в процессе равноканального углового прессования

© 2022

Фахретдинова Эльвира Илдаровна^{*1,5}, кандидат технических наук, младший научный сотрудник, старший преподаватель кафедры материаловедения и физики металлов

Хафизова Эльвира Динифовна^{1,6}, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

Асфандияров Рашид Наилевич^{1,2,7}, кандидат технических наук, младший научный сотрудник, доцент кафедры материаловедения и физики металлов

Рааб Георгий Сергеевич³, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник

Исламгалиев Ринат Кадыханович¹, доктор физико-математических наук, профессор кафедры материаловедения и физики металлов

Семенов Александр Сергеевич⁴, кандидат физико-математических наук, доцент, директор

¹Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)

²Институт физики молекул и кристаллов Уфимского научного центра Российской академии наук, Уфа (Россия)

³Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск (Россия)

⁴Политехнический институт (филиал) Северо-Восточного федерального университета им. М.К. Аммосова в г. Мирном, Мирный (Россия)

*E-mail: yelka89@mail.ru

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9007-7391>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5522-4314>

Поступила в редакцию 29.04.2022

Принята к публикации 28.07.2022

Аннотация: В последнее время активно ведутся разработки инновационных медицинских методик восстановления утраченных функций пациентов. В этих разработках особое значение приобретает использование биоразтворимых (биорезорбируемых) материалов. К таким материалам относятся сплавы на основе Mg, Fe и Zn, которые позволяют заметно снизить затраты на проведение хирургической операции и сократить сроки лечения. Но у данных металлов присутствуют недостатки в виде недостаточной прочности и повышенной хрупкости, что ограничивает их применение в медицинских имплантатах. Поэтому повышение механических характеристик биорезорбируемых сплавов остается актуальной проблемой. В настоящей работе данная проблема решалась использованием современного метода пластической обработки – интенсивной пластической деформации (ИПД), которая за счет активного измельчения исходной структуры до нано- и ультрамелкого состояния позволяет эффективно повышать механическую прочность металлических материалов. Использовался наиболее эффективный и распространенный метод ИПД – равноканальное угловое прессование (РКУП). В статье представлены результаты компьютерного исследования методом РКУП цинкового сплава Zn–4Ag–Cu при разных скоростях деформирования (0,4 и 7,8 мм/сек) и температурах обработки (150, 200 °С), выбранных, исходя из технических возможностей оборудования и условий обеспечения термической стабильности структуры. Получены картины распределения накопленной степени деформации, скорости деформации, значений средних напряжений и температурно-силовых условий. По результатам компьютерного моделирования было рекомендовано провести обработку РКУП при 150, 200 °С и скорости 0,4 мм/с, обеспечивающих более однородное тепловое поле в очаге деформации. В ходе экспериментальных работ по выбранным режимам получены образцы после 4 циклов РКУП, обладающие повышенными механическими свойствами, что улучшит и эксплуатационные свойства. Повышенная прочность также позволит минимизировать размеры имплантатов, что обеспечит меньшую травматичность при их установке и ускорит растворение в физиологической среде организма при сохранении функциональности.

Ключевые слова: цинковые сплавы; равноканальное угловое прессование; компьютерное моделирование; микротвердость; предел прочности.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ФГБОУ ВО «УГАТУ» (соглашение № 075-03-2022-318/1) «Молодежная научно-исследовательская лаборатория НОЦ "Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях"».

Исследование прочностных свойств РКУП образцов выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ТУБИТАК в рамках научного проекта № 21-53-46017.

Для цитирования: Фахретдинова Э.И., Хафизова Э.Д., Асфандияров Р.Н., Рааб Г.И., Исламгалиев Р.К., Семенов А.С. Исследование влияния температурно-скоростных условий на механические свойства биорезорбируемого цинкового сплава Zn–4Ag–Cu в процессе равноканального углового прессования // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 3. С. 68–78. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-3-2-68-78.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время активно ведутся поиски медицинских материалов для изготовления имплантатов в виде стентов – упругих элементов преимущественно цилиндрической формы, обеспечивающих локальное расширение или замену сосудов, артерий и т. д. Имплантаты изготавливают из широкой гаммы конструкционных материалов, в том числе из металлов и сплавов. В последние годы возрос научный интерес к использованию имплантатов из биоразлагаемых (биорезорбируемых) материалов на основе магния, железа и цинка, что позволит заметно снизить затраты на повторные хирургические операции и сократить сроки лечения.

Магниевые сплавы имеют существенную перспективу в использовании за счет биосовместимости и деградации в биологической среде, которые позволяют исключить дополнительные операции по извлечению имплантатов, тем самым уменьшая время на восстановление и затраты [1]. Однако прочность и коррозионная стойкость магниевых сплавов довольно низкие, что сдерживает их активное практическое использование [2; 3].

Помимо магния, альтернативным кандидатом для использования в качестве биоразлагаемого материала имплантата является железо – благодаря его высокой прочности и превосходной биосовместимости. Механические свойства железа сопоставимы с материалом постоянного имплантата, таким как нержавеющая сталь. Однако, в отличие от постоянных имплантатов, железо со временем разрушается, но гораздо медленнее по сравнению с другими металлическими имплантатами [4]. В работе [5] железную проволоку имплантировали в просвет и в стенки артерий мыши, чтобы моделировать коррозионное поведение железных стентов в различных сосудистых средах, например при контакте железа с кровью и железа при контакте со стенками сосудов. Результаты показали, что металлические стенты корродируют быстрее при контакте с тканями стенок сосудов, чем при контакте с кровью.

Недавно в качестве новых потенциальных биоразлагаемых металлов были предложены сплавы на основе цинка [6]. Цинк является важным элементом для человека, поскольку поддерживает функцию многих ферментов, регулирует воспалительные реакции и повышает биологическую активность костных клеток. Однако низкая прочность и пластичность цинковых сплавов в исходном состоянии затрудняют применение данного материала для изготовления имплантатов, так как известно, что металлы, используемые в качестве материалов стентов, должны обладать повышенными механическими характеристиками.

Известно, что методы интенсивной пластической деформации (ИПД) являются широко распространенными способами измельчения структуры до ультрамелкозернистых и наноструктурных состояний, и способствуют повышению механических свойств в металлах [7]. Одним из эффективных методов ИПД является равноканальное угловое прессование (РКУП), которое заключается в деформировании образца через пересекающиеся каналы.

В работе [8] авторы рассматривали сплав Zn–3Mg после деформации методом РКУП. Результаты показали, что после 2 проходов РКУП при 200 °С размер зер-

на заметно уменьшился (от 48 мм в литом состоянии до 1,8 мм после РКУП), наблюдалось значительное увеличение предела текучести, предела прочности на разрыв и относительного удлинения от 65 МПа, 84 МПа и 1,3 % (в литом состоянии) до 205 МПа, 220 МПа и 6,3 % соответственно. В работе [9] было исследовано влияние содержания Ag на механические и коррозионные свойства в трех сплавах системы Zn–Ag с содержанием Ag от 2,5 до 7,0 мас. %. Образцы были получены методом литья и гомогенизированы при 410 °С в течение 6 и 12 часов с последующей горячей экструзией при 250 °С с коэффициентом экструзии 14:1. Микроструктурный анализ показал, что горячая экструзия значительно уменьшает размер зерна сплавов. Испытания на растяжение при температуре 20 °С показывают, что увеличение содержания Ag постоянно повышает предел прочности при растяжении, но при этом существенно не влияет на пластичность. Сплав Zn–7,0%Ag показал высокий предел текучести и предел прочности при растяжении (236 и 287 МПа соответственно), что связано с измельчением зерна и большой объемной долей мелких частиц AgZn₃, осаждающихся вдоль границ зерен в процессе экструзии.

Цинковый сплав Zn–4Ag–Cu является новым и малоизученным материалом, поэтому в данной работе были проведены исследования влияния температурных и скоростных характеристик процесса РКУП на формирование прочностных свойств данного цинкового сплава.

Цель исследования – выявление зависимости механических свойств цинкового сплава Zn–4Ag–Cu от температурно-скоростных условий обработки методом РКУП.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В ходе исследований было выполнено конечно-элементное компьютерное моделирование и проведен физический эксперимент.

Компьютерное моделирование проводилось с использованием программного продукта Deform-3D¹.

В процессе исследований были проанализированы следующие варианты условий деформации: а) температура обработки $T=150$ °С, скорость деформирования $v=0,4$ мм/с; б) $T=200$ °С, $v=0,4$ мм/с; в) $T=200$ °С, $v=7,8$ мм/с; г) $T=150$ °С, $v=7,8$ мм/с. Скорости деформирования были выбраны как минимальное ($v=0,4$ мм/с) и максимальное ($v=7,8$ мм/с) значения скоростей на имеющемся оборудовании – пресс ДБ 2632 (номинальное усилие 1600 кН). Температуры обработки (150 и 200 °С) были выбраны исходя из механических свойств цинкового сплава при разных температурах и скоростях деформации (рис. 1).

Для анализа однородности деформированного состояния были получены картины значений накопленной степени деформации в поперечном сечении заготовки. Для оценки реализуемой схемы (растяжение-сжатие) были проанализированы величины средних напряжений. Для анализа однородности структуры и механических свойств были исследованы величины скоростей деформации в области сдвига. Также была проведена оценка максимальных значений температур

¹ Deform-3D: программный продукт. лицензия. P. C. SFTS. Ключ № 9190/Уфа, Россия.

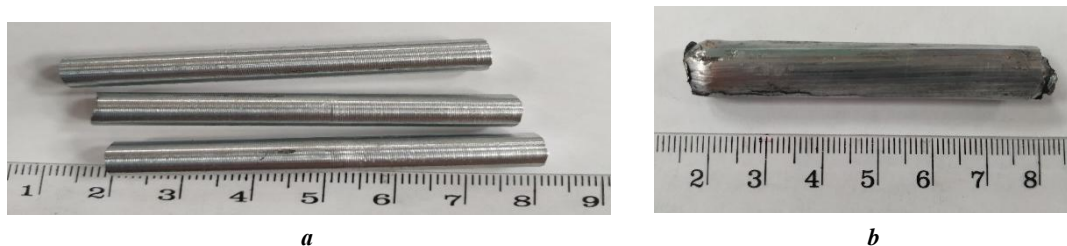


Рис. 1. Образцы из сплава Zn–Ag–Cu:
a – исходный вид образцов; *b* – образец после 4 проходов РКУП
Fig. 1. Zn–Ag–Cu alloy specimens:
a – specimen initial view; *b* – a specimen after four ECAP cycles

и силовых параметров. Критериями анализа виртуальных и натуральных исследований служили следующие обстоятельства:

- значения величин растягивающих напряжений в очаге деформации и трещинообразование в образцах, полученных методами РКУП [10];
- величина деформационного разогрева от внутреннего трения: интенсивность измельчения структуры и скорость формирования мало- и большеугловых границ за счет увеличения плотности и подвижности дислокаций [11; 12];
- изотропность распределения накопленной деформации и скоростей деформации в заготовках [13];
- величина сил деформирования для выбора оборудования и материала инструмента.

Однородность деформированного состояния исследовали с помощью оценки полученной разницы величин накопленной деформации в поперечном сечении образца.

Условия и допущения, принятые при компьютерном моделировании:

- материал исходной заготовки – цинковый сплав Zn–Ag–Cu;
- размеры исходной заготовки: Ø 10 мм, длина – 60 мм;
- количество конечных элементов: 64000–78500, размер одного элемента – 0,54 мм;
- включены условия компенсации объема модели заготовки;
- температура деформации 150, 200 °С;
- коэффициент трения принят $\mu=0,3$;
- количество шагов моделирования – 100...250 с временным шагом 0,5 с.
- скорость деформирования $v=0,4$, $v=7,8$ мм/с.

Плавка сплава Zn–Ag–Cu велась в камерной печи в графитовом тигле с крышкой. Температура в печи

составляла 580 °С. Заливка металла производилась в металлическую разъемную изложницу, нагретую до 150 °С. Перед заливкой и после полного растворения металл перемешивался керамической палочкой. Были получены отлитые образцы с размерами Ø 20 мм, длина – 120 мм. Далее образцы Ø 20 мм были прокатаны при температуре 200 °С до Ø 14 мм, затем обточены до Ø 10 мм. Химический состав полученных цинковых сплавов указан в таблице 1.

Деформацию образцов Ø 10 мм из цинкового сплава Zn–4Ag–Cu проводили методом РКУП в 4 прохода при температуре 150–200 °С по маршруту Вс с углом пересечения каналов 120° на прессе ДБ 2632 (номинальное усилие 1600 кН). Перед деформацией исходные заготовки были подвергнуты термообработке при 350 °С (1 час) и закалены в воде. Размеры полученных заготовок после 4 проходов РКУП: Ø 10 мм, длина – 60 мм (рис. 1).

Микротвердость HV определяли по методу Виккерса согласно ГОСТ 9450-60 на приборе Buehler Micromet 5101 с пирамидальным алмазным индентором при нагрузке 0,1 кг и длительности выдержки под нагрузкой 10 секунд. За микротвердость сплава принималась величина, усредненная по 30 точкам измерения. Определение характеристик твердости проводили с вероятностью $P=0,95$, при этом абсолютная ошибка измерений не превышала 10 %.

Испытания на растяжения проводились на электромеханической измерительной системе для проведения статических испытаний Instron 5982 при разных скоростях деформации (0,1, 0,5 и 1 с⁻¹) и температурах (20, 150, 200, 250 °С) на малых образцах с рабочей базой 0,8×1×4 мм (рис. 2). Механические характеристики, такие как предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности при растяжении (σ_{UTS}) и удлинение до разрушения (δ), были определены в соответствии с ГОСТ 1497-73.

Таблица 1. Химический состав полученных цинковых сплавов
Table 1. Chemical composition of obtained zinc alloys

Сплав Zn–Ag–Cu	Содержание химических элементов, вес. %				
	Zn	Ag	Cu	Ni	Mg
	92,68±0,12	4,08±0,1	1,06±0,05	0,83±0,08	0,35±0,014

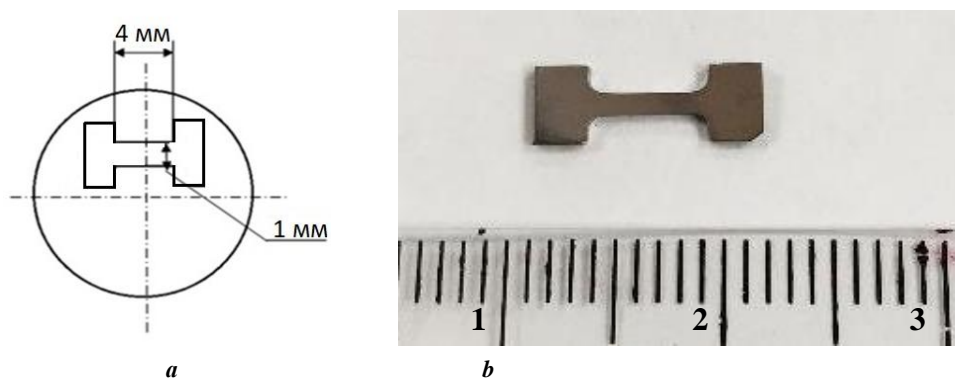


Рис. 2. Форма малых образцов для испытаний на статическое растяжение:
a - чертеж; *b* - вид образца
 Fig. 2. The form of small specimens for the static tension tests:
a - a drawing; *b* - a specimen view

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Кривые упрочнения, полученные в результате экспериментов на растяжение при разных скоростях (0,1, 0,5 и 1 с⁻¹) и температурах (20, 150, 200, 250 °С), были внесены в библиотеку Deform-3D (рис. 3).

Исследование деформированного состояния

Картины распределения накопленной деформации (*strain effective* в программе Deform-3D) при обработке с различными температурно-скоростными условиями показаны на рис. 4 и 5. Видно, что распределение деформации в сечении при разных условиях обработки в целом однородное, причем разница между минимальными и максимальными значениями составляет около 0,15–0,2 единиц. График изменения накопленной деформации имеет параболический характер при двух вариантах (рис. 4 а, 5 а), в центральной части заготовки степень деформации более однородная и достигает максимального значения в 0,7 единиц, что характерно для РКУП при угле поворота канала в 120°.

Исследование скоростей деформации

Из анализа полей скоростей деформации в очагах деформации для заданных условий прессования видно, что значения скоростей деформации варьируются в пределах 0,05...0,08 при скорости деформирования $v=0,4$ мм/с и в пределах 0,8...1,06 при скорости деформирования $v=7,8$ мм/с (рис. 6, 7).

Исследование средних напряжений

На рис. 8, 9 показаны картины распределения средних напряжений, по которым можно определить величины сжимающих и растягивающих напряжений, образующихся на поверхности заготовки в процессе одного цикла обработки методом РКУП. Как видно из рис. 6, в основном на поверхности образцов действуют сжимающие напряжения, растягивающие напряжения же в очаге деформации практически отсутствуют.

Исследование силовых параметров и температурных полей

В работе также проведена оценка максимальных значений температуры нагрева заготовки после одного

прохода методом РКУП и силы деформирования. Результаты проведенных измерений представлены в таблице 2.

Из анализа полученных результатов установлено, что увеличение скорости деформирования при одинаковых температурах обработки приводит к повышению нагрузки примерно на 5 %. Повышение температуры от 150 до 200 °С при одинаковых скоростях деформирования вызывает незначительные изменения.

Наиболее активное влияние на деформационный разогрев заготовок оказывает скорость деформирования. Увеличение температуры заготовок при скорости 7,8 мм/с и температуре 150 °С составляет 47 °С, а при 200 °С – 31 °С. Следовательно, при деформировании необходимо учитывать скорость обработки, которая может активно влиять на температурную обстановку в очаге деформации и, соответственно, на структурные изменения и прочность. Для последующих натурных исследований этот фактор может вносить некую неопределенность, и от высокой скорости в исследовании было решено отказаться.

Механические свойства образцов после РКУП

По результатам компьютерного моделирования процесса РКУП (1 проход) заготовок из цинкового сплава Zn–4Ag–1Cu была дана рекомендация проводить прессование методом РКУП при скорости деформирования $v=0,4$ мм/с и температурах обработки 150 и 200 °С, что обеспечивает более однородное температурное поле в пределах номинальной температуры испытаний.

Микротвердость образцов в исходном состоянии и после 4 проходов РКУП показана в таблице 2. Видно, что значения микротвердости при температурах 150 и 200 °С примерно на одном уровне в пределах допусков – 115±9 и 129±15 HV.

В таблице 3 представлены результаты механических испытаний, где показано, что после РКУП при 150 °С упрочнение более интенсивное с пределом прочности в 350±15 МПа, что выше, чем при 200 °С (335±15 МПа). Стоит отметить, что разница величин предела текучести и пластичности (относительного удлинения) при разных температурах незначительная и находится в пределах 1–2 %.

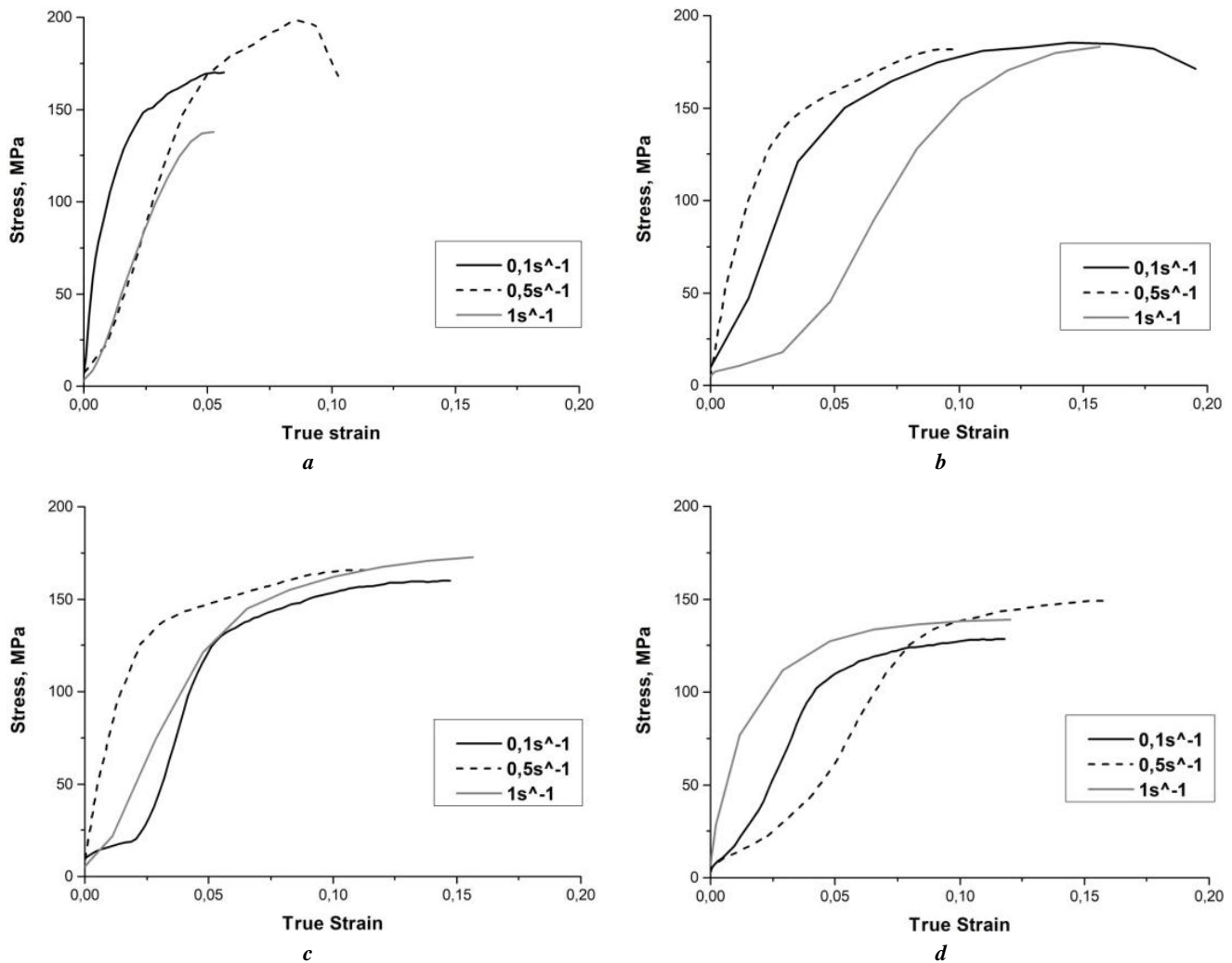


Рис. 3. Кривые растяжения, полученные при: *a* – 20 °C; *b* – 150 °C; *c* – 200 °C; *d* – 250 °C
 Fig. 3. Tension curves produced at: *a* – 20 °C; *b* – 150 °C; *c* – 200 °C; *d* – 250 °C

Таким образом, после 4 проходов РКУП при 150 °C в образцах сплава Zn–4Ag–Cu наблюдается повышение предела прочности до 350 ± 15 МПа, предела текучести до 275 ± 10 МПа, относительного удлинения до 28 ± 2 %; при 200 °C наблюдается повышение предела прочности до 335 ± 15 МПа, предела текучести до 270 ± 10 МПа, относительного удлинения – до 30 ± 2 % (таблица 3).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что температура обработки определяет вид разупрочняющих процессов, связанных преимущественно со структурно-фазовыми превращениями. Увеличение скорости деформации при холодной обработке, как правило, повышает интенсивность упрочнения, но может служить появлению разупрочняющих явлений за счет интенсификации деформационного разогрева и, соответственно, полигонизации или рекристаллизации структуры. Степень холодной деформации интенсифицирует дислокационные процессы, повышает плотность дислокаций. Плотность дислокаций релаксирует за счет создания более мелких зерен и снижает внутреннюю энергию деформируемого объекта [16].

По результатам компьютерного моделирования одного прохода РКУП цинкового сплава Zn–4Ag–1Cu было выявлено, что температура и скоростные условия в исследованном интервале данных параметров не оказывают заметного влияния на распределение степеней деформации при РКУП цинковых сплавов (рис. 4, 5). Как правило, при РКУП деформированное состояние определяется геометрией каналов и углом их пересечения. При неизменных трибологических условиях деформируемые материалы незначительно влияют на деформируемое состояние. С другой стороны, более активно на деформируемое состояние влияет деформационная способность и интенсивность упрочнения [17].

Было установлено, что увеличение скорости деформирования обработки вызывает повышение скорости деформации в очаге деформации металла при РКУП (рис. 6, 7). Сравнительно небольшие скорости деформирования важны для прохождения релаксационных процессов и повышения пластических свойств металлов при ИПД [17].

На поверхности образцов в основном действуют сжимающие напряжения (рис. 8, 9). Растягивающие напряжения в очаге деформации практически отсутствуют, поэтому можно прогнозировать получение

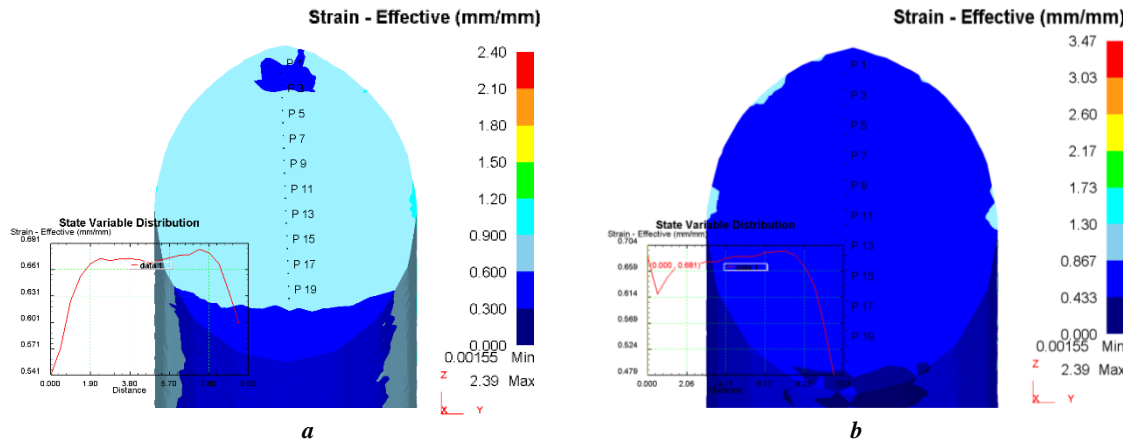


Рис. 4. Распределение степени деформации по поперечному сечению заготовки при $v=0,4$ мм/с: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С
 Fig. 4. Distribution degree of strain over the cross section of a blank at $v=0.4$ mm/s: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С

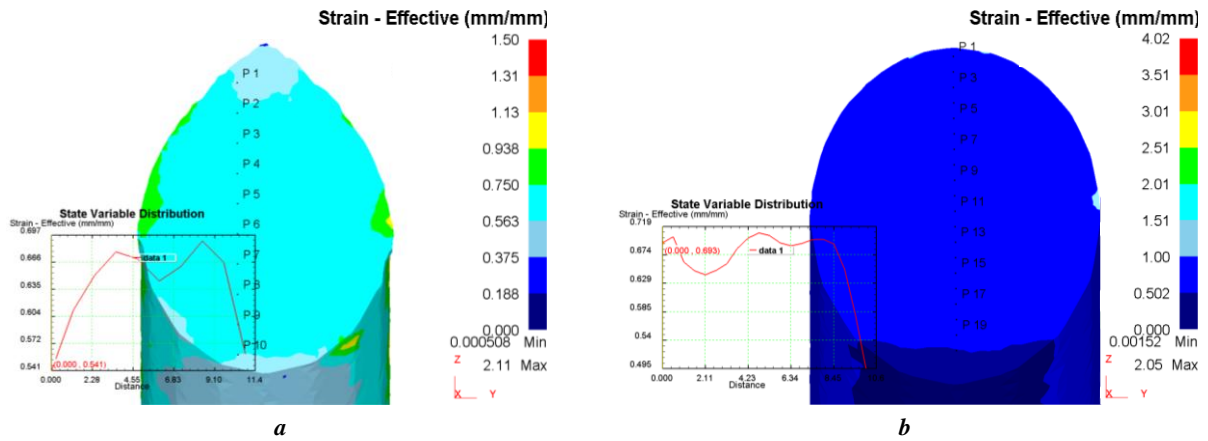


Рис. 5. Распределение степени деформации по поперечному сечению заготовки при $v=7,8$ мм/с: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С
 Fig. 5. Distribution degree of strain over the cross section of a blank at $v=7.8$ mm/s: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С

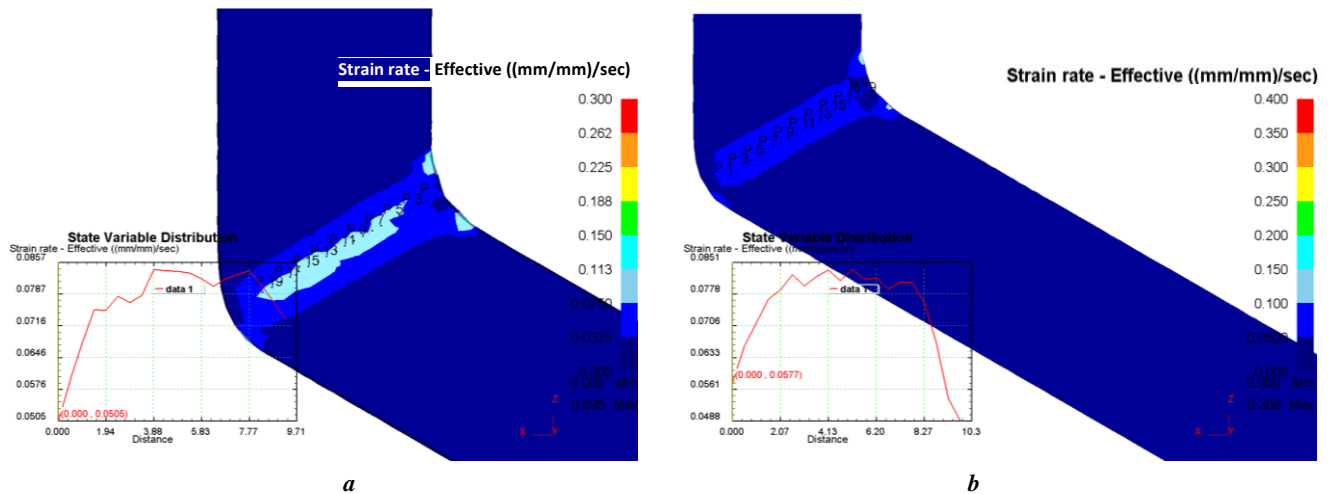


Рис. 6. Распределение скорости деформации по продольному сечению заготовки при $v=0,4$ мм/с: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С
 Fig. 6. Strain rate distribution over the longitudinal section of a blank at $v=0.4$ mm/s: а – $T=150$ °С; б – $T=200$ °С

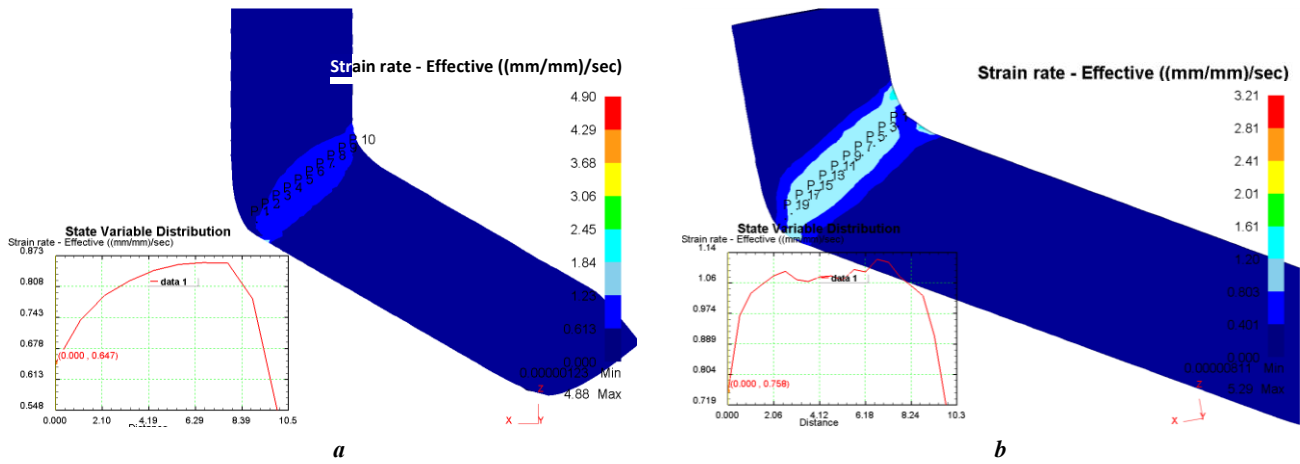


Рис. 7. Распределение скорости деформации по продольному сечению заготовки при $v=7,8$ мм/с: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C
 Fig. 7. Strain rate distribution over the longitudinal section of a blank at $v=7.8$ mm/s: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C

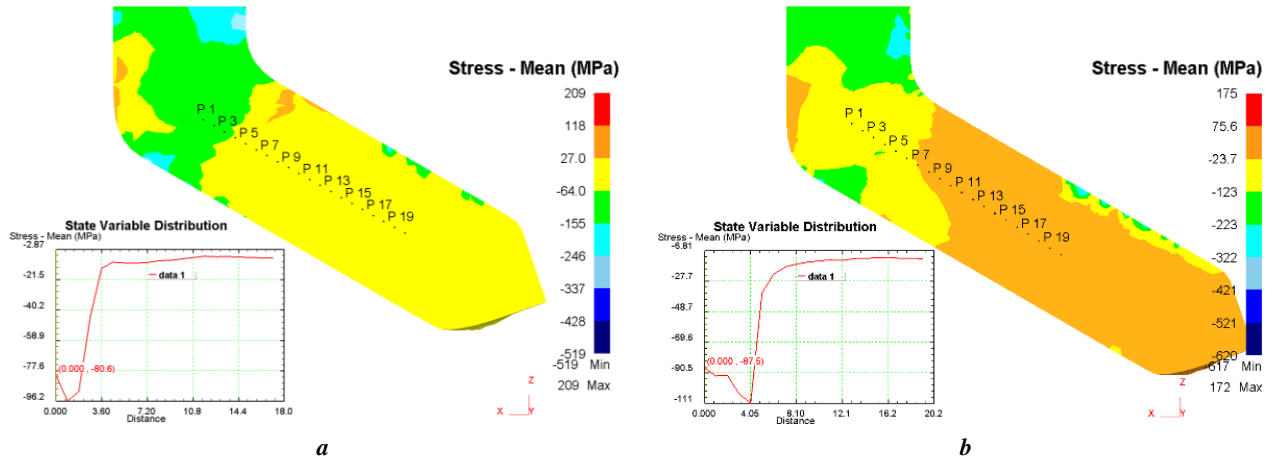


Рис. 8. Распределение средних напряжений по продольному сечению заготовки при $v=0,4$ мм/с: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C
 Fig. 8. Mean stress distribution over the longitudinal section of a blank at $v=0.4$ mm/s: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C

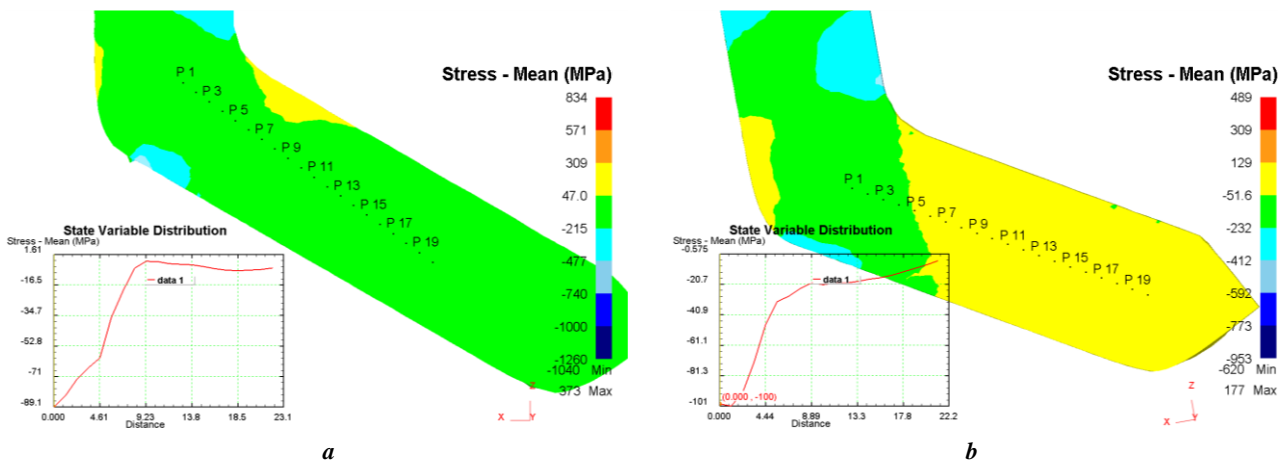


Рис. 9. Распределение средних напряжений по продольному сечению заготовки при $v=7,8$ мм/с: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C
 Fig. 9. Mean stress distribution over the longitudinal section of a blank at $v=7.8$ mm/s: **a** – $T=150$ °C; **b** – $T=200$ °C

Таблица 2. Результаты измерения силовых параметров и температуры
Table 2. The results of measurements of force parameters and temperature

Параметры	T=150 °C, v=0,4 мм/с	T=150 °C, v=7,8 мм/с	T=200 °C, v=0,4 мм/с	T=200 °C, v=7,8 мм/с
Максимальная нагрузка, кН	26,0	28,0	26,0	27,2
Максимальная температура разогрева, °C	157	195	208	231

Таблица 3. Результаты испытаний на растяжение РКУП образцов при скорости обработки 0,4 мм/с
Table 3. The results of tension tests of ECAP specimens at the processing speed of 0.4 mm/s

Состояние	Микротвердость, HV	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
Исходный	85 ±6	–	195±2	13±2
РКУП Ø 10 мм 150 °C	115±9	275±10	350±15	28±2
РКУП Ø 10 мм 200 °C	129±15	270±10	335±15	30±2

бездефектных заготовок при всех рассмотренных температурно-скоростных условиях прессования. Особое влияние нужно уделять слою, приконтактному к внешнему углу пересечения каналов, где возникновение растягивающих напряжений более вероятно. Увеличение скорости деформирования способствует этому обстоятельству, что подтверждают и проведенные исследования (рис. 8, 9).

Согласно концепции больших пластических деформаций [15] деформация с накопленной степенью $\epsilon \rightarrow 1$ ведет к формированию фрагментированной структуры с размером фрагментов вплоть до 0,2 мкм. Так как в данной работе было проведено 4 цикла обработки РКУП ($\epsilon=2,4$), можно предположить, что наблюдаемое повышение предела прочности, предела текучести и относительного удлинения происходит за счет измельчения структуры в образцах сплава Zn–4Ag–Cu. Стоит отметить, что полученные значения механических характеристик выше, чем механические свойства в магниевых сплавах после обработки методом РКУП, указанные в работах [18; 19].

Как известно из [14], для металлов, используемых в качестве материалов стентов, необходимо одновременное и существенное повышение как прочности, так и пластичности. Использование цинкового сплава повышенной прочности позволит минимизировать размеры имплантатов, что обеспечит меньшую травматичность при их установке и более быстрое растворение в физиологической среде организма [20].

Полученные в результате исследования механические свойства в цинковом сплаве являются перспективными для использования в медицине в качестве материала изготовления стентов и требуют дальнейших исследований.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Проведены исследования напряженно-деформированного состояния заготовок из цинкового сплава

Zn–4Ag–Cu после обработки методом РКУП с использованием математического моделирования (один цикл) при температурах 150 и 200 °C и скоростях деформирования $v=0,4$ и 7,8 мм/с. Установлено, что:

- значения скоростей деформации варьируются в очаге деформации в пределах величины $0,05 \dots 0,08 \text{ с}^{-1}$ при скоростях деформирования $v=0,4$ мм/с и в пределах $0,8 \dots 1,06 \text{ с}^{-1}$ при скоростях деформирования $v=7,8$ мм/с;

- на поверхности образцов преобладают сжимающие напряжения, вследствие чего можно прогнозировать получение бездефектных заготовок при всех рассмотренных температурно-скоростных условиях прессования;

- увеличение скорости деформирования при одинаковых температурах обработки приводит к повышению сил прессования примерно на 5 %. Повышение температуры со 150 до 200 °C при одинаковых скоростях деформирования вызывает незначительные изменения сил прессования;

- увеличение скорости деформирования влечет за собой интенсивный разогрев заготовки ($\Delta T=45$ °C при 150 °C, $\Delta T=31$ °C при 200 °C).

2. Полученные результаты показывают, что для получения бездефектных образцов из цинкового сплава системы Zn–4Ag–Cu рекомендуется проводить прессование методом РКУП при скоростях деформирования $v=0,4$ мм/с и температурах обработки 150 и 200 °C.

3. В образцах сплава Zn–4Ag–Cu после 4 проходов РКУП при 150 °C наблюдается повышение предела прочности до 350 ± 15 МПа, предела текучести до 275 ± 10 МПа, относительного удлинения до 28 ± 2 %; при 200 °C наблюдается повышение предела прочности до 335 ± 15 МПа, предела текучести до 272 ± 10 МПа, относительного удлинения до 30 ± 2 %. Полученные механические свойства в цинковом сплаве являются пер-

спективными для использования в медицине и требуют дальнейших исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Виноградов А.Ю., Васильев Е.В., Линдеров М.Л., Мерсон Д.Л., Ржевская Е.О. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства магниевых сплавов Mg-Zn-Ca // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2015. № 4. С. 18–24. DOI: [10.18323/2073-5073-2015-4-18-24](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2015-4-18-24).
2. Friedrich H.E., Mordike B.L. *Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications*. Berlin: Springer, 2006. 677 p.
3. Хлусов И.А., Митриченко Д.В., Просолов А.Б., Николаева О.О., Слепченко Г.Б., Шаркеев Ю.П. Краткий обзор биомедицинских свойств и применения магниевых сплавов для биоинженерии костной ткани // Бюллетень Сибирской медицины. 2019. Т. 18. № 2. С. 274–286. DOI: [10.20538/1682-0363-2019-2-274-286](https://doi.org/10.20538/1682-0363-2019-2-274-286).
4. Schinhammer M., Hänzi A.C., Löffler J.F., Uggowitzer P.J. Design strategy for biodegradable Fe-based alloys for medical applications // *Acta Biomaterialia*. 2010. Vol. 6. № 5. P. 1705–1713. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.07.039](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.07.039).
5. Pierson D., Edick J., Tauscher A., Pokorney E., Bowen P., Gelbaugh J., Stinson J., Getty H., Lee C.H., Drelich J., Goldman J. A simplified in vivo approach for evaluating the bioabsorbable behavior of candidate stent materials // *Journal of Biomedical Materials Research – Part B Applied Biomaterials*. 2012. Vol. 100B. № 1. P. 58–67. DOI: [10.1002/jbm.b.31922](https://doi.org/10.1002/jbm.b.31922).
6. Lia G., Yanga H., Zhenga Y., Chen X.-H., Yang J.-A., Zhu D., Ruan L., Takashima K. Challenges in the use of zinc and its alloys as biodegradable metals: Perspective from biomechanical compatibility // *Acta Biomaterialia*. 2019. Vol. 97. P. 23–45. DOI: [10.1016/j.actbio.2019.07.038](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.07.038).
7. Severe Plastic Deformation Methods for Bulk Samples // Faraji G., Kim H.S., Kashi H.T. *Severe Plastic Deformation: Methods, processing and properties*. Elsevier, 2018. Chapter 2. P. 37–112. DOI: [10.1016/B978-0-12-813518-1.00002-3](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813518-1.00002-3).
8. Dambatta M.S., Izman S., Kurniawan D., Hermawan H. Processing of Zn-3Mg alloy by equal channel angular pressing for biodegradable metal implants // *Journal of King Saud University – Science*. 2017. Vol. 29. № 4. P. 455–461. DOI: [10.1016/j.jksus.2017.07.008](https://doi.org/10.1016/j.jksus.2017.07.008).
9. Sikora-Jasinska M., Mostaed E., Mostaed A., Beanland R., Mantovani D., Vedani M. Fabrication, mechanical properties and in vitro degradation behavior of newly developed Zn-Ag alloys for degradable implant applications // *Materials Science and Engineering C*. 2017. Vol. 77. P. 1170–1181. DOI: [10.1016/j.msec.2017.04.023](https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.04.023).
10. Макклиток Ф., Аргон А. Деформация и разрушение материалов. М.: Мир, 1970. 444 с.
11. Утяшев Ф.З., Рааб Г.И. Деформационные методы получения и обработки ультрамелкозернистых и наноструктурных материалов. Уфа: Гилем, 2013. 375 с.
12. Утяшев Ф.З., Рааб Г.И., Валитов В.А. Деформационное наноструктурирование металлов и сплавов. СПб.: Научно-технологические, 2020. 185 с.
13. Рааб Г.И., Фахретдинова Э.И., Валиев Р.З., Трифонов Л.П., Фролов В.Ф. Компьютерное исследование влияния геометрии оснастки на деформационные параметры пластической обработки алюминиевой катанки методом Мульти-РКУП-Конформ // *Металлург*. 2015. № 11. С. 22–27. EDN: [VLLZSD](https://doi.org/10.1016/j.vllzsd).
14. Киселевский М.В., Анисимова Н.Ю., Полоцкий Б.Е., Мартыненко Н.С., Лукьянова Е.А., Ситдикова С.М., Добаткин С.В., Estrin Yu.Z. Биоразлагаемые магниевые сплавы – перспективные материалы медицинского назначения (обзор) // *Современные технологии в медицине*. 2019. Т. 11. № 3. С. 146–157. DOI: [10.17691/stm2019.11.3.18](https://doi.org/10.17691/stm2019.11.3.18).
15. Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю., Ушанова Э.А. Анализ разориентированных структур в модельном соединении медь-медь, полученном сваркой взрывом // *Журнал технической физики*. 2014. Т. 84. № 12. С. 81–95. EDN: [SNWEMP](https://doi.org/10.1016/j.snwemp).
16. Рябичева Л.А., Нагорный Е.В. Влияние температуры и скорости деформации на упрочнение порошковых двухкомпонентных систем при повышенных температурах // *Сборник научных трудов Донбасского государственного технического университета*. 2018. № 12. С. 33–37. EDN: [VQAWWM](https://doi.org/10.1016/j.vqawwm).
17. Утяшев Ф.З. Особенности интенсивной пластической деформации и структурообразования металла // *Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного технического университета. Физико-математические науки*. 2013. № 4-1. С. 204–212. EDN: [RSZXBP](https://doi.org/10.1016/j.rszxbp).
18. Zheng Y., Xu X., Xu Z., Wang J., Cai H. *Metallic Biomaterials. New Directions and Technologies*. Weinheim: Wiley, 2017. 307 p. DOI: [10.1002/9783527342440](https://doi.org/10.1002/9783527342440).
19. Худододова Г.Д., Кулясова О.Б., Нафиков Р.К., Исламгалиев Р.К. Структура и механические свойства биомедицинского магниевых сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 2. С. 105–112. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-2-105-112](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-2-105-112).
20. Bowen P.K., Drelich J., Goldman J. Zinc exhibits ideal physiological corrosion behavior for bioabsorbable stents // *Advanced Materials*. 2013. Vol. 25. № 18. P. 2577–2582. DOI: [10.1002/adma.201300226](https://doi.org/10.1002/adma.201300226).

REFERENCES

1. Vinogradov A.Yu., Vasilev E.V., Linderov M.L., Merson D.L., Rzhetskaya E.O. The influence of equal channel angular pressing on the structure and mechanical properties of magnesium Mg-Zn-Ca alloys. *Science Vector of Togliatti State University*, 2015, no. 4, pp. 18–24. DOI: [10.18323/2073-5073-2015-4-18-24](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2015-4-18-24).
2. Friedrich H.E., Mordike B.L. *Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications*. Berlin, Springer, 2006. 677 p.
3. Khlusov I.A., Mitrichenko D.V., Prosolov A.B., Nikolaeva O.O., Slepchenko G.B., Sharkeev Yu.P. Short review of the biomedical properties and application of magnesium alloys for bone tissue bioengineering. *Bulletin of Siberian Medicine*, 2019, vol. 18, no. 2, pp. 274–286. DOI: [10.20538/1682-0363-2019-2-274-286](https://doi.org/10.20538/1682-0363-2019-2-274-286).

4. Schinhammer M., Hänzi A.C., Löffler J.F., Uggowitzer P.J. Design strategy for biodegradable Fe-based alloys for medical applications. *Acta Biomaterialia*, 2010, vol. 6, no. 5, pp. 1705–1713. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.07.039](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.07.039).
5. Pierson D., Edick J., Tauscher A., Pokorney E., Bowen P., Gelbaugh J., Stinson J., Getty H., Lee C.H., Drelich J., Goldman J. A simplified in vivo approach for evaluating the bioabsorbable behavior of candidate stent materials. *Journal of Biomedical Materials Research – Part B Applied Biomaterials*, 2012, vol. 100B, no. 1, pp. 58–67. DOI: [10.1002/jbm.b.31922](https://doi.org/10.1002/jbm.b.31922).
6. Lia G., Yanga H., Zhenga Y., Chen X.-H., Yang J.-A., Zhu D., Ruan L., Takashima K. Challenges in the use of zinc and its alloys as biodegradable metals: Perspective from biomechanical compatibility. *Acta Biomaterialia*, 2019, vol. 97, pp. 23–45. DOI: [10.1016/j.actbio.2019.07.038](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.07.038).
7. Faraji G., Kim H.S., Kashi H.T. Severe Plastic Deformation Methods for Bulk Samples. *Severe Plastic Deformation: Methods, processing and properties*. Elsevier, 2018. Chapter 2, pp. 37–112. DOI: [10.1016/B978-0-12-813518-1.00002-3](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813518-1.00002-3).
8. Dambatta M.S., Izman S., Kurniawan D., Hermawan H. Processing of Zn-3Mg alloy by equal channel angular pressing for biodegradable metal implants. *Journal of King Saud University – Science*, 2017, vol. 29, no. 4, pp. 455–461. DOI: [10.1016/j.jksus.2017.07.008](https://doi.org/10.1016/j.jksus.2017.07.008).
9. Sikora-Jasinska M., Mostaed E., Mostaed A., Beanland R., Mantovani D., Vedani M. Fabrication, mechanical properties and in vitro degradation behavior of newly developed Zn-Ag alloys for degradable implant applications. *Materials Science and Engineering C*, 2017, vol. 77, pp. 1170–1181. DOI: [10.1016/j.msec.2017.04.023](https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.04.023).
10. McClintok F., Argon A. *Deformatsiya i razrushiniya materialov* [Deformation and destruction of materials]. Moscow, Mir Publ., 1970. 444 p.
11. Utyashev F.Z., Raab G.I. *Deformatsionnye metody polucheniya i obrabotki ultramelkozernistykh i nanostrukturnykh materialov* [Deformation methods of obtaining and processing ultrafine-grained and nanostructured materials]. Ufa, Gilem Publ., 2013. 375 p.
12. Utyashev F.Z., Raab G.I., Valitov V.A. *Deformatsionnoe nanostrukturirovanie metallov i splavov* [Deformation nanostructuring of metals and alloys]. Saint Petersburg, Naukoemkie tekhnologii Publ., 2020. 185 p.
13. Raab G.I., Fakhretdinova E.I., Valiev R.Z., Trifonenkov L.P., Frolov V.F. Computer study of the effect of tooling geometry on deformation parameters in the plastic shaping of aluminum wire rod by Multi-ECAP-Conform. *Metallurgist*, 2016, vol. 59, no. 11–12, pp. 1007–1014. DOI: [10.1007/s11015-016-0207-9](https://doi.org/10.1007/s11015-016-0207-9).
14. Kiselevsky M.V., Anisimova N.Yu., Polotsky B.E., Martynenko N.S., Lukyanova E.A., Sitdikova S.M., Dobatkin S.V., Estrin Yu.Z. Biodegradable magnesium alloys as promising materials for medical applications (review). *Modern technologies in medicine*, 2019, vol. 11, no. 3, pp. 146–157. DOI: [10.17691/stm2019.11.3.18](https://doi.org/10.17691/stm2019.11.3.18).
15. Rybin V.V., Zolotarevskii N.Y., Ushanova E.A. Analysis on the misoriented structures in the model copper-copper compound formed by explosion welding. *Technical physics*, 2014, vol. 59, no. 12, pp. 1819–1832. DOI: [10.1134/S106378421412024X](https://doi.org/10.1134/S106378421412024X).
16. Ryabicheva L.A., Nagorny E.V. Effect of temperature and strain rate on hardening a powder two-component system at elevated temperatures. *DonSTI scientific works collection*, 2018, no. 12, pp. 33–37. EDN: [VQWAWM](https://doi.org/10.1007/9783527342440).
17. Utyashev F.Z. The peculiarities of severe plastic deformation and structure formation of metal. *SPbPU Journal – Physics and Mathematics*, 2013, no. 4-1, pp. 204–212. EDN: [RSZXBP](https://doi.org/10.1002/9783527342440).
18. Zheng Y., Xu X., Xu Z., Wang J., Cai H. *Metallic Biomaterials. New Directions and Technologies*. Weinheim, Wiley, 2017. 307 p. DOI: [10.1002/9783527342440](https://doi.org/10.1002/9783527342440).
19. Khudododova G.D., Kulyasova O.B., Nafikov R.K., Islamgaliev R.K. The structure and mechanical properties of biomedical magnesium alloy Mg-1%Zn-0,2%Ca. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 105–112. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-2-105-112](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-2-105-112).
20. Bowen P.K., Drelich J., Goldman J. Zinc exhibits ideal physiological corrosion behavior for bioabsorbable stents. *Advanced Materials*, 2013, vol. 25, no. 18, pp. 2577–2582. DOI: [10.1002/adma.201300226](https://doi.org/10.1002/adma.201300226).

The study of influence of temperature and speed conditions on the mechanical properties of bioresorbable Zn–4Ag–Cu zinc alloy during equal-channel angular pressing

© 2022

Elvira I. Fakhretdinova*^{1,5}, PhD (Engineering), junior researcher, senior lecturer of Chair of Materials Science and Physics of Metals

Elvira D. Khafizova^{1,6}, PhD (Engineering), senior researcher

Rashid N. Asfandiyarov^{1,2,7}, PhD (Engineering), junior researcher, assistant professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals

Georgy I. Raab³, Doctor of Sciences (Engineering), leading researcher

Rinat K. Islamgaliev¹, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals

Aleksandr S. Semenov⁴, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, Director

¹Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)

²Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences, Ufa (Russia)

³Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk (Russia)

⁴Mirny Polytechnic Institute (branch) of North-Eastern Federal University, Mirny (Russia)

*E-mail: yelka89@mail.ru

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9007-7391>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5522-4314>

Received 29.04.2022

Accepted 28.07.2022

Abstract: Recently, innovative medical techniques for restoring lost functions of patients have been actively developed, in which the use of bio-soluble (bioresorbable) materials is of particular importance. Such materials include alloys based on Mg, Fe, and Zn, and can significantly reduce the cost of surgical operations and shorten the duration of treatment. However, these metals have such disadvantages as insufficient strength and increased fragility to be used in medical implants. Therefore, increasing the mechanical characteristics of bioresorbable alloys is an urgent problem. In this work, the authors solve this problem using an advanced method of plastic treatment – severe plastic deformation (SPD), which, due to active initial structure refinement to nano- and ultrafine state, allows effective improvement of the mechanical strength of metal materials. The authors used the most effective and well-spread SPD method – equal-channel angular pressing (ECAP). The paper presents the results of computer ECAP research of Zn–4Ag–Cu zinc alloy at different deformation rates (0.4 and 7.8 mm/sec) and temperature conditions (150, 200 °C) chosen based on equipment performance potential and conditions to ensure thermal stability of the structure. The patterns of distribution of accumulated deformation degree, deformation rate, average stress values, and temperature-force conditions are obtained. According to the results of computer modeling, the authors recommended carrying out ECAP processing at the temperature of 150, 200 °C and a speed of 0.4 mm/s, which ensures a uniform thermal field at the deformation zone. During the experimental work according to the selected modes, the authors obtained samples after four ECAP cycles, which had advanced mechanical properties improving performance characteristics. The increased strength will allow minimizing the implants' sizes ensuring less trauma during their installation and faster dissolution in the physiological environment of the body when retaining functionality.

Keywords: zinc alloys; equal-channel angular pressing; computer simulation; microhardness; tensile strength.

Acknowledgements: The study was financially supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the state assignment of the Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “USATU” (agreement No. 075-03-2022-318/1) “Youth Research Laboratory of the REC “Metals and Alloys under the Extreme Conditions”.

The study of strength properties of ECAP specimens was funded by the RFBR and TUBITAK, within the scientific project No. 21-53-46017.

For citation: Fakhretdinova E.I., Khafizova E.D., Asfandiyarov R.N., Raab G.I., Islamgaliev R.K., Semenov A.S. The study of influence of temperature and speed conditions on the mechanical properties of bioresorbable Zn–4Ag–Cu zinc alloy during equal-channel angular pressing. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3, pp. 68–78. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-3-2-68-78.