

Особенности эволюции микроструктуры при температурно-скоростном деформировании магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y

© 2024

*Кудашева Кристина Камильевна**, инженер НИИ прогрессивных технологий
*Линдеров Михаил Леонидович*¹, кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий
*Брилевский Александр Игоревич*², младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий
*Данюк Алексей Валериевич*³, кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий
*Ясников Игорь Станиславович*⁴, доктор физико-математических наук, доцент,
профессор кафедры «Общая и теоретическая физика»,
ведущий научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий
*Мерсон Дмитрий Львович*⁵, доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИИ прогрессивных технологий

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8655-4191>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6120-7836>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Поступила в редакцию 15.06.2023

Принята к публикации 26.07.2023

Аннотация: Биосовместимость делает сплавы магния привлекательными функциональными материалами с точки зрения их использования в качестве биорезорбируемых имплантатов. Однако технологии изготовления полуфабрикатов несут в себе возможное варьирование локальной скорости деформации и температуры в достаточно широком диапазоне, что сказывается на структуре и свойствах обрабатываемого материала. Цель исследования состоит в определении диапазона температур и стойкостей деформации, при которых не происходит отрицательного влияния на основные структурные характеристики обрабатываемого материала, на примере сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y. Проведены механические испытания биоразлагаемого магниевого сплава Mg–1Zn–2,9Y при различных температурах и скоростях деформации. Раскрыто влияние температур в диапазоне 20...400 °C на структуру и свойства сплава системы Mg–Zn–Y. Начиная с температуры 350 °C, процесс динамической рекристаллизации сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных характеристиках материала. Выявлена высокая термостабильность биоразлагаемого магниевого сплава Mg–1Zn–2,9Y, что, вероятно, объясняется наличием в нем LPSO-фазы. Показано, что деформационный процесс сопровождается двойникованием. При скорости деформации $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ во всем температурном диапазоне распределение зерен по размерам несколько сужается и смещается в сторону меньших диаметров. Использование полученных результатов в технологических процессах изготовления полуфабрикатов медицинского назначения поможет решить проблему нестабильности микроструктуры на стадии перехода от полуфабриката в изделие при последующих термомеханических обработках.

Ключевые слова: магниевые сплавы медицинского назначения; биоразлагаемые магниевые сплавы; Mg–1Zn–2,9Y; температурно-скоростная деформация; сплав медицинского назначения; магниевые сплавы; динамическая рекристаллизация; эволюция микроструктуры.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках реализации научного проекта № 20-19-00585.

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

Для цитирования: Кудашева К.К., Линдеров М.Л., Брилевский А.И., Данюк А.В., Ясников И.С., Мерсон Д.Л. Особенности эволюции микроструктуры при температурно-скоростном деформировании магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 37–47. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-4.

ВВЕДЕНИЕ

Биоразлагаемые магниевые сплавы в последнее время привлекли к себе внимание разработчиков материалов медицинского назначения благодаря своим привлекательным свойствам, в том числе остеоинтеграции [1; 2]. По сути, они образовали отдельный класс биоразлагаемых металлических материалов нового поколения. По сравнению с другими металлическими материалами, используемыми в качестве ортопедических имплантатов, такими как титан, титановые сплавы и нержавеющие стали, модуль упругости магниевых сплавов наиболее близок по значению к модулю упругости костной ткани человека [3]. Более того, магний и его сплавы уже используются в качестве временных имплантатов, полностью деградирующих в биологической среде (*in vivo*), замещающих новообразованной костью, что исключает необходимость повторного хирургического вмешательства для удаления имплантата. Многие исследования доказали, что магниевые сплавы являются безопасными и эффективными материалами для медицинских имплантатов [3–5]. Ионы магния, выделившиеся из сплава, показали хорошую биологическую активность [6–8]. Сплав магния, имплантированный в организм человека, постепенно разрушается (растворяется) и абсорбируется [9], а избыточные ионы магния выводятся из организма человека в результате метаболизма. Отсутствие необходимости в повторных операциях по удалению имплантатов значительно снижает заболеваемость и риск травматизма. Эта особенность делает их чрезвычайно привлекательными для рынка биоразлагаемых металлических имплантатов, предназначенных для восстановления костей, требующих временной поддержки.

Несмотря на все преимущества, магний и его сплавы характеризуются относительно низкой прочностью и коррозионной стойкостью. Было проведено множество исследований по улучшению их механических свойств и коррозионной стойкости путем легирования [10; 11]. Например, добавление редкоземельных металлов способствует динамической рекристаллизации магниевых сплавов и повышает прочность на растяжение без потери пластичности [12; 13]. Добавление иттрия (Y) может одновременно улучшить и пластичность [14], и коррозионную стойкость [15] магниевых сплавов. Кроме того, существенное улучшение свойств магниевых сплавов возможно за счет модификации поверхности [16].

В настоящее время большое внимание уделяется упрочнению магния и его сплавов методами, основанными на интенсивной пластической деформации (ИПД), в частности всесторонней изотермической ковкой [17]. Магний и его сплавы плохо деформируются, поскольку имеют гексагональную плотноупакованную решетку и всего две первичные системы скольжения: $(0001)\langle 1120 \rangle$ и $(1010)\langle 1120 \rangle$ [18]. Для увеличения числа возможных систем скольжения обычно требуется повышение температуры деформационной обработки, что естественным образом негативно сказывается на конечных свойствах материала [19].

Современная технология изготовления изделий макроскопических размеров из магния и его сплавов достаточно хорошо разработана, однако для большинства изделий медицинского назначения требуются полуфабрикаты малых размеров в одном или двух измерениях (фольга, тонкостенные трубки, проволока и пр.).

Изготовление подобных полуфабрикатов связано с применением технологий больших деформаций (вытяжка, прокатка, экструзия). Разработка технологии производства изделий медицинского назначения невозможна без знания температурно-скоростного поведения сплавов в процессе активной деформации. В то же время конечная цель состоит не только в разработке технологии получения тонкостенных полуфабрикатов, но и в формировании требуемых функциональных свойств, которые в значительной мере определяются характеристиками микроструктуры.

Поскольку микроструктура металлов и сплавов формируется в результате динамических перестроек дефектного ансамбля, а акустическая эмиссия (АЭ), возникающая при их деформации, является уникальным явлением, способным прецизионно отражать дефектную динамику [20], то в данной работе мы будем использовать АЭ как экспериментальный метод контроля и диагностики эволюции дефектного ансамбля *in situ*, в т. ч. для контроля возможных процессов рекристаллизации.

Цель работы – определение влияния температурно-скоростных факторов на возможные процессы рекристаллизации и параметры микроструктуры сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материал и образцы

Для проведения исследований выбран низколегируемый сплав номинального состава Mg–1Zn–2,9Y (ат. %), который изготавливали в ООО «СОМЗ» (г. Соликамск) на основе чушкового магния Mg95B.

Химический состав изготовленного сплава определяли с помощью высокоточного оптического эмиссионного спектрометра ARL 4460-1632. Результаты анализа химического состава приведены в таблице 1.

От полученных отливок отрезали торцевые участки, содержащие литейные дефекты, а для удаления поверхностных дефектов отливки протачивали на токарном станке. После механической обработки заготовки подвергали гомогенизационному отжигу в течение 24 ч при 430 °С.

Всестороннюю изотермическую ковку (ВИК) осуществляли на производственной базе ИПСМ РАН (г. Уфа). При выполнении каждого циклаковки суммарная степень деформации ϵ составляла порядка 1,4. ВИК реализовали с помощью гидравлического пресса ПА2638 (630 тс), оснащенного изотермическим штамповым блоком УИШБ 510 с плоскими бойками и индукционным нагревателем. Суммарно заготовка претерпела 16 цикловковки в интервале температур 325...400 °С. На конечном этапе для получения пластин заготовка была осажена на прессе при 325 °С.

Механические свойства полученного материала оценивали с использованием цилиндрических образцов двух типов, которые были изготовлены в соответствии с чертежами (рис. 1). Для массовых испытаний образцы имели рабочую часть диаметром 5 мм и длиной 25 мм (рис. 1 а), а для испытаний с регистрацией АЭ образцы были более массивными: диаметром 8 мм, длиной 40 мм и с лыской для установки датчика АЭ (рис. 1 б). Продольная ось образцов соответствовала направлению раздачи (RD) после осадки.

Таблица 1. Химический состав сплава системы Mg–Zn–Y
Table 1. Chemical composition of the Mg–Zn–Y system alloy

Сплав	Легирующие элементы, ат. %				
	Mg	Zn	Y	Zr*	Сумма остального
Mg–1Zn–2,9Y	Основа	0,8	2,2	0,076	0,1

Примечание. *Цирконий добавляется в расплав для снижения содержания примесей железа и измельчения зерна.
Note. *Zirconium is added to a melt to reduce the content of iron impurities and grain refinement.



Рис. 1. Образцы для механических испытаний: *a* – для массовых температурно-скоростных испытаний; *b* – с лыской для испытаний с одновременной регистрацией сигнала акустической эмиссии
Fig. 1. Specimens for mechanical tests: *a* – for mass temperature-speed tests; *b* – with a flat for tests with simultaneous recording of an acoustic emission signal

Методика проведения эксперимента

Испытания образцов на одноосное растяжение проводили на универсальной сервогидравлической испытательной системе Instron 8802 (Англия) с номинальными скоростями деформирования: $5 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-3}$, $2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, с применением климатической камеры Instron 3119-406 при температурах: 20, 100, 150, 200, 250, 300 и 400 °С (контроль равномерности нагрева осуществляли с помощью термопар).

Были проведены дополнительные испытания:

1) сплав в исходном состоянии выдержали в печи при 400 °С (время выдержки было выбрано равным времени испытания образца со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ на 8 %);

2) сплав в исходном состоянии продеформировали на 8 % со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре, а затем выдержали в печи при 400 °С (время выдержки было выбрано равным времени испытания образца со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ на 8 %).

Деформацию измеряли с помощью экстензометра марки Epsilon 3448 (поз. 3 на рис. 2).

Для регистрации сигнала АЭ использовали аппаратуру, которая состоит из широкополосного пьезоэлектрического преобразователя MSAE-1300WB («Микросенсорс»,

г. Саров) с рабочим диапазоном частот 50...1300 кГц; малошумящего предварительного усилителя РАС 2/4/6 (США) с полосой пропускания 10...1200 кГц и усилением +60 дБ; малошумящей системы регистрации РАС РС1-2, позволяющей записать сигнал в память компьютера в потоковом режиме (стрим) с разрешением 16 бит и частотой дискретизации сигнала 2 МГц, диапазон пропускания входного фильтра 100...1000 кГц, дополнительное усиление +6 дБ. После испытаний записанный стрим последовательно делили на фреймы длительностью 4096 отсчетов, для каждого из которых вычисляли энергию (E) и медианную частоту (fm) (частота, разделяющая площадь под кривой мощности спектральной плотности на две равные части) и синхронизировали ее с кривой деформации. Более подробно методика АЭ отражена в нашей ранней работе [20].

Исследование микроструктуры было проведено на образцах на растяжение в поперечном сечении (ТД) в середине рабочей базы. Анализ микроструктур был выполнен методом EBSD. Подготовка металлографических шлифов осуществлялась путем шлифования на наждачной бумаге разной зернистости, полирования с использованием алмазной суспензии (с размером частиц начиная от 9 мкм и заканчивая 0,25 мкм)

и финишной ионной полировкой Hitachi IM4000 Plus (Япония) (наклон 3° к поверхности, ускорение 6 кВ и разряд 1,5 кВ, газ аргон 0,1 см³/мин и 25 об/мин 1–2 ч).

Для оценки параметров микроструктуры применяли растровый электронный микроскоп Zeiss Sigma (Carl Zeiss, Германия), оснащенный катодом TFE и детектором дифракции обратно рассеянных электронов EDAX/TSL (EDAX, Махва, Нью-Джерси, США). Сканирование микроструктуры реализовывалось с шагом 250...350 нм, критерий достоверности структурного элемента – 6–8 точек с сопоставленной ориентировкой в пределах 5° . По полученным картам структуры были построены гистограммы углов разориентировки границ зерен и размеров зерна. В качестве оценки размера зерна выбран диаметр окружности с эквивалентной площадью.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исходная микроструктура сплава Mg–1Zn–2,9Y (рис. 3 а) состоит из мелких зерен (средний диаметр $(1,5 \pm 0,7)$ мкм), слегка вытянутых в результате осадки сплава после проведения ВИК. Распределение зерен по размерам является логнормальным (рис. 3 б), а на гистограмме по углам разориентировки (рис. 3 с) выявляется максимум в районе угла в 30° .

В качестве примера на рис. 4 приведены механические диаграммы испытания образцов на одноосное растяжение при температурах 20 (рис. 4 а) и 200 °С (рис. 4 б) с тремя скоростями деформирования.

Из-за того, что уровень сигналов АЭ даже при комнатной температуре испытаний оказался очень низким, удалось провести корректные испытания только для самой высокой скорости деформирования ($2 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹). В качестве примера на рис. 5 приведены диаграммы параметров АЭ, совмещенные с кривой одноосного растяжения, в диапазоне температур испытаний 20–250 °С и со скоростью деформирования $2 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹.

При повышенных температурах механических испытаний на представленных диаграммах (рис. 5 б–д) отмечается резкий переход к пластическим деформациям, напоминающий зуб текучести, чего не наблюдается в испытаниях при комнатной температуре. Отмечено также присутствие на диаграмме двух изломов. В этом промежутке (от зуба текучести до последнего излома) деформация сопровождается достаточно мощной АЭ.

Исследование микроструктуры в образцах, испытанных при максимальной скорости деформации $2 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹ при температурах 150, 200, 250 и 300 °С, проводили после остановки нагружения при общей деформации 4, 8 и 16 %. В качестве примера представлен вид микроструктуры (рис. 6 а), а также гистограммы распределений по размерам зерна (рис. 6 б) и углам разориентировки (рис. 6 с) после испытаний при температуре 250 °С и со степенью деформации 16 %.

По результатам проведенных исследований существенных изменений в структуре по сравнению с исходным состоянием (рис. 3) при всех температурах и степенях деформации не было выявлено. Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, вероятно, связано с наличием в нем LPSO-фазы.

Так как в диапазоне температур 20...300 °С существенных изменений в структуре не происходило, с целью нахождения границы такой «нечувствительности» было принято решение дополнительно испытать

образцы со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹ до деформации 8 % при 350 и 400 °С. Как видно, в этих случаях микроструктура (рис. 7, 8) состоит уже из более крупных зерен, а пик на гистограмме распределения границ зерен по углам разориентировки сместился ближе к $\sim 90^\circ$.

Для того чтобы выяснить причины роста среднего размера зерна, которые могут быть связаны с динамической или статической рекристаллизацией, были проведены дополнительные исследования. На рис. 9 и 10 показаны микроструктуры образцов, а также распределения зерен по размерам и границ по углам разориентировки после выдержки при 400 °С (рис. 9) и после выдержки при 400 °С сплава Mg–1Zn–2,9Y, предварительно деформированного на 8 % при комнатной температуре со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹ (рис. 10).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При самой высокой температуре испытаний с регистрацией АЭ (250 °С) зависимость медианной частоты от времени (деформации) носит осциллирующий характер (рис. 5 д). По нашей гипотезе это может быть связано с характером рекристаллизации, в частности с тем, что в сплаве Mg–1Zn–2,9Y процесс динамической рекристаллизации идет непрерывно (не совпадает по времени в пространственно разделенных областях металла) из-за наличия в нем LPSO-фазы.

Исследование микроструктуры в образцах, испытанных при максимальной скорости деформации $2 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹ при температурах испытаний 150, 200, 250 и 300 °С, проведенных после остановки нагружения при общей деформации 4, 8 и 16 % (рис. 6), не показало существенных изменений по сравнению с исходным состоянием (рис. 3). Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, вероятно, связано с наличием в нем LPSO-фазы. Однако выявлены следующие особенности:

1) во всех случаях, кроме исходного состояния, на гистограммах углов разориентировки появляется высокоугловая составляющая (пик вблизи 90°), связанная с двойниковыми границами (рис. 6 с), т. е. во всех исследованных случаях присутствовало механическое двойникование;

2) при самой большой скорости деформации при всех температурах распределение зерен по размерам сужается и смещается в сторону меньших диаметров по отношению к исходному состоянию, что положительно влияет на функциональные характеристики материала.

Сравнение результатов воздействия температуры 400 °С на материал, находящийся в статическом состоянии (в исходном (рис. 9) и деформированном на 8 % (рис. 10)), с результатом воздействия той же температуры, но в динамическом режиме (при активной деформации (рис. 8)), демонстрирует коренные изменения. Если в динамическом режиме при температуре 400 °С по сравнению с меньшими температурами происходит рост среднего размера зерна, но при низкой разноразмерности (рис. 8 а, 8 б), то в статическом режиме при температуре 400 °С идет процесс неоднородной рекристаллизации с образованием прослоек крупных зерен (рис. 9 а, 9 б), который еще более явно проявляется после предварительной деформации на 8 % (рис. 10 а, 10 б).

Таким образом, начиная с температуры 350 °С, в исследуемом сплаве процесс динамической рекристаллизации

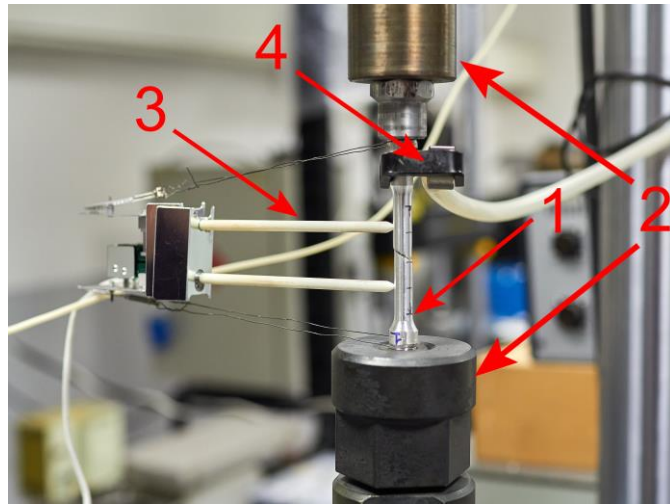
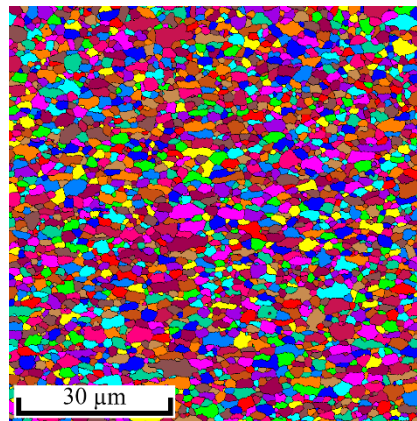
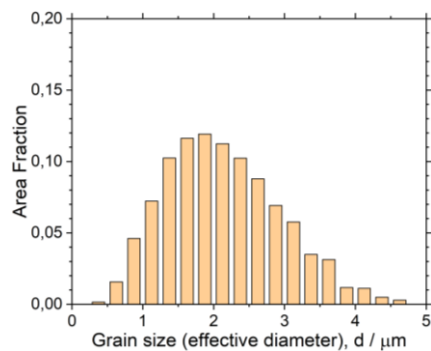


Рис. 2. Установка для испытаний на одноосное растяжение образцов:
1 – образец; 2 – захваты; 3 – экстензометр; 4 – датчик акустической эмиссии

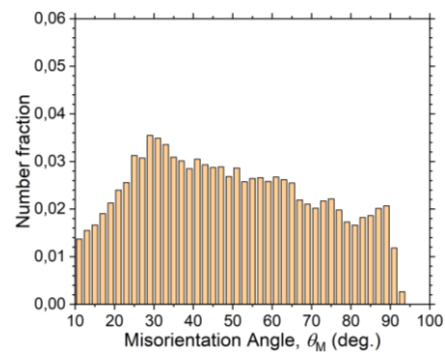
Fig. 2. A unit for uniaxial tensile tests of specimens:
1 – specimen; 2 – jaws; 3 – extensometer; 4 – acoustic emission sensor



a



b



c

Рис. 3. Микроструктура (a), распределение зерен по размерам (b) и распределение по углам разориентировки (c) сплава Mg–1Zn–2.9Y в исходном состоянии

Fig. 3. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy in the initial state

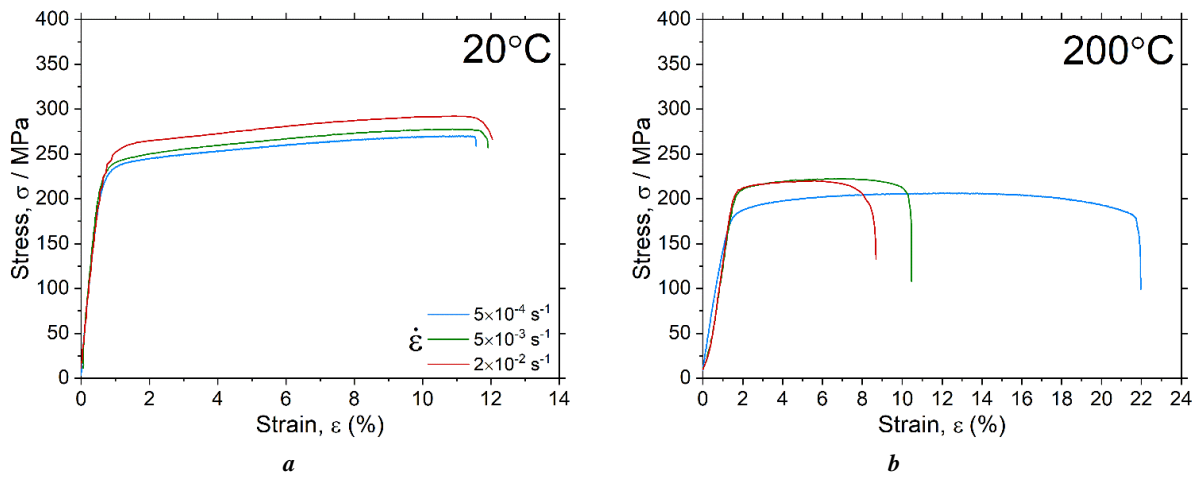


Рис. 4. Диаграммы механических испытаний в координатах «напряжение – деформация» для трех скоростей деформации при температурах 20 °С (а) и 200 °С (б)

Fig. 4. Diagrams of mechanical tests in the “stress – strain coordinates” for three rates of deformation at temperatures of 20 °C (a) and 200 °C (b)

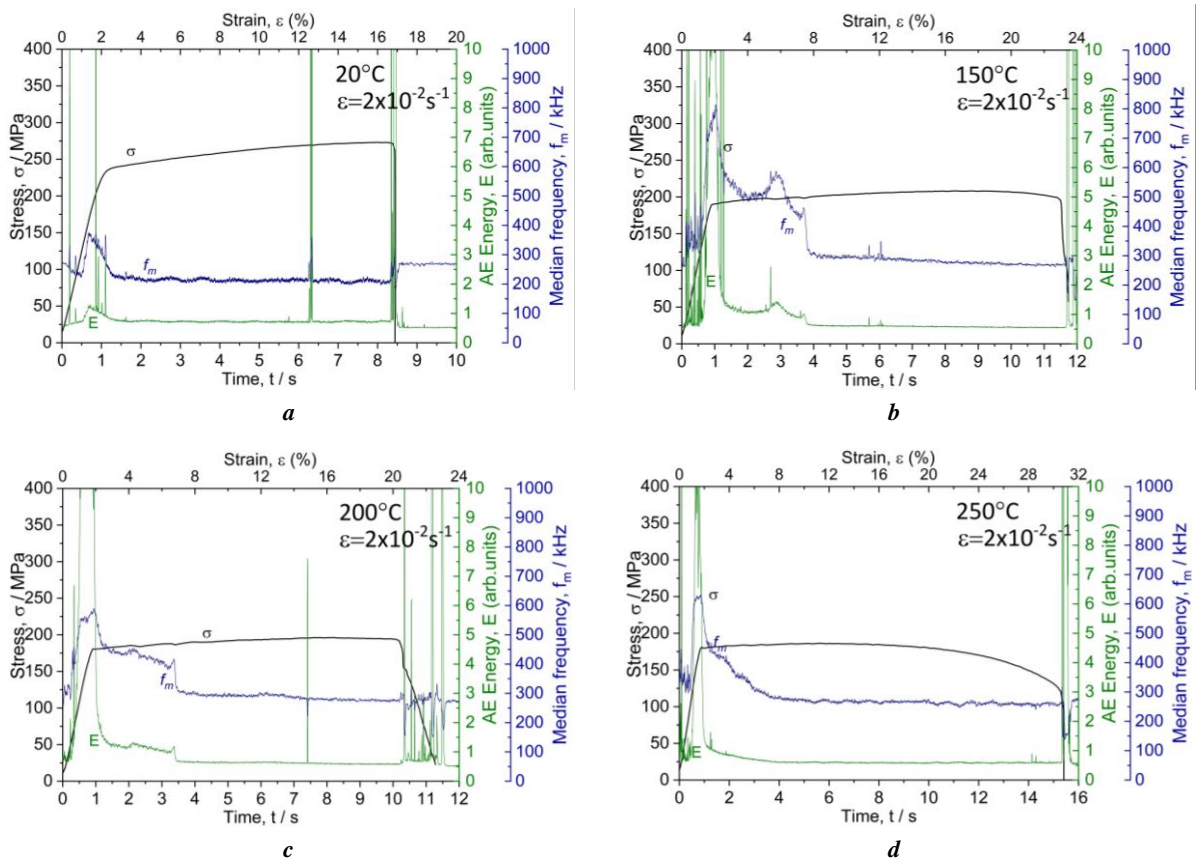


Рис. 5. Диаграммы параметров сигнала акустической эмиссии, совмещенные с кривой одноосного растяжения при температурах испытаний 20 °С (а), 150 °С (б), 200 °С (с) и 250 °С (д) и скоростью деформирования $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$

Fig. 5. Diagrams of acoustic emission signal parameters brought in coincidence with the curve of uniaxial tension at test temperatures of 20 °C (a), 150 °C (b), 200 °C (c), and 250 °C (d) and deformation rate of $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

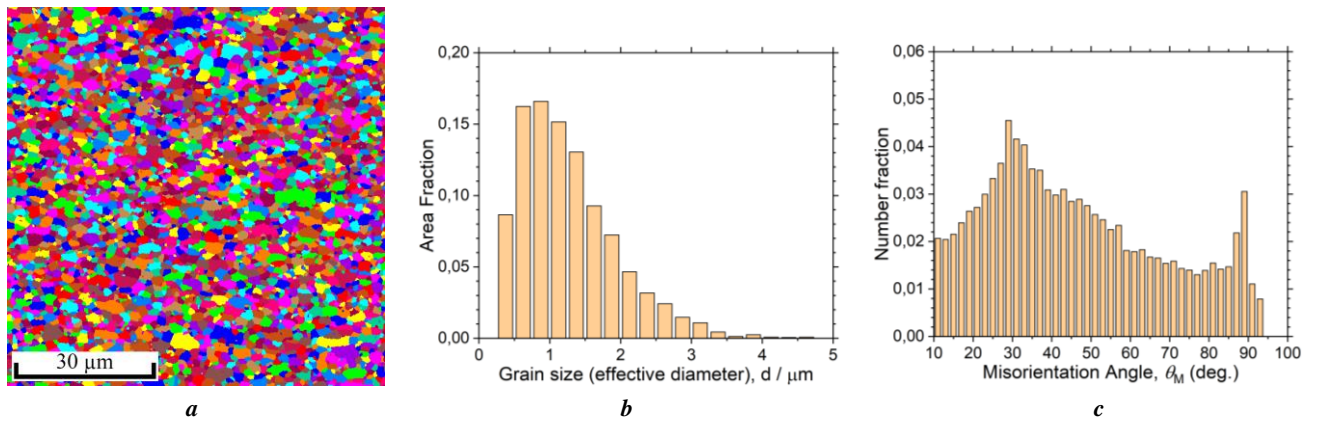


Рис. 6. Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 250 °C со скоростью деформации $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ и степенью деформации 16 %

Fig. 6. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 250 °C with a deformation rate of $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ and deformation degree of 16 %

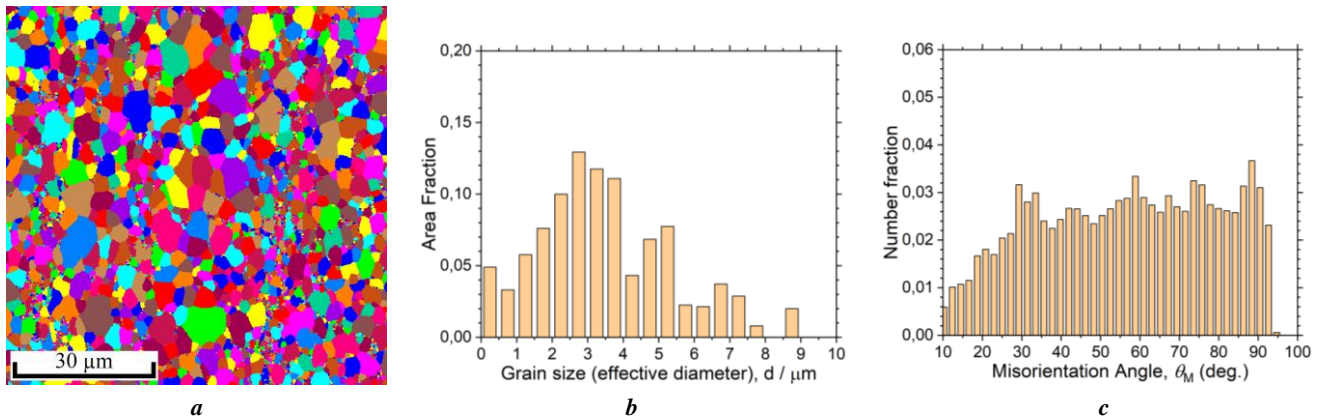


Рис. 7. Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 350 °C со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и степенью деформации 8 %

Fig. 7. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 350 °C with a deformation rate of $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and deformation degree of 8 %

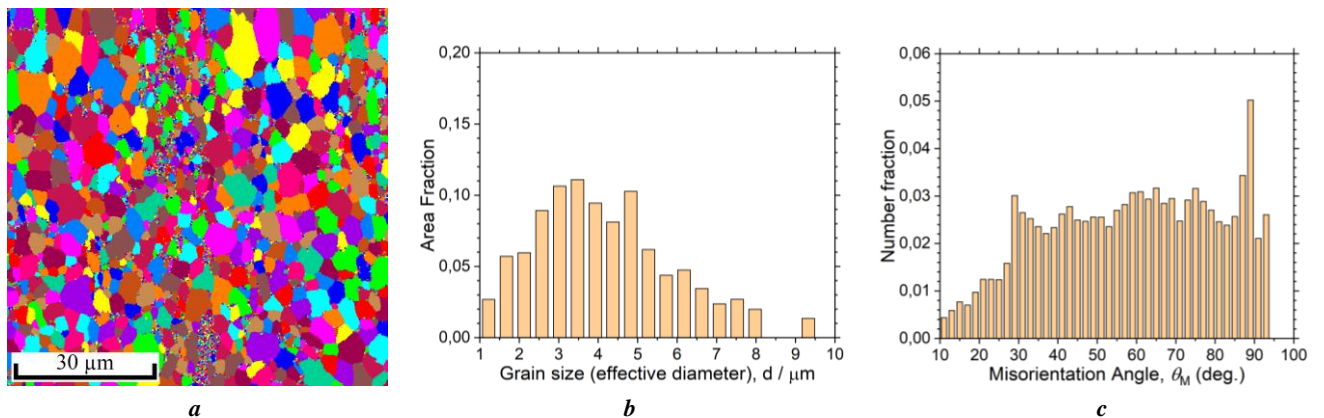


Рис. 8. Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 400 °C со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и степенью деформации 8 %

Fig. 8. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 400 °C with a deformation rate of $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and deformation degree of 8 %

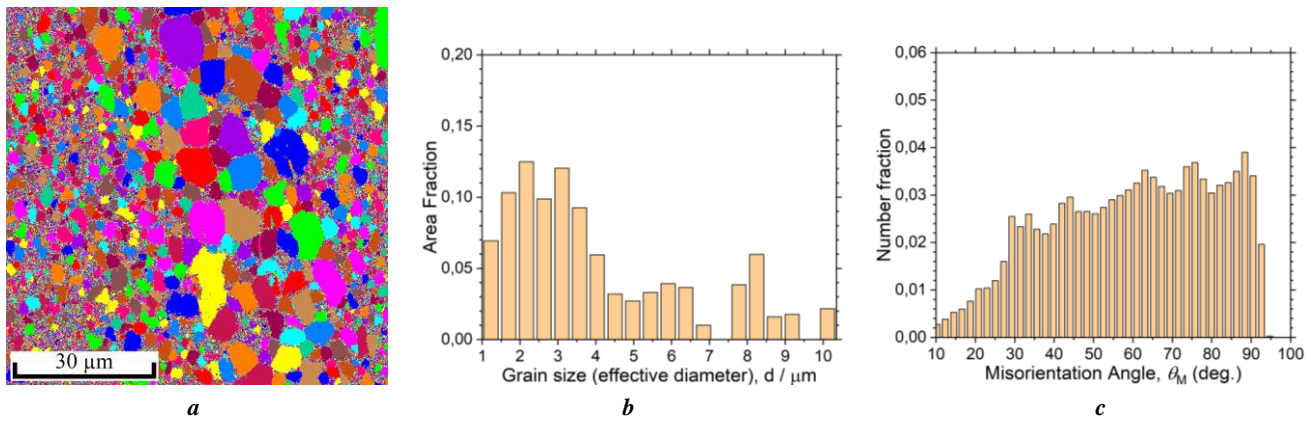


Рис. 9. Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после выдержки при температуре 400 °С
Fig. 9. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after soaking at a temperature of 400 °C

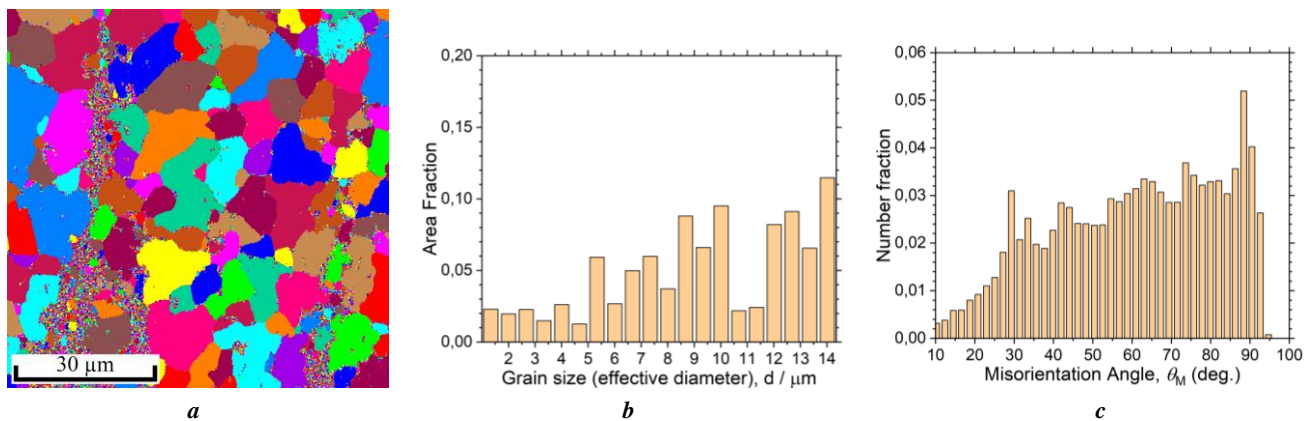


Рис. 10. Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после деформации 8 % при комнатной температуре со скоростью деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и дальнейшей выдержке при 400 °С
Fig. 10. Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after 8 % deformation at room temperature with a deformation rate of $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and further soaking at 400 °C

сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных параметрах сплава Mg–1Zn–2,9Y.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

По результатам механических испытаний магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y было установлено, что в диапазоне температур (150–300) °С и скоростей ($5 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-2}$) c^{-1} испытаний существенных изменений в структуре по сравнению с исходным состоянием (после всесторонней изотермической ковки) не происходит. Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, очевидно, объясняется наличием в нем LPSO-фазы. Формирование на гистограммах распределения границ по углам разориентировки пика вблизи 90° свидетель-

ствует о значительной роли процесса двойникования в общем деформационном процессе. Кроме того, при самой высокой скорости деформации во всем температурном диапазоне распределение зерен по размерам несколько сужается и смещается в сторону меньших диаметров, что положительно влияет на микроструктуру сплава Mg–1Zn–2,9Y и функциональные характеристики материала.

Начиная с температуры 350 °С, процесс динамической рекристаллизации сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных характеристиках материала и является недопустимым с точки зрения варьирования технологических параметров.

Таким образом, сплав Mg–1Zn–2,9Y в состоянии после всесторонней изотермической ковки обладает тер-

моустойчивой мелкозернистой структурой, что позволяет нивелировать негативное влияние возможных колебаний технологических параметров формообразования в диапазоне температур (150 ± 300) °C и скоростей ($5\cdot 10^{-4}\div 2\cdot 10^{-2}$) с⁻¹ деформации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review // *Journal of Functional Biomaterials*. 2017. Vol. 8. № 4. Article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
- Li Nan, Zheng Yufeng. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review // *Journal of Materials Science & Technology*. 2013. Vol. 29. № 6. P. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
- Kumar K., Gill R.S., Batra U. Challenges and opportunities for biodegradable magnesium alloy implants // *Materials Technology*. 2018. Vol. 33. № 2. P. 153–172. DOI: [10.1080/10667857.2017.1377973](https://doi.org/10.1080/10667857.2017.1377973).
- Hort N., Huang Y., Fechner D. et al. Magnesium alloys as implant materials – Principles of property design for Mg–RE alloys // *Acta Biomaterialia*. 2010. Vol. 6. № 5. P. 1714–1725. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.09.010](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.09.010).
- Song Guang-Ling, Song Shizhe. A Possible Biodegradable Magnesium Implant Material // *Advanced Engineering Materials*. 2007. Vol. 9. № 4. P. 298–302. DOI: [10.1002/adem.200600252](https://doi.org/10.1002/adem.200600252).
- Ali W., Mehboob A., Han Min-Gu, Chang Seung-Hwan. Experimental study on degradation of mechanical properties of biodegradable magnesium alloy (AZ31) wires/poly(lactic acid) composite for bone fracture healing applications // *Composite Structures*. 2019. Vol. 210. P. 914–921. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.12.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.011).
- Bommala V.K., Krishna M.G., Rao C.T. Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2019. Vol. 7. № 1. P. 72–79. DOI: [10.1016/j.jma.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.11.001).
- Suljevic O., Fischerauer S.F., Weinberg A.M., Sommer N.G. Immunological reaction to magnesium-based implants for orthopedic applications. What do we know so far? A systematic review on in vivo studies // *Materials Today Bio*. 2022. Vol. 15. Article number 100315. DOI: [10.1016/j.mtbio.2022.100315](https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2022.100315).
- Liu Wenwen, Guo Shuo, Tang Zhen, Wei Xinghui, Gao Peng, Wang Ning, Li Xiaokang, Guo Zheng. Magnesium promotes bone formation and angiogenesis by enhancing MC3T3-E1 secretion of PDGF-BB // *Biochemical and Biophysical Research Communications*. 2020. Vol. 528. № 4. P. 664–670. DOI: [10.1016/j.bbrc.2020.05.113](https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2020.05.113).
- Xia Yu, Wu Liang, Yao Wen-hui et al. In-situ layered double hydroxides on Mg–Ca alloy: Role of calcium in magnesium alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2021. Vol. 31. № 6. P. 1612–1627. DOI: [10.1016/S1003-6326\(21\)65602-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65602-9).
- Dong Jianhui, Lin Tao, Shao Huiping, Wang Hao, Wang Xueting, Song Ke, Li Qianghua. Advances in degradation behavior of biomedical magnesium alloys: A review // *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 908. Article number 164600. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164600](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164600).
- Chen Junxiu, Kolawole S.K., Wang Jianhua, Su Xuping, Tan Lili, Yang Ke. Systems, Properties, Surface Modification and Applications of Biodegradable Magnesium-Based Alloys: A Review // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 14. P. 5031. DOI: [10.3390/ma15145031](https://doi.org/10.3390/ma15145031).
- Tekumalla S., Seetharaman S., Almajid A., Gupta M. Mechanical Properties of Magnesium-Rare Earth Alloy Systems: A Review // *Metals*. 2015. Vol. 5. № 1. P. 1–39. DOI: [10.3390/met5010001](https://doi.org/10.3390/met5010001).
- Das A.K. Recent trends in laser cladding and alloying on magnesium alloys: A review // *Materials Today: Proceedings*. 2022. Vol. 51. Part 1. P. 723–727. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.06.217](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.217).
- Gao Jia-cheng, Wu Sha, Qiao Li-ying, Wang Yong. Corrosion behavior of Mg and Mg-Zn alloys in simulated body fluid // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2008. Vol. 18. № 3. P. 588–592. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60102-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60102-8).
- Jagadeesh G.V., Setti S.G. Surface Modification of Biodegradable Magnesium Alloy by Ball Burnishing Process // *Recent Advances in Materials Technologies: Select Proceedings of ICMT 2021*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2023. P. 327–334. DOI: [10.1007/978-981-19-3895-5_26](https://doi.org/10.1007/978-981-19-3895-5_26).
- Figueiredo R.B., Langdon T.G. Achieving Microstructural Refinement in Magnesium Alloys through Severe Plastic Deformation // *Materials Transactions*. 2009. Vol. 50. № 1. P. 111–116. DOI: [10.2320/matertrans.MD200818](https://doi.org/10.2320/matertrans.MD200818).
- Bryła K., Dutkiewicz J., Lityńska-Dobrzyńska L., Rokhlin L.L., Kurtyka P. Influence of number of ECAP passes on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2012. Vol. 57. № 3. P. 711–717. DOI: [10.2478/v10172-012-0077-5](https://doi.org/10.2478/v10172-012-0077-5).
- Aksenov D.A., Nazarov A.A., Raab G.I., Raab A.G., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. Effects of Severe Plastic Deformation and Ultrasonic Treatment on the Structure, Strength, and Corrosion Resistance of Mg–Al–Zn Alloy // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 20. P. 7200. DOI: [10.3390/ma15207200](https://doi.org/10.3390/ma15207200).
- Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg–1Zn–0.2Ca by Means of an In Situ Acoustic Emission Technique // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 1. P. 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).

REFERENCES

- Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review. *Journal of Functional Biomaterials*, 2017, vol. 8, no. 4, article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
- Li Nan, Zheng Yufeng. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, vol. 29, no. 6, pp. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
- Kumar K., Gill R.S., Batra U. Challenges and opportunities for biodegradable magnesium alloy implants. *Materials*

- rials Technology*, 2018, vol. 33, no. 2, pp. 153–172. DOI: [10.1080/10667857.2017.1377973](https://doi.org/10.1080/10667857.2017.1377973).
4. Hort N., Huang Y., Fechner D. et al. Magnesium alloys as implant materials – Principles of property design for Mg–RE alloys. *Acta Biomaterialia*, 2010, vol. 6, no. 5, pp. 1714–1725. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.09.010](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.09.010).
 5. Song Guang-Ling, Song Shizhe. A Possible Biodegradable Magnesium Implant Material. *Advanced Engineering Materials*, 2007, vol. 9, no. 4, pp. 298–302. DOI: [10.1002/adem.200600252](https://doi.org/10.1002/adem.200600252).
 6. Ali W., Mehboob A., Han Min-Gu, Chang Seung-Hwan. Experimental study on degradation of mechanical properties of biodegradable magnesium alloy (AZ31) wires/poly(lactic acid) composite for bone fracture healing applications. *Composite Structures*, 2019, vol. 210, pp. 914–921. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.12.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.011).
 7. Bommala V.K., Krishna M.G., Rao C.T. Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2019, vol. 7, no. 1, pp. 72–79. DOI: [10.1016/j.jma.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.11.001).
 8. Suljevic O., Fischerauer S.F., Weinberg A.M., Sommer N.G. Immunological reaction to magnesium-based implants for orthopedic applications. What do we know so far? A systematic review on in vivo studies. *Materials Today Bio*, 2022, vol. 15, article number 100315. DOI: [10.1016/j.mtbio.2022.100315](https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2022.100315).
 9. Liu Wenwen, Guo Shuo, Tang Zhen, Wei Xinghui, Gao Peng, Wang Ning, Li Xiaokang, Guo Zheng. Magnesium promotes bone formation and angiogenesis by enhancing MC3T3-E1 secretion of PDGF-BB. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 2020, vol. 528, no. 4, pp. 664–670. DOI: [10.1016/j.bbrc.2020.05.113](https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2020.05.113).
 10. Xia Yu, Wu Liang, Yao Wen-hui et al. In-situ layered double hydroxides on Mg–Ca alloy: Role of calcium in magnesium alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2021, vol. 31, no. 6, pp. 1612–1627. DOI: [10.1016/S1003-6326\(21\)65602-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65602-9).
 11. Dong Jianhui, Lin Tao, Shao Huiping, Wang Hao, Wang Xueting, Song Ke, Li Qianghua. Advances in degradation behaviour of biomedical magnesium alloys: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, vol. 908, article number 164600. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164600](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164600).
 12. Chen Junxiu, Kolawole S.K., Wang Jianhua, Su Xuping, Tan Lili, Yang Ke. Systems, Properties, Surface Modification and Applications of Biodegradable Magnesium-Based Alloys: A Review. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 14, p. 5031. DOI: [10.3390/ma15145031](https://doi.org/10.3390/ma15145031).
 13. Tekumalla S., Seetharaman S., Almajid A., Gupta M. Mechanical Properties of Magnesium-Rare Earth Alloy Systems: A Review. *Metals*, 2015, vol. 5, no. 1, pp. 1–39. DOI: [10.3390/met5010001](https://doi.org/10.3390/met5010001).
 14. Das A.K. Recent trends in laser cladding and alloying on magnesium alloys: A review. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 51, part 1, pp. 723–727. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.06.217](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.217).
 15. Gao Jia-cheng, Wu Sha, Qiao Li-ying, Wang Yong. Corrosion behavior of Mg and Mg-Zn alloys in simulated body fluid. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2008, vol. 18, no. 3, pp. 588–592. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60102-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60102-8).
 16. Jagadeesh G.V., Setti S.G. Surface Modification of Biodegradable Magnesium Alloy by Ball Burnishing Process. *Recent Advances in Materials Technologies: Select Proceedings of ICEMT 2021*. Springer Nature Singapore, 2023, pp. 327–334. DOI: [10.1007/978-981-19-3895-5_26](https://doi.org/10.1007/978-981-19-3895-5_26).
 17. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Achieving Microstructural Refinement in Magnesium Alloys through Severe Plastic Deformation. *Materials Transactions*, 2009, vol. 50, no. 1, pp. 111–116. DOI: [10.2320/matertrans.MD200818](https://doi.org/10.2320/matertrans.MD200818).
 18. Bryła K., Dutkiewicz J., Lityńska-Dobrzyńska L., Rokhlin L.L., Kurtyka P. Influence of number of ECAP passes on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2012, vol. 57, no. 3, pp. 711–717. DOI: [10.2478/v10172-012-0077-5](https://doi.org/10.2478/v10172-012-0077-5).
 19. Aksenov D.A., Nazarov A.A., Raab G.I., Raab A.G., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. Effects of Severe Plastic Deformation and Ultrasonic Treatment on the Structure, Strength, and Corrosion Resistance of Mg–Al–Zn Alloy. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 20, p. 7200. DOI: [10.3390/ma15207200](https://doi.org/10.3390/ma15207200).
 20. Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg–1Zn–0.2Ca by Means of an In Situ Acoustic Emission Technique. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 1, p. 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).

Special aspects of the microstructure evolution at the temperature-speed deformation of a medical purpose magnesium alloy of the Mg–Zn–Y alloying system

© 2024

Kristina K. Kudasheva^{*}, engineer of the Research Institute of Advanced Technologies
Mikhail L. Linderov¹, PhD (Physics and Mathematics),
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Aleksandr I. Brilevskiy², junior researcher
of the Research Institute of Advanced Technologies
Aleksey V. Danyuk³, PhD (Physics and Mathematics),
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Igor S. Yasnikov⁴, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,
professor of Chair “General and Theoretical Physics”,
leading researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Dmitry L. Merson⁵, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
Director of the Research Institute of Advanced Technologies

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8655-4191>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6120-7836>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Received 15.06.2023

Accepted 26.07.2023

Abstract: Biocompatibility makes magnesium alloys attractive functional materials in terms of their use as biodegradable implants. However, the technologies for manufacturing semi-finished products carry a possible diversity of the local strain rate and temperature within a rather wide range, which affects the processed material structure and properties. The purpose of this study is to determine the range of temperatures and resistance to deformation, at which there is no negative effect on the main structural characteristics of the processed material, using the example of a medical purposes alloy of the Mg–Zn–Y alloying system. The authors carried out mechanical tests of a biodegradable Mg–1Zn–2.9Y magnesium alloy at various temperatures and strain rates. The influence of temperatures in the range of 20...400 °C on the structure and properties of the Mg–Zn–Y system alloy is disclosed. Starting from a temperature of 350 °C, the process of dynamic recrystallisation is accompanied both by the complete restoration (return) of the original microstructure and by coarsening of the grain size, which can adversely affect the material functional characteristics. The high thermal stability of the biodegradable Mg–1Zn–2.9Y magnesium alloy is revealed, which probably results from the presence of the LPSO phase in it. The study shows that the deformation process is accompanied by twinning. At a strain rate of $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ over the entire temperature range, the grain size distribution slightly narrows and shifts towards smaller diameters. The application of the obtained results in technological processes for manufacturing medical semi-finished products will help to solve the issue of microstructure instability at the stage of transition from a semi-finished product to a finished product during subsequent thermomechanical treatments.

Keywords: medical purpose magnesium alloys; biodegradable magnesium alloys; Mg–1Zn–2.9Y; temperature-speed deformation; medical purpose alloy; magnesium alloys; dynamic recrystallisation; microstructure evolution.

Acknowledgements: The research is financially supported by the Russian Science Foundation within the scientific project No. 20-19-00585.

The paper was written using the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

For citation: Kudasheva K.K., Linderov M.L., Brilevskiy A.I., Danyuk A.V., Yasnikov I.S., Merson D.L. Special aspects of the microstructure evolution at the temperature-speed deformation of a medical purpose magnesium alloy of the Mg–Zn–Y alloying system. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 37–47. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-4.