

Микроструктура, кристаллографическая текстура и механические свойства сплава Zn–1%Mg–1%Fe, подвергнутого интенсивной пластической деформации

© 2024

Ситдигов Виль Даянович^{*1,2,4}, доктор физико-математических наук,
старший эксперт, старший научный сотрудник

Хафизова Эльвира Динифовна^{2,3,5}, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и физики металлов,

старший научный сотрудник НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»

Поленок Милена Владиславовна^{2,3,6}, магистрант кафедры материаловедения и физики металлов,
лаборант НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»

¹ООО «РН-БашНИПИнефть», Уфа (Россия)

²Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра РАН, Уфа (Россия)

³Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

*E-mail: SitdikovVD@bnpi.rosneft.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689>

Поступила в редакцию 09.02.2024

Принята к публикации 19.07.2024

Аннотация: Статья посвящена получению, анализу микроструктуры, кристаллографической текстуры и механизмов деформации ультрамелкозернистого (УМЗ) цинкового Zn–1%Mg–1%Fe сплава, демонстрирующего уникальные физико-механические свойства по сравнению с его крупнокристаллическими аналогами. Цинковый сплав с улучшенными механическими свойствами разрабатывали в два этапа. На первом этапе на основе анализа литературных данных отливали сплав со следующим химическим составом: Zn–1%Mg–1%Fe. В дальнейшем сплав подвергали интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) с целью повышения механических свойств в результате измельчения зеренной структуры и реализации в нем динамического деформационного старения. Проведенные механические испытания на растяжения образцов и оценка твердости сплава показали, что ИПДК-обработка приводит к росту предела его прочности до 415 МПа, увеличению твердости до значения 144 HV и повышению пластичности до 82 %. Полученные механические характеристики демонстрируют пригодность использования разработанного сплава в медицине в качестве некоторых имплантатов (стенгов), требующих больших приложенных нагрузок. Для объяснения причин повышения механических свойств данного сплава проведены комплексные испытания методами микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Анализ микроструктуры показал, что при формировании УМЗ структуры реализуется фазовый переход по следующей схеме: $Zn_{\text{эвтектика}} + Mg_2Zn_{11\text{эвтектика}} + FeZn_{13} \rightarrow Zn_{\text{фаза}} + Mg_2Zn_{11\text{фаза}} + MgZn_{2\text{частицы}} + Zn_{\text{частицы}}$. Установлено, что в результате ИПДК-обработки в основных фазах (Zn, Mg_2Zn_{11}) происходит измельчение зеренной структуры, повышение плотности внесенных дефектов и формирование развитой кристаллографической текстуры, состоящей из базисных, пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры. Показано, что стойкость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры на начальных этапах ИПДК определяет уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. Обсуждается взаимосвязь обнаруженных структурных особенностей полученного сплава с его уникальными механическими свойствами.

Ключевые слова: сплав Zn–1%Mg–1%Fe; фазовые переходы в цинковом сплаве; интенсивная пластическая деформация; методы рентгеновского рассеяния; механические свойства; прочность; пластичность; кристаллографическая текстура.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-29-00667, <https://rscf.ru/project/23-29-00667>.

Для цитирования: Ситдигов В.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В. Микроструктура, кристаллографическая текстура и механические свойства сплава Zn–1%Mg–1%Fe, подвергнутого интенсивной пластической деформации // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 75–88. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-7.

ВВЕДЕНИЕ

Цинковые сплавы относятся к новому классу биоразлагаемых материалов, которые демонстрируют превосходящую биосовместимость и биоразлагаемость наряду с относительно высокой механической прочностью и достаточной пластичностью [1–4]. Согласно литературным данным, исходный чистый цинк является

очень хрупким материалом, и его низкие механические свойства (предел текучести ~10 МПа, предел прочности ~18 МПа, пластичность 0,3 %) ограничивают область его промышленного применения [5; 6]. Для повышения потенциала промышленного применения цинка, например в качестве имплантатов в медицине, необходимо оптимизировать его физико-механические свойства [1–4].

Традиционно достижение данной цели осуществляется путем легирования чистого цинка определенными атомами (Mg, Li, Ca, Fe, Mn, Ag, Cu и др.) и проведения термомеханической обработки [1–4]. Однако в большинстве полученных таким путем цинковых сплавов, пригодных к использованию в качестве имплантатов, могут содержаться токсичные для человеческого организма элементы. В этой связи научное сообщество все еще находится в поиске новых материалов, которые, с одной стороны, должны соответствовать желаемым механическим характеристикам для имплантатов, а с другой – являться биосовместимыми.

Как известно, при разработке биорезорбируемых имплантатов из различных сплавов необходимо контролировать скорость протекания коррозии, так как при больших скоростях нарушается механическая целостность имплантатов до заживления кости, а при слишком медленной скорости коррозии могут активизироваться процессы воспаления [7–9]. Клинические исследования показали, что в имплантатах системы Zn–xAl повышается риск возникновения воспалительной реакции [10], а легирование цинка атомами Fe значительно снижает ее [11]. Как известно, Fe является одним из важнейших элементов в организме человека, однако чрезмерное добавление Fe к Zn приводит к образованию хрупкой фазы FeZn₁₃, ухудшающей механические характеристики Zn–Fe сплавов [12]. С другой стороны, добавление определенного количества атомов Mg также может упрочнить фазу Zn, однако прочность и пластичность полученных Zn–Mg сплавов все еще остаются относительно низкими [13]. В частности, в работе [13] было показано, что предел прочности сплава Zn–Mg может вырасти до 125 МПа при увеличении в нем содержания Mg с 0,1 до 0,8 %, однако пластичность полученного сплава остается низкой (менее 1 %). При дальнейшем увеличении содержания Mg в сплаве до 3 % удается достичь роста предела прочности до ~150 МПа, а удлинение до разрушения при этом возрастает лишь до 2 % [14; 15]. Кроме того, исследования показали, что увеличение содержания Mg в Zn также приводит к росту твердости полученного сплава [11; 16]. В частности, было продемонстрировано, что добавление к чистому Zn 1 мас. % Mg приводит к увеличению его твердости с 40 до 78 HV по шкале Виккерса [16], а в работе [11] показано, что твердость Zn–1,3%Fe сплава может достигать 56 HV.

Проведенный анализ литературы выявил, что для получения цинковых сплавов с повышенной прочностью и биосовместимостью в медицине могут быть использованы сплавы системы Zn–Mg–Fe. В этой связи для создания цинкового сплава с улучшенной структурой в данной работе также были выбраны Mg и Fe в качестве легирующих элементов. На выбор этих элементов повлиял и тот факт, что скорость растворимости Zn в организме находится между скоростями растворимости Mg и Fe, а продукты разложения являются биосовместимыми [2; 7–9]. Кроме того, авторы работы [17] в результате варьирования степени легирования цинка атомами Mg и Fe обнаружили, что сплав Zn–1%Mg–1%Fe, по сравнению с иными содержаниями Mg и Fe в цинке, показывает наиболее высокие прочностные свойства (предел прочности σ_B 157 МПа, предел текучести σ_T 148 МПа) и приемлемую скорость коррозии (0,027 мм/год). Однако пластичность δ полученного сплава оказалась низкой

(не более 2,3 %) [17]. Тем не менее повышенные механические свойства, удовлетворительная скорость коррозии и биосовместимость крупнозернистого сплава Zn–1%Mg–1%Fe стали основанием для выбора авторами настоящей работы данного сплава для дальнейшей оптимизации его прочностных характеристик и пластичности, чтобы он соответствовал требуемым критериям для имплантатов ($\sigma_B > 300$ МПа, $\sigma_T > 200$ МПа, $\delta > 15$ %) [2]. При этом оптимизацию механических свойств Zn–1%Mg–1%Fe авторы данной работы проводили методом интенсивной пластической деформации (ИПД) [18].

В последнее время в ряде работ [19; 20] было показано, что методы ИПД позволяют эффективнее повысить прочностные характеристики цинковых сплавов за счет формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, повышения дефектности структуры и реализации процесса динамического деформационного старения, при котором выпадают упрочняющие фазы частицы. При этом совершенствование вышеперечисленных параметров микроструктуры, приводящее к повышению механических свойств цинковых сплавов, возможно за счет вариации приложенного давления, температуры и степени ИПД. В этой связи в данной работе улучшение механических свойств отлитого Zn–Mg–Fe сплава также достигалось путем оптимизации режимов (давление, температура, степень деформации) интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [18; 19].

Цель работы – получить методом ИПДК-обработки ультрамелкозернистый Zn–1%Mg–1%Fe цинковый сплав, демонстрирующий требуемые механические свойства для применения в медицине в качестве имплантатов (стентов).

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Цилиндрические образцы сплава Zn–1%Mg–1%Fe (массовые проценты) диаметром 20 мм и длиной 120 мм отливали из высокочистого Zn (>99,9 мас. %), Mg (>99,9 мас. %) и Fe (>99,9 мас. %) при температуре 600 °С в камерной печи с использованием графитового тигля. Для формирования УМЗ структуры с целью повышения прочностных характеристик вырезанные из цилиндрических образцов таблетки (радиус R 10 мм, толщина 1,7 мм) сплава подвергали ИПДК при комнатной температуре (27 °С) и при температуре 150 °С, варьируя число оборотов от 0,5 до 10. После каждого этапа ИПДК, соответствующего 0,5; 1; 2; 3; 6; 8 и 10 оборотам нижнего бойка (степень деформации γ соответствует 28,5; 57,1; 114,2; 171,3; 342,6; 456,8 и 571,0 для области $R/2$ согласно [18]), анализировали механические свойства и микроструктуру сплава. Приложенное гидростатическое давление при ИПДК равнялось 6 ГПа, скорость вращения бойков задавали 1 об/мин. Механические испытания на растяжение сплава осуществляли с помощью специализированной испытательной машины для малых образцов (длина рабочей части 4 мм, толщина 1 мм, ширина 1 мм). Рабочая часть образцов на растяжение располагалась в области, находящейся на половине радиуса дискообразного ИПДК-образца. Частоту оцифровки значений деформации при записи кривых растяжения при непрерывных испытаниях образцов задавали равной 4 Гц. Скорость перемещения траверсы равнялась $4 \cdot 10^{-4}$ мм/с. Микротвердость сплава в каждом структурном состоянии измеряли методом Виккерса на универсальном

твердомере Shimadzu HMV-G (Япония) при нагрузке на индентор 100 г. При этом измерения проводили в области, расположенной на половине радиуса дискообразного ИПДК-образца.

Параметры тонкой структуры сплава определяли методом рентгеноструктурного анализа (РСА). Дифрактограммы для РСА измеряли на дифрактометре Bruker D8 Advance (Германия) (схема Брэгга – Брентано). Съемку проводили в режиме непрерывной съемки со скоростью 1,5 °/мин в пределах угла рассеяния 2θ от 20 до 150° на медном излучении, сгенерированном при напряжении 40 кВ и силе тока 40 мА. Счет импульсов проводили с использованием многоканального детектора LinxEye (Германия). Перед детектором устанавливали Ni-фильтр для отсекаания ненужных излучений. Оценку периода решетки, определение усредненного размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и вычисление плотности дислокаций проводили в программе PM2K [21].

Качественный рентгенофазовый анализ проводили по базе дифрактометрических данных PDF-2 в программе EVAplus (www.bruker.com). Количественный рентгенофазовый анализ с определением соотношения выявленных фаз проводили методом Ритфельда [22] в программе TOPAS, вер. 4.2 (www.bruker.com). В данном алгоритме атомно-структурные параметры всех обнаруженных фаз закладывают в модель и воспроизводят теоретическую дифрактограмму. Для наилучшего приближения теоретической $I_{\text{измеренная}}$ кривой к экспериментальной $I_{\text{расчитанная}}$ оптимизируют параметры тонкой структуры (период решетки, микроискажения кристаллической решетки, размер кристаллитов, кристаллографическая текстура) с учетом возможных погрешностей, допущенных при съемке. Анализ микроструктуры исследуемого сплава проводили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на растровом электронном микроскопе FEI Thermo Scientific Q250 (США). Основные характеристи-

ки съемки: ускоряющее напряжение электронов – 25 кВ, диаметр пучка – 2 мкм, фокусное расстояние – 10 мм, давление в камере – $5 \cdot 10^{-4}$ Па. Исследования микроструктуры методами РСА и РЭМ были проведены в областях, в которых проводили механические испытания.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты механических испытаний Zn–1%Mg–1%Fe сплава в различных структурных состояниях показали, что ИПДК-обработка (за исключением микротвердости при ИПДК 27 °С) приводит к повышению его прочностных характеристик (таблица 1). В частности, в исходном состоянии величина микротвердости сплава по Виккерсу не превышала значения 118 HV. В то же время применение 1 оборота ИПДК-обработки к сплаву при комнатной температуре привело к понижению величины микротвердости до 114 HV. При последующем увеличении степени ИПДК-обработки до 6 оборотов микротвердость сплава закономерно падает до 109 HV. При больших степенях деформации (10 оборотов) микротвердость исследуемого сплава практически не изменяется. Однако при повышении температуры проведения ИПДК-обработки (1 оборот, 150 °С), наоборот, даже на начальных этапах наблюдается закономерный рост микротвердости до 131 HV (таблица 1). При дальнейшем увеличении числа оборотов ИПДК-обработки сплав демонстрирует незначительное понижение микротвердости (таблица 1).

Результаты механических испытаний сплава на растяжение также сведены в таблицу 1. В целом, анализ таблицы 1 свидетельствует о том, что реализация ИПДК-обработки даже на начальных этапах (27 °С) приводит к повышению прочности и пластичности сплава. В частности, после 1 оборота ИПДК наблюдается рост предела прочности до 289 МПа, а пластичность достигает 95 %.

Таблица 1. Значения микротвердости и механических свойств сплава Zn–1%Mg–1%Fe
Table 1. The values of microhardness and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy

Состояние		HV	σ_T , МПа	σ_B , МПа	δ , %
Исходное		118 ± 3	28 ± 2	33 ± 3	6 ± 1
ИПДК 27 °С	1 об.	114 ± 4	213 ± 12	289 ± 11	95 ± 5
	3 об.	112 ± 4	189 ± 10	271 ± 9	96 ± 4
	6 об.	109 ± 3	177 ± 9	255 ± 12	97 ± 6
	10 об.	110 ± 4	191 ± 8	264 ± 11	61 ± 5
ИПДК 150 °С	1 об.	131 ± 4	313 ± 13	399 ± 15	85 ± 6
	3 об.	129 ± 3	312 ± 14	415 ± 10	82 ± 4
	6 об.	126 ± 5	307 ± 9	394 ± 13	86 ± 5
	10 об.	128 ± 4	304 ± 10	387 ± 14	89 ± 6

Примечание. HV – величина микротвердости по Виккерсу; σ_T – предел текучести; σ_B – предел прочности; δ – относительное удлинение до разрушения.

Note. HV is Vickers microhardness; σ_T is yield stress; σ_B is ultimate tensile strength; δ is percent elongation to fracture.

По мере увеличения числа оборотов ИПДК до 6 предел текучести и прочности сплава слегка падают, а уровень пластичности сохраняется. При больших степенях ИПДК-обработки, реализованной при комнатной температуре, прочностные характеристики снова растут, однако пластичность сплава заметно понижается. С другой стороны, повышение температуры проведения ИПДК-обработки (150 °С) приводит к росту как величины твердости, так и значений предела прочности и пластичности сплава. Так, после 1 оборота ИПДК предел прочности возрастает до 399 МПа, что на 110 МПа больше по сравнению с таковым, полученным после 1 оборота ИПДК (27 °С). После 3 оборотов ИПДК (150 °С) наблюдается дальнейшее повышение значения предела прочности (до 415 МПа) с сохранением пластичности. При последующем увеличении степени ИПДК прочностные характеристики сплава незначительно понижаются, а его пластичность слегка растет (таблица 1). В целом, проведенные механические испытания показали, что на начальных этапах ИПДК-обработки (1–3 оборота) при температуре 150 °С цинковый сплав демонстрирует высокие прочностные характеристики с достаточной пластичностью (таблица 1).

На рис. 1 показаны РЭМ-изображения микроструктуры исходного цинкового сплава, а также результаты поверхностного распределения атомов Zn, Mg и Fe в произвольном участке шлифа. Согласно фазовой диаграмме Zn–Mg [23] и Zn–Fe [24], в литом Zn–1%Mg–1%Fe сплаве должны присутствовать фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃. Действительно, полученные методами РЭМ и рентгенофазового анализа (данные приведены ниже) сведения показали, что микроструктура исследуемого сплава содержит фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃ (рис. 1 а). При этом фаза Mg₂Zn₁₁, согласно данным РЭМ, сосредоточена на границах фазы цинка (рис. 1 а). Поскольку атомная масса Zn больше, чем атомная масса Mg, то относительно светлые области овальной формы относятся к фазе цинка, а темные области соответствуют фазе Mg₂Zn₁₁ (рис. 1 а). Проведенный анализ микроструктуры методом элементного картирования действительно подтверждает обнаруженные выше форму

и характер залегания выявленных фаз в сплаве (рис. 1 б). Расчеты показали, что средний диаметр зерен фазы Zn равняется 88 мкм, а размер фазы FeZn₁₃ варьируется от 1,5 до 280 мкм (рис. 1 а, 1 б).

На рис. 2 представлены РЭМ-изображения микроструктуры исследуемого сплава после термической (150 °С) обработки и ИПДК-процессинга, проведенного при различных температурах (27 и 150 °С). После термической обработки микроструктура сплава содержит фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃. Эти фазы на рис. 2 а отмечены стрелками. При этом видно, что в фазе Mg₂Zn₁₁ (темная область) в результате термообработки выпадают частицы MgZn₂ цилиндрической формы (рис. 1 а, во вставке). Отметим, что в литом состоянии частицы MgZn₂ в фазе Mg₂Zn₁₁ не были обнаружены.

В случае ИПДК-обработки даже при небольшом повороте бойков (0,5 оборота) можно увидеть заметные изменения в микроструктуре анализируемого сплава (рис. 2 б). Эти изменения главным образом связаны с тем, что в сплаве формируется полосовая структура из чередующихся фаз Mg₂Zn₁₁, Zn и FeZn₁₃ (рис. 2 б). Кроме того, ИПДК-обработка привела к дроблению зерен фазы FeZn₁₃, а также изменению формы и размеров частиц, выпавших при отжиге (частицы MgZn₂ в фазе Mg₂Zn₁₁) (рис. 2 б, во вставке). При увеличении числа оборотов ИПДК, т. е. степени деформации, наблюдается не только уменьшение ширины полос наблюдаемых фаз, но и дальнейшее измельчение зерен каждой фазы. В частности, типичная микроструктура сплава после 6 оборотов ИПДК-обработки приведена на рис. 2 с. Для наглядности данная микроструктура представлена в виде карты распределения элементов Zn, Mg и Fe (рис. 2 с). Видно, что в данном состоянии сплава сохраняется полосовая структура, состоящая из фаз Zn (зеленые области), Mg₂Zn₁₁ (синие области) и FeZn₁₃ (красные области). В отличие от ранних этапов ИПДК-обработки, после 6 оборотов в фазе Mg₂Zn₁₁ наблюдается существенное измельчение ее зеренной структуры (рис. 2 с, во вставке). Средний размер зерен фазы Mg₂Zn₁₁ по данным микроскопии составил 320 нм.

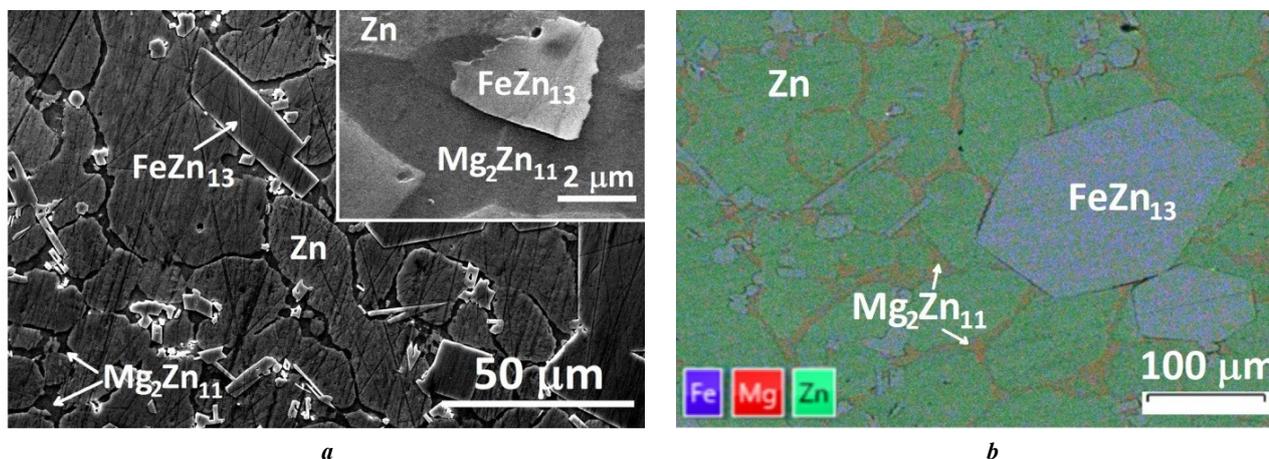


Рис. 1. Микроструктура Zn–1%Mg–1%Fe сплава (в произвольном участке шлифа) в исходном (литом) состоянии: **а** – изображение при увеличении $\times 2400$; **б** – изображение распределения атомов Zn, Mg и Fe при увеличении $\times 500$

Fig. 1. Microstructure of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy (in a random area of the section) in initial (as-cast) state: **a** – image at $\times 2400$ magnification; **b** – image of the distribution of Zn, Mg and Fe atoms at $\times 500$ magnification

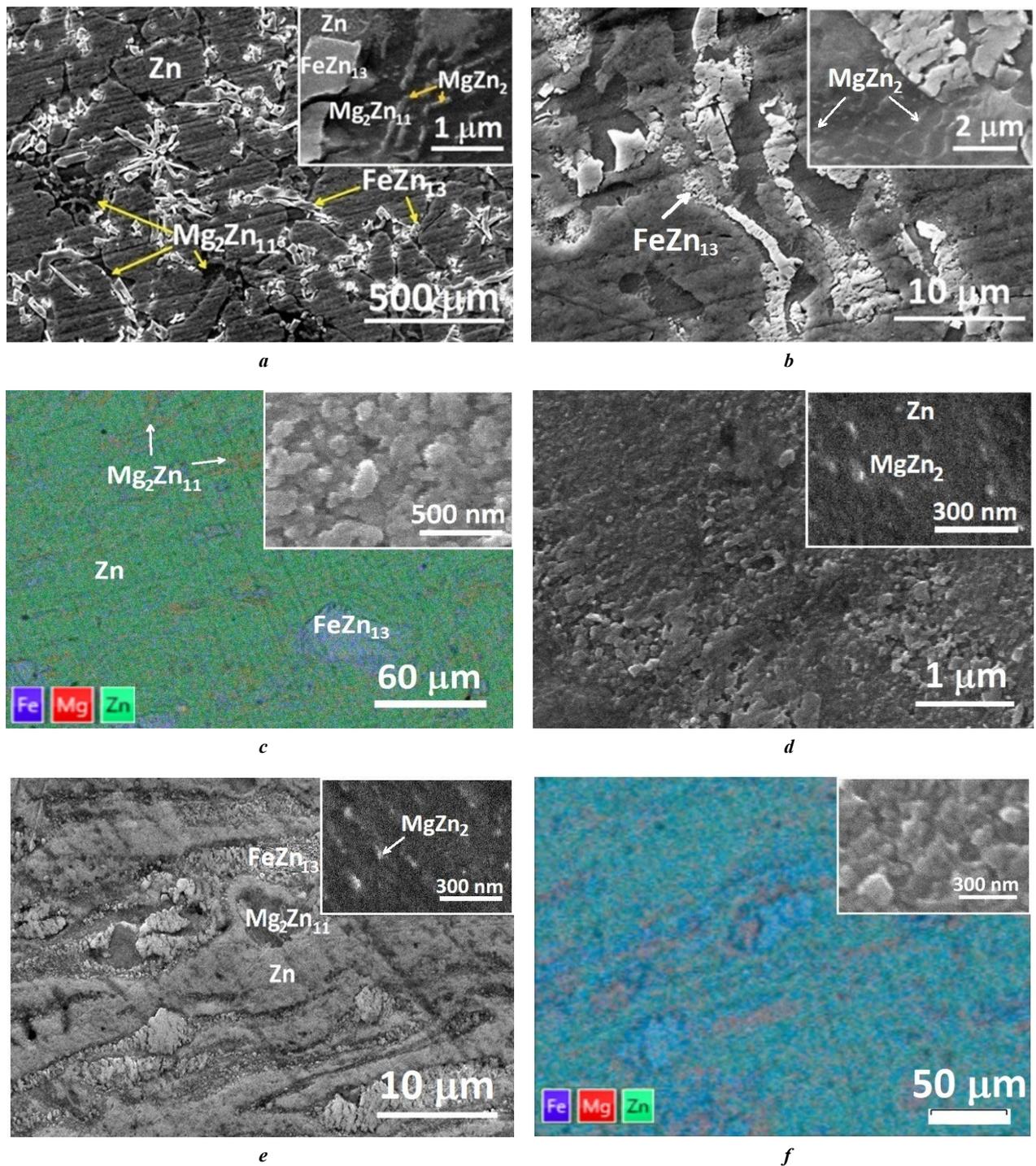


Рис. 2. Микроструктура Zn-1%Mg-1%Fe сплава в различных структурных состояниях: *a* – после термической обработки; *b* – после 0,5 об. ИПДК 27 °С; *c* – после 6 об. ИПДК 27 °С; *d* – после 10 об. ИПДК 27 °С; *e* – после 1 об. ИПДК 150 °С; *f* – после 3 об. ИПДК 150 °С

Fig. 2. Microstructure of the Zn-1%Mg-1%Fe alloy in different structural states:
a – after heat treatment; *b* – after 0.5 rev. of HPT 27 °С; *c* – after 6 rev. of HPT 27 °С;
d – after 10 rev. of HPT 27 °С; *e* – after 1 rev. of HPT 150 °С; *f* – after 3 rev. of HPT 150 °С

При больших степенях ИПДК-обработки (10 оборотов) сплав характеризуется уменьшением толщины полос, соответствующих фазам Zn и Mg_2Zn_{11} (рис. 2 d). В этих полосах наблюдается дальнейшее измельчение составляющих структуры (рис. 2 d). В частности, в данном состоянии зерна фазы Mg_2Zn_{11} также характеризуются равноосной структурой, однако средний размер зерен уменьшается до 230 нм. Анализ показал, что при больших оборотах ИПДК-обработки местами в фазе Mg_2Zn_{11} можно наблюдать выпавшие частицы Zn и $MgZn_2$ сферической морфологии (рис. 2 d, во вставке).

При проведении ИПДК-обработки сплава при повышенной температуре (150 °C) даже после 1 оборота формируется полосовая структура (рис. 2 e). Средняя толщина пластин фазы Mg_2Zn_{11} в данном состоянии равна 2,9 мкм, а внутри пластин средний размер равноосных зерен составляет 362 нм. Подобная структура наблюдается при реализации в сплаве больших степеней ИПДК при комнатной температуре. При увеличении степени ИПДК-обработки толщина пластин фаз Zn и $MgZn_2$ продолжает уменьшаться, а размер зерен в этих фазах становится менее 300 нм (рис. 2 f, во вставке).

На рис. 3 изображены дифрактограммы исследуемого сплава в различных структурных состояниях, а также общий вид проанализированной методом Ритфелда дифрактограммы (1 оборот ИПДК, 27 °C). Результаты качественного рентгенофазового анализа (РФА) показали, что после термической обработки в сплаве можно идентифицировать фазы Zn, Mg_2Zn_{11} , $FeZn_{13}$ и $MgZn_2$. В то же время при воздействии на сплав методом ИПДК существенно изменяется общий вид дифрактограмм (рис. 3 a). Так, даже после 0,5 оборота ИПДК-обработки (27 °C) наблюдается подавление рефлексов, соответствующих фазам $FeZn_{13}$, Mg_2Zn_{11} , и усиление

рефлексов фазы Zn (рис. 3 a). При этом ширина каждого рефлекса, в особенности фазы Mg_2Zn_{11} , существенно увеличивается по сравнению с характерной для исходного состояния (рис. 3 a). При дальнейшем увеличении степени ИПДК-обработки общий вид дифрактограмм практически не изменяется (рис. 3 a). Однако стоит отметить, что при больших степенях ИПДК-обработки наблюдается дальнейшее увеличение ширины рефлексов и подавление интенсивности рефлексов, соответствующих фазе Mg_2Zn_{11} .

В случае проведения ИПДК-обработки при температуре 150 °C уже на ранних этапах наблюдается усиление интенсивности рефлексов фазы $MgZn_2$ (рис. 3 a). При этом рефлексы, соответствующие фазам Zn и Mg_2Zn_{11} , становятся более широкими по сравнению с таковыми, полученными после ИПДК при температуре 27 °C. При дальнейшем увеличении степени ИПДК-обработки наблюдается усиление интенсивности рефлексов, соответствующих фазам Zn и $MgZn_2$, и рост ширины их пиков.

Пример анализа дифрактограммы для состояния сплава после 1 оборота ИПДК продемонстрирован на рис. 3 b. В нем показаны теоретическая и экспериментальная дифрактограммы, разностная линия и линия фона, разностная электронная плотность для основной фазы (Zn), а также позиции рефлексов в виде пиковых диаграмм (рис. 3 b). Видно, что изменение разностного значения ($\rho_{\text{измеренная}} - \rho_{\text{расчитанная}}$) электронной плотности эксперимента и теории для основной фазы крайне незначительно и заключено в малом интервале отклонений (от -1,35 до +1,35 ед.) (рис. 3 b). При этом разностная линия также имеет небольшие отклонения (рис. 3 b). Эти факты свидетельствуют о высокой степени сходимости экспериментальных и расчетных кривых, и это повышает надежность полученных данных.

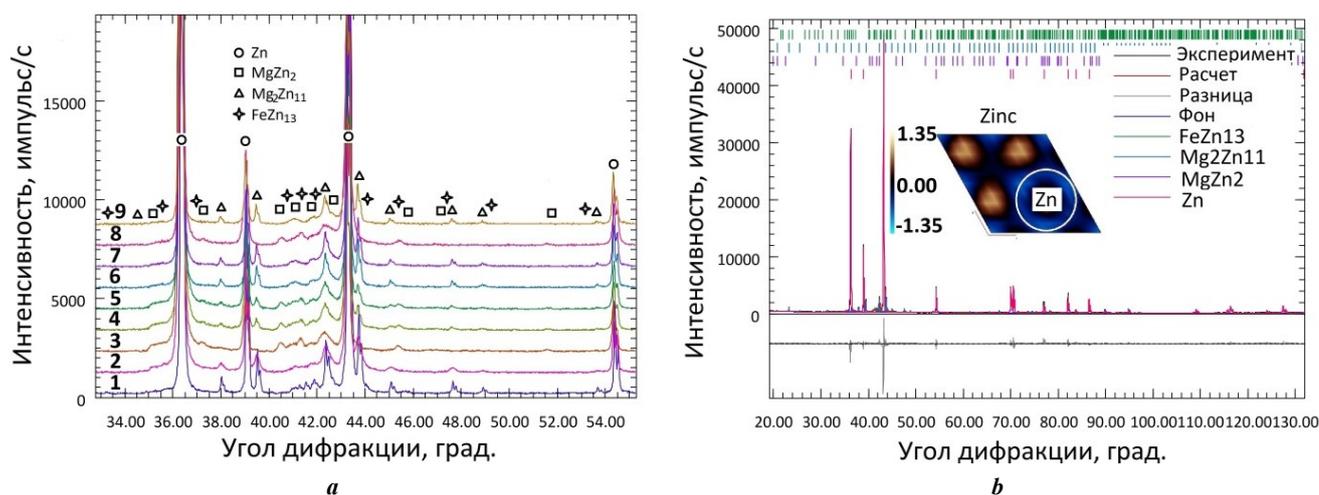


Рис. 3. Дифрактограммы сплава Zn-1%Mg-1%Fe: а – общий вид дифрактограмм:

1 – термическая обработка; 2 – ИПДК, 1 об., 27 °C; 3 – ИПДК, 1 об., 150 °C; 4 – ИПДК, 3 об., 27 °C;

5 – ИПДК, 3 об., 150 °C; 6 – ИПДК, 6 об., 27 °C; 7 – ИПДК, 6 об., 150 °C; 8 – ИПДК, 10 об., 27 °C; 9 – ИПДК, 10 об., 150 °C;

б – пример обработанной методом Ритфелда дифрактограммы: ИПДК, 1 об., 27 °C

Fig. 3. X-Ray diffraction patterns of the Zn-1%Mg-1%Fe alloy: а – general view of diffraction patterns:

1 – heat treatment; 2 – HPT, 1 rev., 27 °C; 3 – HPT, 1 rev., 150 °C; 4 – HPT, 3 rev., 27 °C; 5 – HPT, 3 rev., 150 °C;

6 – HPT, 6 rev., 27 °C; 7 – HPT, 6 rev., 150 °C; 8 – HPT, 10 rev., 27 °C; 9 – HPT, 10 rev., 150 °C;

б – an example of the diffraction pattern processed by the Rietveld method: HPT, 1 rev., 27 °C

Результаты количественного соотношения анализируемых фаз в зависимости от степени ИПДК-обработки, а также иные характеристики тонкой структуры основных фаз приведены на рис. 4. Данные количественного РФА показали, что применение ИПДК-обработки приводит, с одной стороны, к увеличению массовой доли фазы Zn в сплаве, а с другой – к подавлению содержания фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). На основе анализа ширины и позиций рефлексов на дифрактограмме определили усредненный размер ОКР, среднюю плотность дислокаций, а также значения периода решетки основных фаз. Данные характеристики микроструктуры в зависимости от степени и температуры ИПДК-обработки приведены на рис. 4 б–д.

На рис. 5 показаны изменения кристаллографических ориентаций зерен в фазе Zn в зависимости от степени и температуры ИПДК-обработки. Для удобного и наглядного понимания эволюции процессов текстурообра-

зования преимущественные ориентации зерен на рис. 5 изображены в виде обратной полюсной фигуры (ОПФ) (0001), которая параллельна плоскости диска (образца). В исходном состоянии сплава зерна фазы Zn характеризуются наличием в них базисных $\{0001\}\langle 1000 \rangle$, пирамидальных $\{10\bar{1}1\}\langle 0\bar{1}10 \rangle$ и $\{21\bar{3}6\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$, а также призматических $\{21\bar{3}0\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$ и $\{31\bar{4}0\}\langle 1\bar{3}20 \rangle$ компонент текстуры (рис. 5). Кроме того, в некоторых зернах выявляются двойниковые компоненты $\{11\bar{2}2\}\langle uwtv \rangle$ сжатия (рис. 5). Анализ эволюции кристаллографической текстуры фазы Zn в ходе ИПДК показал, что процессы текстурообразования в зависимости от степени и температуры ее обработки имеют общности и различия. В частности, уже после 1 оборота ИПДК (27 °С) характер распределения текстурных максимумов на ОПФ (0001) резко изменяется (рис. 5). При этом базисные $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ текстурные компоненты усиливаются, а призматические $\{21\bar{3}0\}\langle 1\bar{2}10 \rangle / \{31\bar{4}0\}\langle 1\bar{3}20 \rangle$

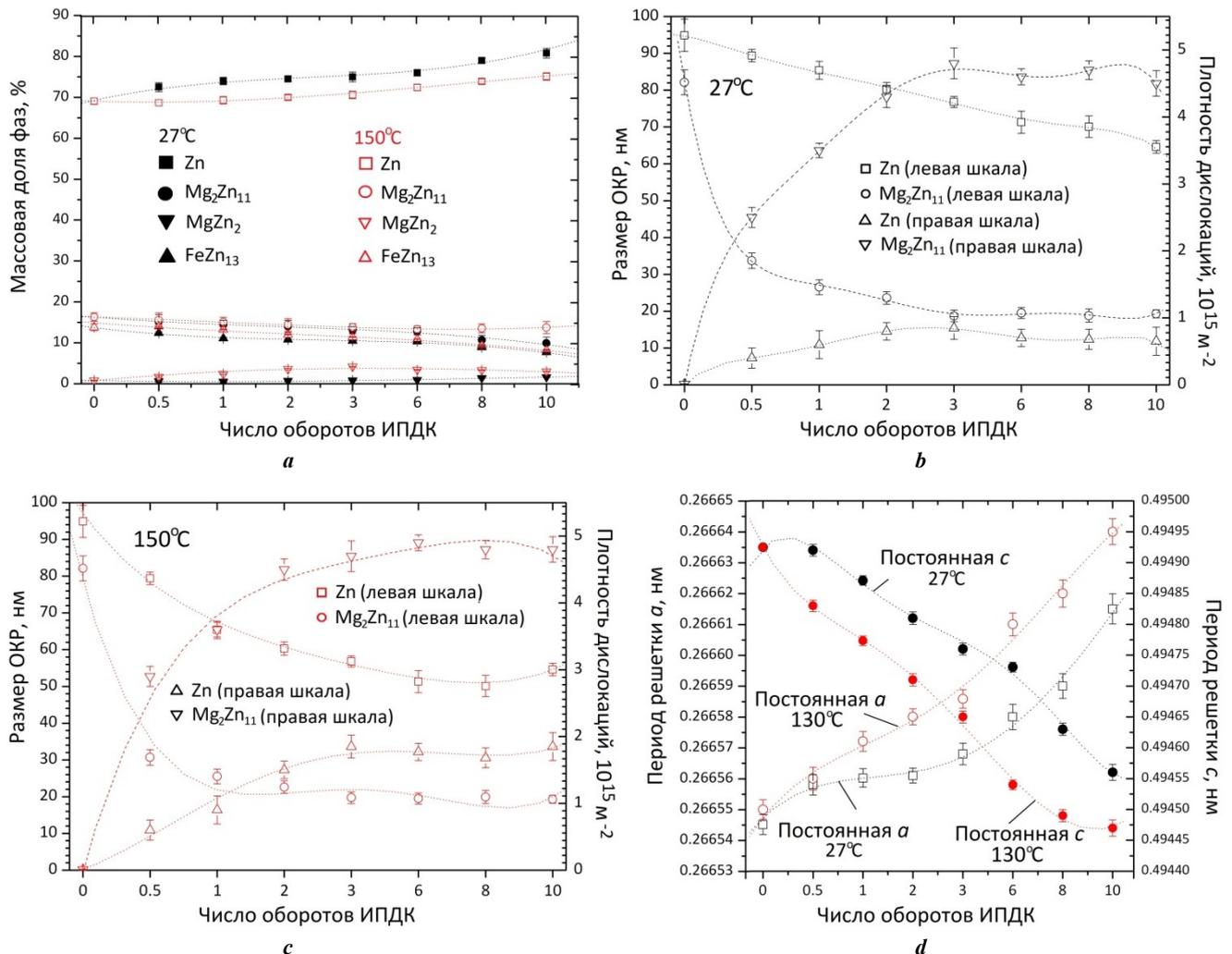


Рис. 4. Закономерности изменения параметров тонкой структуры в зависимости от числа оборотов ИПДК-обработки: **а** – массовой доли обнаруженных фаз; **б** – усредненного размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и средней плотности дислокаций при 27 °С; **с** – усредненного размера ОКР и средней плотности дислокаций при 150 °С; **д** – периода решетки Zn
Fig. 4. Patterns of change in fine structure parameters depending on the number of revolutions of the HPT treatment: **a** – mass fraction of detected phases; **b** – average size of coherent scattering domains and average dislocation density at 27 °С; **c** – average size of coherent scattering domains and average dislocation density at 150 °С; **d** – lattice constant of Zn

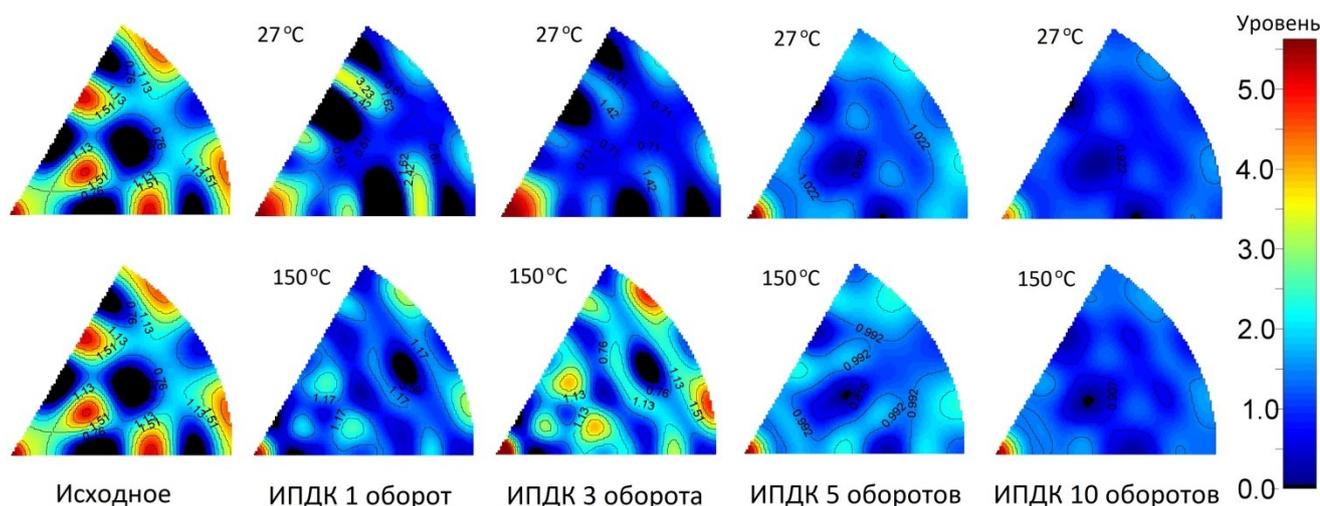


Рис. 5. Обратные полюсные фигуры (0001) для фазы Zn в исходном состоянии и в состояниях после ИПДК-обработки

Fig. 5. Inverse pole figures (0001) for the Zn phase in the initial state and after HPT treatment

и пирамидальные $\{21-36\}\langle 1-210\rangle$ ориентировки, наоборот, подавляются. В то же время формируются новые компоненты $\{11-21\}\langle 1-100\rangle$, $\{20-21\}\langle 0-110\rangle$ и $\{11-24\}\langle 1-100\rangle$ пирамидальных ориентаций зерен, а также компоненты $\{10-12\}\langle uvtv\rangle$ двойникования растяжения (рис. 5).

При увеличении числа оборотов до 3 выявленные после 1 оборота ИПДК пирамидальные, призматические и двойниковые компоненты текстуры подавляются, а полюсная плотность базисной компоненты усиливается (рис. 5). При больших оборотах ИПДК-обработки наблюдается дальнейшее подавление всех текстурных компонент в пользу базисной, которая становится главной компонентой текстуры (рис. 5).

При проведении ИПДК-обработки сплава при температуре 150 °C эволюция процессов текстурообразования в фазе Zn имеет свои особенности. Так, на начальном этапе (1 оборот) ИПДК-обработки по сравнению с таковым, реализованным при 27 °C, формируются дополнительные компоненты текстуры (рис. 5). В частности, на ОПФ видны новые компоненты, относящиеся к пирамидальным $\{21-34\}\langle 1-210\rangle$, $\{21-36\}\langle 1-210\rangle$ и $\{31-44\}\langle 1-320\rangle$ типам (рис. 5). Полюсные плотности дополнительных текстурных компонент усиливаются при увеличении числа оборотов ИПДК до 3 (рис. 5). В данном состоянии также наблюдается усиление базисных $\{0001\}\langle 1000\rangle$ и призматических $\{21-30\}\langle 1-210\rangle$ / $\{31-40\}\langle 1-320\rangle$ компонент текстуры (рис. 5). При больших степенях ИПДК-обработки наблюдается преобладание базисной $\{0001\}\langle 1000\rangle$ компоненты над всеми остальными составляющими кристаллографической текстуры (рис. 5).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проведенные исследования показали, что подвергнутый ИПДК-обработке Zn-1%Mg-1%Fe сплав демонстрирует повышенные прочностные характеристики наряду с достаточной пластичностью при его растяжении (таблица 1). Для выяснения причин повышения

прочности и пластичности данного сплава провели комплексные исследования его микроструктуры. Согласно проведенным исследованиям, исходный Zn-Mg-Fe сплав, подвергнутый термической обработке, состоит из фаз Zn, Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$. При этом в фазе Mg_2Zn_{11} выпадают частицы $MgZn_2$ цилиндрической формы (рис. 2 а). Ранее в ряде работ [25; 26] также было отмечено, что в фазе Mg_2Zn_{11} могут выпадать упрочняющие сплав частицы $MgZn_2$.

Проведенный анализ микроструктуры показал, что уже на ранних этапах ИПДК-обработки (0,5 оборота) в сплаве наблюдается отсутствие эвтектических структур, характерных для литого состояния. При этом формируется полосовая структура, состоящая из смеси фаз Zn, $FeZn_{13}$ и фазы Mg_2Zn_{11} , в которой выпадают частицы $MgZn_2$ (рис. 2 б). Частицы $MgZn_2$ внутри полос Mg_2Zn_{11} (более темные участки) выявляются в виде многочисленных светлых областей различной морфологии (рис. 2 б, во вставке). Согласно данным микроскопии, при увеличении степени и температуры ИПДК-обработки ширина полос, соответствующих фазам Zn, Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$, уменьшается. Кроме того, внутри полос каждой фазы наблюдается измельчение структурных составляющих. В частности, формирование равноосных зерен диаметром 230 нм в полосах Mg_2Zn_{11} продемонстрировано во вставке к рис. 2 с. Помимо измельчения структуры, при больших оборотах ИПДК-обработки в фазе Mg_2Zn_{11} выпадают упрочняющие сплав частицы Zn и $MgZn_2$ сферической морфологии (рис. 2 d, во вставке). При повышении температуры ИПДК (150 °C) процесс динамического деформационного старения реализуется полнее. Данный факт объясняется увеличением доли частиц $MgZn_2$ в фазе Mg_2Zn_{11} (рис. 4 а). В этой связи можно утверждать, что роль дисперсионного упрочнения сплава при повышении температуры проведения ИПДК существенно возрастает.

Полученные результаты микроскопии хорошо согласуются с данными РФА. В частности, методом количественного РФА установили, что в исходном (литом)

состоянии сплава содержание фаз Zn , Mg_2Zn_{11} , $FeZn_{13}$ и $MgZn_2$ равно 69,0; 17,3; 13,5 и 0,2 % соответственно (рис. 4 а). Согласно литературным данным [23; 24], смесь фаз Zn и Mg_2Zn_{11} находится в состоянии эвтектики, и этот факт согласуется с данными РЭМ-исследований. При этом наличие в микроструктуре фазы $FeZn_{13}$ также было выявлено в результате РЭМ-анализа, а следы интенсивного выпадения частиц $MgZn_2$ в фазе Mg_2Zn_{11} наблюдали после термической обработки сплава (рис. 2 а, 3 а).

В случае ИПДК-обработки даже небольшая деформация (0,5 оборота) приводит к изменениям в соотношении выявленных фаз. В частности, видно, что после 0,5 оборота ИПДК наблюдается закономерное понижение массовых долей Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). При этом массовая доля Zn монотонно растет (рис. 4 а). Увеличение степени деформации приводит к дальнейшему закономерному понижению содержания фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). При больших степенях и повышении температуры ИПДК-обработки содержание фазы Zn , а также массовая доля $MgZn_2$ (выделений) существенно растут (рис. 4 а).

Как известно [18; 19; 27; 28], металлические материалы, подвергнутые ИПД, характеризуются измельчением зеренной структуры, повышенной плотностью внесенных дефектов, развитой кристаллографической текстурой и крайне неравновесным состоянием границ зерен. Проведенный РСА данных цинкового сплава свидетельствует о том, что изменения микроструктуры в каждой из основных фаз в процессе деформации методом ИПДК протекают различно. В частности, для фазы Mg_2Zn_{11} характерно резкое уменьшение размера ОКР (рис. 4 б), которое можно связать с измельчением зерен в результате ИПДК. Видно, что даже на начальных этапах ИПДК-обработки (до 1 оборота) средний размер ОКР фазы Mg_2Zn_{11} понижается до ~30 нм (рис. 4 б). При увеличении числа оборотов ИПДК до 3 наблюдается дальнейшее уменьшение среднего размера ОКР вплоть до ~20 нм. При больших степенях ИПДК средний размер ОКР в фазе Mg_2Zn_{11} практически не изменяется и остается в интервале 18...22 нм (рис. 4 б). Такая же закономерность в уменьшении размера ОКР в фазе Mg_2Zn_{11} наблюдается при повышении температуры ИПДК (рис. 4 с). С другой стороны, процесс измельчения элементов структуры в фазе Zn при ИПДК-обработке реализуется не так эффективно, как ожидалось (рис. 4 б). В частности, видно, что на ранних стадиях ИПДК (до 1 оборота) средний размер ОКР практически не изменяется (рис. 4 б). Только после достижения высоких степеней ИПДК-обработки (после 10 оборотов) усредненный размер ОКР в фазе Zn понижается до ~65 нм (рис. 4 б). Напротив, при повышении температуры ИПДК до 150 °С размер ОКР фазы Zn существенно уменьшается даже на начальных этапах деформации (рис. 4 с). При больших степенях ИПДК размер ОКР фазы Zn достигает насыщения и составляет ~50 нм.

Сравнительный анализ показал, что усредненные плотности внесенных дефектов в анализируемых фазах также изменяются немонотонно (рис. 4 б). В частности, в фазе Mg_2Zn_{11} после 3 оборотов ИПДК плотность дислокаций достигает максимального значения ($\sim 4,5 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$) и далее немного падает при увеличении числа оборотов (рис. 4 б). В фазе Zn согласно данным РСА наблюдается

аналогичная тенденция. Однако в ней по сравнению с фазой Mg_2Zn_{11} выявили относительно низкую плотность дислокаций, не превышающую значения $0,8 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (рис. 4 б). При больших степенях ИПДК-обработки в фазе Zn наблюдается понижение плотности дислокаций (рис. 4 б). При повышении температуры проведения ИПДК до 150 °С плотность дислокаций в фазе Zn существенно возрастает (рис. 4 с). При этом в фазе Mg_2Zn_{11} найденные значения плотности дислокаций сопоставимы с полученными после ИПДК 27 °С (рис. 4 с).

Интересными являются изменения значений периода решетки в фазе Zn в зависимости от степени ИПДК-обработки, которые приведены на рис. 4 d. В частности, в литом состоянии период решетки Zn вдоль ребра a гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решетки равен 0,266549 нм, а вдоль ребра базиса c – 0,494952 нм (рис. 4 d). Найденные значения отличаются от табличных данных ($a=0,26648$ нм, $c=0,49467$ нм [29]), особенно в направлении базиса c ГПУ решетки. После 0,5 оборота ИПДК-обработки наблюдается постепенное увеличение периода решетки вдоль ребра a и уменьшение значения вдоль направления c ГПУ решетки (рис. 4 d). При дальнейшем увеличении числа оборотов и температуры ИПДК период решетки Zn вдоль ребра a продолжает расти, а вдоль грани c закономерно уменьшается. Данное изменение периода решетки Zn , скорее всего, связано с наличием в данной фазе примесных атомов Fe и Mg , которое подкрепляется данными РЭМ-анализа (рис. 1 d).

Как показали исследования, легирование Zn атомами Mg и Fe и проведение ИПДК-обработки позволило значительно повысить прочностные характеристики сплава с одновременным увеличением его пластичности (таблица 1), которые удовлетворяют требованиям для фиксации костей и стентов. Несмотря на низкий предел прочности (33 МПа) исходного сплава, его микротвердость (118 НВ) гораздо выше, чем у чистого цинка (41 НВ согласно [1]). Как показали РЭМ-исследования, в исходном сплаве имеются достаточно крупные фазы Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 1). При этом твердость фазы Mg_2Zn_{11} , согласно работе [30], равна ~300 НВ, а фазы $FeZn_{13}$ – 290 НВ [31]. В этой связи высокое значение микротвердости исходного сплава можно объяснить наличием в его структуре крупных фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$. В результате ИПДК-обработки (например, после 1 оборота, 27 °С) прочность сплава возрастает до 289 МПа, однако величина микротвердости сплава в данном состоянии составляет не более 114 НВ (таблица 1). Исследования показали, что при ИПДК-обработке сплава происходит не только дробление фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 2), но и понижение содержания этих фаз (рис. 4). При этом доля фазы Zn растет (рис. 4). Эти факты, по-видимому, ограничивают рост микротвердости сплава и объясняют наблюдаемое понижение его микротвердости в ходе ИПДК. В целом, формирование в цинковом сплаве полосовой структуры, состоящей из фаз Zn , $FeZn_{13}$ и Mg_2Zn_{11} , измельчение зерен в основных фазах и выпадение в них частиц оказались основными факторами, повышающими его механические свойства. Не менее важным фактором, определяющим уровень и анизотропию прочностных свойств исследуемого сплава, является его развитая кристаллографическая текстура.

Анализ кристаллографических текстур показал, что в исходном сплаве ориентации зерен фазы Zn относятся к базисным $\{0001\}\langle 1000 \rangle$, пирамидальным $\{10\text{--}11\}\langle 0\text{--}110 \rangle$ и $\{21\text{--}36\}\langle 1\text{--}210 \rangle$, а также призматическим $\{21\text{--}30\}\langle 1\text{--}210 \rangle$ и $\{31\text{--}40\}\langle 1\text{--}320 \rangle$ компонентам текстуры. В то же время имеются двойниковые компоненты $\{11\text{--}22\}\langle \text{uvw} \rangle$ сжатия (рис. 5). Однако при воздействии на сплав методом ИПДК-обработки существенно изменяется пространственная ориентация зерен фазы Zn в образце, на что указывает перераспределение текстурных максимумов на ОПФ (0001) (рис. 5). В частности, уже на ранних этапах ИПДК-обработки (после 1 оборота, 27 °С) наблюдается подавление призматических и пирамидальных компонент текстуры и усиление базисной ориентации зерен. При этом формируются нехарактерные для исходного состояния иные ориентировки пирамидального $\{11\text{--}21\}\langle 1\text{--}100 \rangle$, $\{20\text{--}21\}\langle 0\text{--}110 \rangle$ и $\{11\text{--}24\}\langle 1\text{--}100 \rangle$ типов, а также компоненты двойникования $\{10\text{--}12\}\langle \text{uvw} \rangle$ растяжения (рис. 5). При увеличении числа оборотов ИПДК до 3 повышается доля базисной $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ компоненты, а все остальные выявленные ориентации зерен слегка подавляются. При больших степенях ИПДК наблюдается дальнейшее подавление всех компонент текстуры в пользу базисной, которая становится основной.

При повышении температуры проведения ИПДК-обработки (150 °С) процессы текстурообразования протекают идентично с преобладанием базисной $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ компоненты текстуры (рис. 5). Однако на ранних этапах ИПДК при температуре 150 °С, помимо компонент, характерных для ИПДК при температуре 27 °С, формируются новые ориентации зерен в образце. При этом полусные плотности новых компонент текстуры усиливаются при увеличении числа оборотов ИПДК до 3 (рис. 5). В данном состоянии также усиливаются базисные $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ и призматические $\{21\text{--}30\}\langle 1\text{--}210 \rangle$ / $\{31\text{--}40\}\langle 1\text{--}320 \rangle$ компоненты текстуры (рис. 5).

Как показали испытания на растяжение, в состоянии после 3 оборотов ИПДК 150 °С сплав демонстрирует самые высокие механические свойства (таблица 1). В данном состоянии зерна фазы Zn имеют помимо базисной еще и пирамидальные, призматические и двойниковые компоненты текстуры высокой плотности. Как известно [32; 33], величина критического скалывающего напряжения сдвига, определяющая начало работы тех или иных систем скольжения, для базисных систем минимальна, а для пирамидальных, призматических и двойниковых систем имеет наиболее высокие значения. В этой связи можно утверждать, что формирование пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры на начальных этапах ИПДК-обработки сплава способствует повышению его прочностных свойств, ведь для их работы требуются большие нагрузки. При больших степенях ИПДК главной ориентировкой становится базисная компонента, и для работы сплава, т.е. для реализации его пластической деформации, требуется меньшее воздействие. Формированием преимущественно базисной компоненты текстуры можно объяснить понижение прочностных свойств данного сплава при больших степенях ИПДК.

Проведенные методами РСА и микроскопии исследования показали, что в результате ИПДК в Zn–1%Mg–1%Fe сплаве формируется уникальная УМЗ структура,

состоящая из фаз Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃, в которой выпадают частицы сферической морфологии. В ходе ИПДК также повышается плотность внесенных дефектов структуры и формируется развитая кристаллографическая текстура. Обнаруженные факты указывают на то, что в сплаве реализуются дисперсионный, зернограничный (по закону Холла – Петча) и дислокационный механизмы упрочнения. При этом устойчивость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры при ИПДК-обработке определяют уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. В целом, по сравнению с чистым Zn, оптимизированный методом ИПДК Zn–1%Mg–1%Fe сплав демонстрирует более высокие прочностные свойства (предел прочности, твердость) с достаточной пластичностью, и с такими характеристиками он может быть использован в качестве имплантатов для некоторых случаев применения [34].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Для применения в медицине в качестве имплантатов получен новый сплав Zn–1%Mg–1%Fe с улучшенными механическими свойствами (предел прочности 415 МПа, пластичность 82 %) путем легирования и формирования в нем УМЗ структуры в результате ИПДК (3 оборота, 150 °С). Установлено, что в результате ИПДК в основных фазах (Zn и Mg₂Zn₁₁) происходит эффективное измельчение зеренной структуры, повышение плотности внесенных дефектов. На начальных этапах ИПДК в фазе Zn формируется развитая кристаллографическая текстура, состоящая из базисных, пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры. Стойкость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры при ИПДК определяет уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. Эффективное измельчение зерен в основных фазах и формирование УМЗ структуры, а также выпадение сферических частиц с высоким содержанием являются основными факторами, повышающими механические свойства данного сплава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- García-Mintegui C., Córdoba L.C., Buxadera-Palomero J., Marquina A., Jiménez-Piqué E., Ginebra M.-P., Cortina J.L., Pegueroles M. Zn-Mg and Zn-Cu alloys for stenting applications: From nanoscale mechanical characterization to in vitro degradation and biocompatibility // *Bioactive Materials*. 2021. Vol. 6. № 12. P. 4430–4446. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.04.015](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.04.015).
- Yuan Wei, Xia Dandan, Wu Shuilin, Zheng Yufeng, Guan Zhenpeng, Rau J.V. A review on current research status of the surface modification of Zn-based biodegradable metals // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 7. P. 192–216. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.018](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.018).
- Wątroba M., Mech K., Bednarczyk W., Kawalko J., Marciszko-Wiąckowska M., Marzec M., Shepherd D.E.T., Bała P. Long-term in vitro corrosion behavior of Zn-3Ag and Zn-3Ag-0.5Mg alloys considered for biodegradable implant applications // *Materials & Design*. 2022. Vol. 213. Article number 110289. DOI: [10.1016/j.matdes.2021.110289](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110289).

4. Huang Tian, Liu Zhilin, Wu Dachao, Yu Hailiang. Microstructure, mechanical properties, and biodegradation response of the grain-refined Zn alloys for potential medical materials // *Journal of materials research and technology*. 2021. Vol. 15. P. 226–240. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.08.024](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.024).
5. Young J., Reddy R.G. Synthesis, mechanical properties, and in vitro corrosion behavior of biodegradable Zn–Li–Cu alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 844. Article number 156257. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156257](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156257).
6. Zhuo Xiaoru, Wu Yuna, Ju Jia, Liu Huan, Jiang Jinghua, Hu Zhichao, Bai Jing, Xue Feng. Recent progress of novel biodegradable zinc alloys: from the perspective of strengthening and toughening // *Journal of Materials Research and Technology*. 2022. Vol. 17. P. 244–269. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.01.004](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.004).
7. Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn-Mg-Fe alloy osteosynthesis system // *Bioactive Materials*. 2021. Vol. 7. P. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
8. Su Yingchao, Fu Jiayin, Lee Wonsae, Du Shaokang, Qin Yi-Xian, Zheng Yufeng, Wang Yadong, Zhu Donghui. Improved mechanical, degradation, and biological performances of Zn-Fe alloys as bioresorbable implants // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 17. P. 334–343. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.12.030](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.12.030).
9. He Jin, Li Da-Wei, He Feng-Li et al. A study of degradation behaviour and biocompatibility of Zn-Fe alloy prepared by electrodeposition // *Materials Science and Engineering: C*. 2020. Vol. 117. Article number 111295. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111295](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111295).
10. Oliver A.A., Guillory R.J., Flom K.L., Morath L.M., Kolesar T.M., Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Goldman J. Analysis of vascular inflammation against bioresorbable Zn-Ag based alloys // *ACS Applied Bio Materials*. 2020. Vol. 3. № 10. P. 6779–6789. DOI: [10.1021/acsabm.0c00740](https://doi.org/10.1021/acsabm.0c00740).
11. Kafri A., Ovadia S., Goldman J., Drelich J., Aghion E. The Suitability of Zn–1.3%Fe Alloy as a Biodegradable Implant Material // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 3. Article number 153. DOI: [10.3390/met8030153](https://doi.org/10.3390/met8030153).
12. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Chen Hong-Ting, Liu Xue-Feng, Li Ang, Zhang Hai-Jun, Wang Lu-Ning. Enhancement in mechanical and corrosion resistance properties of a biodegradable Zn-Fe alloy through second phase refinement // *Materials Science and Engineering: C*. 2020. Vol. 116. Article number 111197. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111197](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111197).
13. Liu Shiyang, Kent D., Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Effects of deformation twinning on the mechanical properties of biodegradable Zn-Mg alloys // *Bioactive Materials*. 2019. Vol. 4. P. 8–16. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2018.11.001).
14. Galib R.H., Sharif A. Development of Zn-Mg alloys as a degradable biomaterial // *Advances in Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 1. № 1. P. 1–7.
15. Vojtech D., Kubasek J., Serak J., Novak P. Mechanical and corrosion properties of newly developed biodegradable Zn based alloys for bone fixation // *Acta Biomaterialia*. 2011. Vol. 7. № 9. P. 3515–3522. DOI: [10.1016/j.actbio.2011.05.008](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.05.008).
16. Li Huafang, Xie Xin-Hui, Zheng Yufeng et al. Development of biodegradable Zn-1X binary alloys with nutrient alloying elements Mg, Ca and Sr // *Scientific Reports*. 2015. Vol. 5. Article number 10719. DOI: [10.1038/srep10719](https://doi.org/10.1038/srep10719).
17. Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Mechanical Properties, and in Vitro Corrosion Behavior of Biodegradable Zn-1Fe-xMg Alloy // *Materials*. 2020. Vol. 13. № 21. Article number 4835. DOI: [10.3390/ma13214835](https://doi.org/10.3390/ma13214835).
18. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progress in Materials Science*. 2000. Vol. 45. № 2. P. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
19. Ситдиков В.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В. Микроструктура и свойства сплава Zn–1%Li–2%Mg, подвергнутого интенсивной пластической деформации // *Frontier Materials & Technologies*. 2023. № 2. С. 117–130. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-7](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-7).
20. Luqman M., Ali Y., Zaghoul M.M.Y., Sheikh F.A., Chan V., Abdal-hay A. Grain Refinement Mechanism and its effect on Mechanical Properties and Biodegradation Behaviors of Zn Alloys – A Review // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 24. P. 7338–7365. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.04.219](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.219).
21. Leoni M., Confente T., Scardi P. PM2K: A flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling // *Zeitschrift für Kristallographie, Supplement*. 2006. Vol. 1. № 23. P. 249–254.
22. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures // *Journal of Applied Crystallography*. 1969. Vol. 2. № 2. P. 65–71. DOI: [10.1107/S0021889869006558](https://doi.org/10.1107/S0021889869006558).
23. Jiang Pingli, Blawert C., Zheludkevich M.L. The Corrosion Performance and Mechanical Properties of Mg-Zn Based Alloys – A Review // *Corrosion and Materials Degradation*. 2020. Vol. 1. № 1. P. 92–158. DOI: [10.3390/cmd1010007](https://doi.org/10.3390/cmd1010007).
24. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Zhang Hai-Jun, Liu Xue-Feng, Li Hui-Yan, Zhou Chao, Yin Xu-Xia, Wang Lu-Ning. Design biodegradable Zn alloys: Second phases and their significant influences on alloy properties // *Bioactive Materials*. 2020. Vol. 5. № 2. P. 210–218. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2020.02.010](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2020.02.010).
25. Ye Lifeng, Huang He, Sun Chao et al. Effect of grain size and volume fraction of eutectic structure on mechanical properties and corrosion behavior of as-cast Zn-Mg binary alloys // *Journal of Materials Research and Technology*. 2021. Vol. 16. P. 1673–1685. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.12.101](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.101).
26. Huang He, Liu Huan, Wang Lisha, Yan Kai, Li Yuhua, Jiang Jinghua, Ma Aibin, Xue Feng, Bai Jing. Revealing the effect of minor Ca and Sr additions on microstructure evolution and mechanical properties of Zn-0.6 Mg alloy during multi-pass equal channel angular pressing // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 844. Article number 155923. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155923](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155923).
27. Ситдиков В.Д., Кулясова О.Б., Ситдикова Г.Ф., Исламгалиев Р.К., Юфенг Ж. Структурно-фазовые превращения в Zn–Li–Mg сплаве, подвергнутом ин

- тенсивной пластической деформации кручением // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3-2. С. 44–55. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55).
28. Nazarov A.A. Nonequilibrium grain boundaries in bulk nanostructured metals and their recovery under the influences of heating and cyclic deformation. Review // *Letters on materials*. 2018. Vol. 8. № 3. P. 372–381. DOI: [10.22226/2410-3535-2018-3-372-381](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2018-3-372-381).
 29. Wyckoff R.W.G. Hexagonal closest packed, HCP, structure // *Crystal Structures*. New York: Interscience Publishers, 1963. Vol. 1. P. 7–83.
 30. Necas D., Marek I., Pinc J., Vojtech D., Kubásek J. Advanced Zinc–Magnesium Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 15. Article number 5272. DOI: [10.3390/ma15155272](https://doi.org/10.3390/ma15155272).
 31. Han Kwangsik, Lee Inho, Ohnuma I., Okuda K., Kainuma R. Micro-Vickers Hardness of Intermetallic Compounds in the Zn-rich Portion of Zn–Fe Binary System // *ISIJ International*. 2018. Vol. 58. № 9. P. 1578–1583. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111).
 32. Liu Shiyang, Kent D., Zhan Hongyi, Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Dynamic recrystallization of pure zinc during high strain-rate compression at ambient temperature // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 784. Article number 139325. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139325](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139325).
 33. Nguyen Pham, Abbès F., Lecomte J.S., Schuman C., Abbès B. Inverse Identification of Single-Crystal Plasticity Parameters of HCP Zinc from Nanoindentation Curves and Residual Topographies // *Nanomaterials (Basel)*. 2022. Vol. 12. № 3. Article number 300. DOI: [10.3390/nano12030300](https://doi.org/10.3390/nano12030300).
 34. Yang Hongtao, Qu Xinhua, Lin Wenjiao, Chen Dafu, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Enhanced osseointegration of Zn-Mg composites by tuning the release of Zn ions with sacrificial Mg rich anode design // *ACS Biomaterials Science & Engineering*. 2018. Vol. 5. № 2. P. 453–467. DOI: [10.1021/acsbiomaterials.8b01137](https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b01137).
- ## REFERENCES
1. García-Mintegui C., Córdoba L.C., Buxadera-Palomero J., Marquina A., Jiménez-Piqué E., Ginebra M.-P., Cortina J.L., Pegueroles M. Zn-Mg and Zn-Cu alloys for stenting applications: From nanoscale mechanical characterization to in vitro degradation and biocompatibility. *Bioactive Materials*, 2021, vol. 6, no. 12, pp. 4430–4446. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.04.015](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.04.015).
 2. Wei Yuan, Dandan Xia, Shuilin Wu, Yufeng Zheng, Zhenpeng Guan, Rau J.V. A review on current research status of the surface modification of Zn-based biodegradable metals. *Bioactive Materials*, 2022, vol. 7, pp. 192–216. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.018](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.018).
 3. Wątroba M., Mech K., Bednarczyk W., Kawalko J., Marciszko-Wiąckowska M., Marzec M., Shepherd D.E.T., Bała P. Long-term in vitro corrosion behavior of Zn-3Ag and Zn-3Ag-0.5Mg alloys considered for biodegradable implant applications. *Materials & Design*, 2022, vol. 213, article number 110289. DOI: [10.1016/j.matdes.2021.110289](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110289).
 4. Huang Tian, Liu Zhilin, Wu Dachao, Yu Hailiang. Microstructure, mechanical properties, and biodegradation response of the grain-refined Zn alloys for potential medical materials. *Journal of materials research and technology*, 2021, vol. 15, pp. 226–240. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.08.024](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.024).
 5. Young J., Reddy R.G. Synthesis, mechanical properties, and in vitro corrosion behavior of biodegradable Zn–Li–Cu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 844, article number 156257. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156257](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156257).
 6. Zhuo Xiaoru, Wu Yuna, Ju Jia, Liu Huan, Jiang Jinghua, Hu Zhichao, Bai Jing, Xue Feng. Recent progress of novel biodegradable zinc alloys: from the perspective of strengthening and toughening. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 17, pp. 244–269. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.01.004](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.004).
 7. Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn-Mg-Fe alloy osteosynthesis system. *Bioactive Materials*, 2021, vol. 7, pp. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
 8. Su Yingchao, Fu Jiayin, Lee Wonsae, Du Shaokang, Qin Yi-Xian, Zheng Yufeng, Wang Yadong, Zhu Donghui. Improved mechanical, degradation, and biological performances of Zn-Fe alloys as bioresorbable implants. *Bioactive Materials*, 2022, vol. 17, pp. 334–343. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.12.030](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.12.030).
 9. He Jin, Li Da-Wei, He Feng-Li et al. A study of degradation behaviour and biocompatibility of Zn-Fe alloy prepared by electrodeposition. *Materials Science and Engineering: C*, 2020, vol. 117, article number 111295. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111295](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111295).
 10. Oliver A.A., Guillory R.J., Flom K.L., Morath L.M., Kolesar T.M., Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Goldman J. Analysis of vascular inflammation against bioresorbable Zn-Ag based alloys. *ACS Applied Bio Materials*, 2020, vol. 3, no. 10, pp. 6779–6789. DOI: [10.1021/acsabm.0c00740](https://doi.org/10.1021/acsabm.0c00740).
 11. Kafri A., Ovadia S., Goldman J., Drelich J., Aghion E. The Suitability of Zn–1.3%Fe Alloy as a Biodegradable Implant Material. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 3, article number 153. DOI: [10.3390/met8030153](https://doi.org/10.3390/met8030153).
 12. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Chen Hong-Ting, Liu Xue-Feng, Li Ang, Zhang Hai-Jun, Wang Lu-Ning. Enhancement in mechanical and corrosion resistance properties of a biodegradable Zn-Fe alloy through second phase refinement. *Materials Science and Engineering: C*, 2020, vol. 116, article number 111197. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111197](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111197).
 13. Shiyang Liu, Kent D., Doan Nghiem, Dargusch M., Gui Wang. Effects of deformation twinning on the mechanical properties of biodegradable Zn-Mg alloys. *Bioactive Materials*, 2019, vol. 4, pp. 8–16. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2018.11.001).
 14. Galib R.H., Sharif A. Development of Zn-Mg alloys as a degradable biomaterial. *Advances in Alloys and Compounds*, 2015, vol. 1, no. 1, pp. 1–7.
 15. Vojtech D., Kubasek J., Serak J., Novak P. Mechanical and corrosion properties of newly developed biodegradable Zn based alloys for bone fixation. *Acta Biomaterialia*, 2011, vol. 7, no. 9, pp. 3515–3522. DOI: [10.1016/j.actbio.2011.05.008](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.05.008).

16. Li Huafang, Xie Xin-Hui, Zheng Yufeng et al. Development of biodegradable Zn-1X binary alloys with nutrient alloying elements Mg, Ca and Sr. *Scientific Reports*, 2015, vol. 5, article number 10719. DOI: [10.1038/srep10719](https://doi.org/10.1038/srep10719).
17. Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Mechanical Properties, and in Vitro Corrosion Behavior of Biodegradable Zn-1Fe-xMg Alloy. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 21, article number 4835. DOI: [10.3390/ma13214835](https://doi.org/10.3390/ma13214835).
18. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, vol. 45, no. 2, pp. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
19. Sitdikov V.D., Khafizova E.D., Polenok M.V. Microstructure and properties of the Zn–1%Li–2%Mg alloy subjected to severe plastic deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 2, pp. 117–130. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-7](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-7).
20. Luqman M., Ali Y., Zaghoul M.M.Y., Sheikh F.A., Chan V., Abdal-hay A. Grain Refinement Mechanism and its effect on Mechanical Properties and Biodegradation Behaviors of Zn Alloys – A Review. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 24, pp. 7338–7365. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.04.219](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.219).
21. Leoni M., Confente T., Scardi P. PM2K: A flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling. *Zeitschrift für Kristallographie, Supplement*, 2006, vol. 1, no. 23, pp. 249–254.
22. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 1969, vol. 2, no. 2, pp. 65–71. DOI: [10.1107/S0021889869006558](https://doi.org/10.1107/S0021889869006558).
23. Pingli Jiang, Blawert C., Zheludkevich M.L. The Corrosion Performance and Mechanical Properties of Mg-Zn Based Alloys – A Review. *Corrosion and Materials Degradation*, 2020, vol. 1, no. 1, pp. 92–158. DOI: [10.3390/cmd1010007](https://doi.org/10.3390/cmd1010007).
24. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Zhang Hai-Jun, Liu Xue-Feng, Li Hui-Yan, Zhou Chao, Yin Xu-Xia, Wang Lu-Ning. Design biodegradable Zn alloys: Second phases and their significant influences on alloy properties. *Bioactive Materials*, 2020, vol. 5, no. 2, pp. 210–218. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2020.02.010](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2020.02.010).
25. Ye Lifeng, Huang He, Sun Chao et al. Effect of grain size and volume fraction of eutectic structure on mechanical properties and corrosion behavior of as-cast Zn-Mg binary alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 16, pp. 1673–1685. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.12.101](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.101).
26. Huang He, Liu Huan, Wang Lisha, Yan Kai, Li Yuhua, Jiang Jinghua, Ma Aibin, Xue Feng, Bai Jing. Revealing the effect of minor Ca and Sr additions on microstructure evolution and mechanical properties of Zn-0.6 Mg alloy during multi-pass equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 844, article number 155923. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155923](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155923).
27. Sitdikov V.D., Kulyasova O.B., Sitdikova G.F., Islamgaliev R.K., Yufeng Zheng. Structural-phase transformations in the Zn-Li-Mg alloy exposed to the severe plastic torsion deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3-2, pp. 44–55. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55).
28. Nazarov A.A. Nonequilibrium grain boundaries in bulk nanostructured metals and their recovery under the influences of heating and cyclic deformation. Review. *Letters on materials*, 2018, vol. 8, no. 3, pp. 372–381. DOI: [10.22226/2410-3535-2018-3-372-381](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2018-3-372-381).
29. Wyckoff R.W.G. Hexagonal closest packed, hcp, structure. *Crystal Structures*. New York, Interscience Publishers Publ., 1963. Vol. 1, pp. 7–83.
30. Necas D., Marek I., Pinc J., Vojtech D., Kubásek J. Advanced Zinc–Magnesium Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 15, article number 5272. DOI: [10.3390/ma15155272](https://doi.org/10.3390/ma15155272).
31. Han Kwangsik, Lee Inho, Ohnuma I., Okuda K., Kainuma R. Micro-Vickers Hardness of Intermetallic Compounds in the Zn-rich Portion of Zn–Fe Binary System. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no. 9, pp. 1578–1583. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111).
32. Liu Shiyang, Kent D., Zhan Hongyi, Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Dynamic recrystallization of pure zinc during high strain-rate compression at ambient temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 784, article number 139325. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139325](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139325).
33. Pham Nguyen, Abbès F., Lecomte J.S., Schuman C., Abbès B. Inverse Identification of Single-Crystal Plasticity Parameters of HCP Zinc from Nanoindentation Curves and Residual Topographies. *Nanomaterials (Basel)*, 2022, vol. 12, no. 3, article number 300. DOI: [10.3390/nano12030300](https://doi.org/10.3390/nano12030300).
34. Yang Hongtao, Qu Xinhua, Lin Wenjiao, Chen Dafu, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Enhanced osseointegration of Zn-Mg composites by tuning the release of Zn ions with sacrificial Mg rich anode design. *ACS Biomaterials Science & Engineering*, 2018, vol. 5, no. 2, pp. 453–467. DOI: [10.1021/acsbiomaterials.8b01137](https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b01137).

Microstructure, crystallographic texture and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy subjected to severe plastic deformation

© 2024

Vil D. Sitdikov^{1,2,4}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
senior expert, senior researcher

Elvira D. Khafizova^{2,3,5}, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Materials Science and Metal Physics,

senior researcher at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”

Milena V. Polenok^{2,3,6}, graduate student of Chair of Materials Science and Physics of Metals,
research assistant at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”

¹OOO RN-BashNIPIneft, Ufa (Russia)

²Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of RAS, Ufa (Russia)

³Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

*E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689>

Received 09.02.2024

Accepted 19.07.2024

Abstract: The paper covers the production, analysis of the microstructure, crystallographic texture and deformation mechanisms of the ultrafine-grained (UFG) Zn–1%Mg–1%Fe zinc alloy demonstrating unique physical and mechanical properties compared to its coarse-crystalline analogs. The zinc alloy with improved mechanical properties was developed in two stages. At the first stage, based on the analysis of literature data, an alloy with the following chemical composition was cast: Zn–1%Mg–1%Fe. Then, the alloy was subjected to high-pressure torsion (HPT) to improve mechanical properties due to grain structure refinement and implementation of dynamic strain aging. The conducted mechanical tensile tests of the samples and assessment of the alloy hardness showed that HPT treatment leads to an increase in its tensile strength to 415 MPa, an increase in hardness to 144 HV, and an increase in ductility to 82 %. The obtained mechanical characteristics demonstrate the suitability of using the developed alloy in medicine as some implants (stents) requiring high applied loads. To explain the reasons for the improvement of the mechanical properties of this alloy, the authors carried out comprehensive tests using microscopy and X-ray diffraction analysis. The microstructure analysis showed that during the formation of the ultrafine-grained structure, a phase transition is implemented according to the following scheme: $Zn_{\text{eutectic}} + Mg_2Zn_{1\text{eutectic}} + FeZn_{13} \rightarrow Zn_{\text{phase}} + Mg_2Zn_{1\text{phase}} + MgZn_{2\text{particles}} + Zn_{\text{particles}}$. It was found that as a result of high pressure torsion in the main phases (Zn, Mg_2Zn_{11}), the grain structure is refined, the density of introduced defects increases, and a developed crystallographic texture consisting of basic, pyramidal, prismatic, and twin texture components is formed. The study showed that the resistance of pyramidal, prismatic and twin texture components at the initial stages of high-pressure torsion determines the level and anisotropy of the strength properties of this alloy. The relationship between the discovered structural features of the produced alloy and its unique mechanical properties is discussed.

Keywords: Zn–1%Mg–1%Fe alloy; phase transformations in zinc alloy; severe plastic deformation; X-ray scattering methods; mechanical properties; strength; ductility; crystallographic texture.

Acknowledgements: The study was funded by the grant of the Russian Science Foundation No. 23-29-00667, <https://rscf.ru/project/23-29-00667>.

For citation: Sitdikov V.D., Khafizova E.D., Polenok M.V. Microstructure, crystallographic texture and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy subjected to severe plastic deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 75–88. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-7.