

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина»
Институт новых материалов и технологий
Кафедра «Термообработка и физика металлов»

На правах рукописи

Муканов Галымжан Жанатович

Формирование ультрамелкозернистой структуры и повышение свойств
биоинертного псевдо- β -сплава Ti-39Nb-7Zr ротационной ковкой
и равноканальным угловым прессованием

2.6.17. Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор
Кузнецов Виктор Павлович

Екатеринбург – 2025

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	12
1.1 Требования к свойствам биоинертных титановых сплавов медицинского применения	12
1.2 Методы получения УМЗ-структуры в титановых сплавах методами ИПД	17
1.3 Обзор исследований формирования микроструктуры и свойств в титановых сплавах равноканальным угловым прессованием и ротационной ковкой	25
1.4 Конечно-элементное моделирование процессов ИПД	32
1.5. Доклинические исследования имплантатов из титановых сплавов	39
1.6 Постановка цели и задач работы	42
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	44
2.1 Материал исследования	44
2.2 Оборудование и режимы термомеханических обработок для формирования УМЗ структуры методами РКУП и ротационнойковки	44
2.3 Методы исследования структуры и свойств	49
ГЛАВА 3 КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ СПЛАВА Ti39Nb7Zr	55
3.1 Исследование распределения напряжений и деформаций в прутках, подвергнутых ротационной ковке, методом конечно-элементного моделирования	55
3.2 Текстурно-структурный и фазовый анализ деформируемого сплава	65
3.3 Механические и физические свойства сплава после формирования УМЗ-структуры ротационной ковкой	83
Выводы по главе 3	88

ГЛАВА 4 КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ СПЛАВА Ti39Nb7Zr.....	90
4.1 Исследование распределения напряжений и деформаций в прутках методом конечно-элементного моделирования	90
4.2 Текстурно-структурный и фазовый анализ деформируемого сплава	97
4.3 Механические и физические свойства сплава после формирования УМЗ- структуры равноканальным угловым прессованием	105
Выводы по главе 4.....	112
ГЛАВА 5 СРАВНЕНИЕ ПРОЦЕССОВ РК И РКУП ПО КРИТЕРИЯМ ТЕХНОЛОГИЧНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА, МИКРОСТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ЗАГОТОВОК МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ	114
5.1 Обоснование целесообразности внедрения технологии ротационной ковки при производстве медицинских имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой.....	114
5.2 Изготовление опытных образцов имплантата.....	115
5.3 Доклинические испытания имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ- структурой.....	120
Выводы по главе 5.....	132
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	134
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	137
Приложение.....	151

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования.

Разработка, совершенствование структуры и свойств биоинертных сплавов на основе титана является одной из приоритетных задач современной медицины и материаловедения. Спрос на конструкционные и функциональные материалы для имплантатов и медицинских систем неуклонно растёт в связи с увеличением продолжительности жизни, развитием ортопедической и челюстно-лицевой хирургии, а также внедрением новых методов хирургического вмешательства. Особое внимание уделяется бета-титановым сплавам с низким модулем упругости, высокой биосовместимостью, коррозионной стойкостью и отсутствием токсичных элементов.

Особый интерес представляет трехкомпонентные сплавы системы Ti–Nb–Zr с механически стабильной β -фазой, обладающие исключительно низким модулем упругости (60-70 ГПа), высокой биоинертностью за счёт отсутствия токсичных легирующих элементов, что делает их перспективным кандидатом для изготовления высокопрочных и долговечных имплантатов [1]. Однако, несмотря на высокие эксплуатационные свойства этих сплавов в литом или горячекатаном состоянии они не соответствуют требованиям по прочности, предъявляемым к медицинским имплантатам для остеоинтеграции, особенно в зонах контакта с костной тканью.

Одним из эффективных путей повышения механических свойств при сохранении и снижении модуля упругости является формирование ультрамелкозернистой структуры (УМЗ) за счёт методов интенсивной пластической деформации (ИПД). Применение методов ИПД, в частности, равноканального углового прессования (РКУП), ротационнойковки (РК) и других позволяет значительно измельчить зерно, увеличить количество дефектов кристаллической структуры и достичь существенного упрочнения материала.

На сегодняшний день в мировой научной литературе представлено множество работ, посвящённых получению УМЗ-структуры в титановых

сплавах с целью повышения их механических и функциональных характеристик. Особенно активно исследуются сплавы Ti–6Al–4V, Ti–13Nb–13Zr, Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr и Ti–15Mo. Исследования показали, что РКУП сплава Ti–6Al–4V позволяет снизить размер зерна до 200–500 нм, существенно увеличив предел прочности до 1000 МПа, однако сплав содержит токсичный ванадий, ограничивая его биомедицинское применение. После РКУП сплава Ti–15Mo достигалась структура со средним размером зерна 300 нм и увеличением пластичности до 20% при сохранении прочности свыше 1000 МПа. Мо стабилизирует β -фазу, но является дорогим легирующим элементом [2] с ограниченной биосовместимостью.

Для сплава Ti–39Nb–7Zr, разработанного в УрФУ [3] несмотря на высокую биосовместимость и пониженный модуль упругости (70 ГПа), работы, посвящённые применению методов ИПД, практически отсутствуют. Большинство исследований сосредоточено на литых и кованных состояниях, в то время как комплексное влияние РКУП и РК на структуру, фазовое состояние и свойства данного сплава остается практически не изученным.

В этой связи необходимо установить закономерности формирования физико-механических свойств за счет изменения текстурно-структурного состояния, полученного в объемных образцах Ti–39Nb–7Zr методами РКУП и РК. Исходя из вышеизложенного, изучение влияния процессов ИПД на формирование структуры, текстуры, и обеспечения высоких механических свойств в сплаве Ti–39Nb–7Zr для медицинских имплантатов является актуальным как с научной, так и с точки зрения практического применения.

Проведенные ранее исследования влияния РК на структуру сталей и цветных металлов показали эффективность процесса при измельчении зерна и формирования вторых фаз в высокоазотистой стали [4], повышение эксплуатационных характеристик низкоуглеродистых сталей [5], улучшение комплекса свойств – эффект памяти формы, коррозионная стойкость и повышенные механические характеристики в биосовместимых сплавах Zr–2,5Nb, нитинолах [6, 7] и β -сплаве титана Ti–25Nb–15Zr с механически

нестабильной β -фазой [8]. Что касается биосовместимых сплавов на основе механически стабильного β - твердого раствора, то информации об использовании РК и РКУП для таких сплавов практически нет. В связи с этим в настоящей работе рассмотрено влияние ИПД методами многопроходных РК и РКУП на формирование УМЗ состояния и комплекса свойств в биоинертном псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr.

Степень разработанности темы

Комплекс научных работ, выполненных на кафедре ТОиФМ УрФУ под руководством А.А. Попова [3, 9, 10], позволил обосновать режимы термической обработки при изготовлении прутковых заготовок из титанового сплава Ti-39Nb-7Zr для медицинских изделий.

Направлением дальнейших исследований является получение заготовок из данного биоинертного псевдо- β -титанового сплава с УМЗ-структурой и достижение комплекса новых свойств для серийного производства имплантатов для остеointеграционного протезирования.

Таким образом, необходимость системного изучения механизмов деформирования и закономерностей формирования УМЗ-структуры, текстуры и свойств сплава Ti-39Nb-7Zr методами интенсивной пластической деформации делает данную тему актуальной.

Цель исследования – установить закономерности формирования напряженно-деформированного состояния, текстуры и ультрамелкозернистой структуры в горячекатаном псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr методами ротационнойковки и равноканального углового прессования и обосновать преимущества одной из технологий для промышленного изготовления имплантатов для остеointеграционного протезирования. В работе поставлены следующие задачи:

- 1) Провести расчеты напряженно-деформированного состояния в прутках из сплава Ti-39Nb-7Zr в процессе РК и РКУП с использованием моделирования методом конечных элементов (МКЭ).

- 2) Установить закономерности формирования в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr текстуры, фазового состава и УМЗ структуры, получаемой методами многопроходных РК и РКУП.
- 3) Провести комплексное сравнение распределения напряжений, деформаций, текстурно-структурного состояния и физико-механических свойств заготовок из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой, полученной методами многопроходных РК и РКУП, для обоснования выбора оптимальной технологии производства медицинских имплантатов.
- 4) Изготовить опытные образцы имплантатов из заготовок сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой и изучить закономерности их остеоинтеграции при доклинических испытаниях.

Научная новизна

1. Для управления формированием УМЗ-структуры в материалах интенсивной пластической деформацией предложен параметр однородности ее распределения по сечению заготовки $\Delta\epsilon/\epsilon_{\text{ср}}$, который может быть определен методом конечно-элементного моделирования процессов.

Определено, что РК горячекатаного прутка псевдо- β -титанового сплава Ti-39Nb-7Zr при меньшей истинной степени накопленной деформации $\epsilon_n = 1,14$ за 12 циклов обжатия заготовки обеспечивает более однородное распределение пластической деформации по сечению прутка $\Delta\epsilon/\epsilon_{\text{ср}} = 0,2$ и предел прочности $\sigma_b = 830$ МПа, чем после РКУП с накопленной деформацией $\epsilon_n = 3,2$, однако высокой неоднородностью $\Delta\epsilon/\epsilon_{\text{ср}} = 1,8$ и меньшим пределом прочности $\sigma_b = 760$ МПа.

2. Установлена взаимосвязь между распределением касательных напряжений при РКУП и формированием текстуры в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr. Показано, что направление максимальных касательных напряжений ($\sim 27,5^\circ$ относительно оси заготовки) определяет ориентацию активных систем скольжения и обеспечивает формирование двухкомпонентной текстуры сдвига $\{1-21\}\{111\}$ и $\{110\}\{001\}$, при которой направления отклонены от оси прутка на угол равный 20° .

3. Формирование УМЗ-структуры в биоинертном сплаве Ti-39Nb-7Zr обеспечивает активный остеointеграционный процесс новообразования костной ткани на поверхности имплантата с отношением содержания Ca/P = 2,7 при величине этого параметра в трабекулярной кости 2,9...3, благодаря повышению активной площади контакта с костью, способствующих адгезии и регенерации клеток.

Теоретическая значимость

1. Показана возможность прогнозирования однородности структуры в заготовках из сплава системы Ti-Nb-Zr, получаемых РК и РКУП, методом конечно-элементного моделирования.
2. Показана возможность выявления диапазона температур старения псевдо-β-титанового сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой, на основе совокупного анализа результатов изменения модуля упругости, температуропроводности, удельной теплоемкости, температурного коэффициента линейного расширения от температуры нагрева до 700° С, полученных экспериментальными измерениями.
3. Получены новые знания о влиянии измельчения структуры титановых сплавов системы Ti-Nb-Zr на остеointеграцию костной ткани. Показано, что на всей поверхности имплантата соотношение остеотропных элементов Ca/P не превышало 2,7, что характеризует большую зрелость новообразованной кости. В компактной пластине трабекулярной кости кролика во всех зонах исследования (проксимальной, средней и дистальной части) соотношение Ca/P было приближено к 3.

Практическая значимость

Методические основы получения прутковых заготовок сплава с УМЗ структурой методом РК были практически использованы для изготовления медицинских имплантатов ортопедического назначения на ООО «Предприятие «Сенсор» и прошли успешное апробирование при доклинических испытаниях на кроликах породы «шиншилла» в НМИЦ ТО имени академика Г. А. Илизарова, что подтверждено актом использования.

Методология и методы диссертационного исследования.

Методологической основой исследования формирования УМЗ-структуры в титановых сплавах ИПД послужили работы ведущих российских и зарубежных учёных Сегала В.М., Валиева Р.З., Добаткина С.В., Шаркеева Ю.П., Найденкина Е.В., Рааб Г.И., Жеребцова С.В., Шереметьева В.А., Карелина Р.Д., Попова А.А., F.M. Santos, Li Z., Edalati, K., Saeed Bagherzadeh, Percy W. Bridgman и др. Для достижения поставленной цели в диссертационной работе были использованы современные методы исследований и расчета: конечно-элементное моделирование, оптическая, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, метод дифракции обратно рассеянных электронов, рентгеноструктурный фазовый анализ, микродюрометрия, испытание на растяжение, анализ температурного коэффициента линейного расширения, динамический механический анализ, дифференциальный термический анализ.

Положения, выносимые на защиту

1. Формирование УМЗ структуры в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr может быть достигнуто методом ротационнойковки при температуре предварительного нагрева заготовки из горячекатанных прутков до температуры 450° С после 12-ти цикловковки с достижением истинной степени деформации не менее 1,12 и величиной параметра однородности $\Delta\epsilon/\epsilon_{cp} = 0,2$.
2. Формирование УМЗ структуры в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr может быть достигнуто методом РКУП при температуре предварительного нагрева заготовки из горячекатанного прутка в оболочке из чистого железа до температуры 400° С после 4-х циклов прессования с достижением истинной степени деформации не менее 3,2 и величиной параметра однородности $\Delta\epsilon/\epsilon_{cp} = 1,8$.
3. Выявлена целесообразность внедрения технологии ротационнойковки при производстве медицинских имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой с механическими свойствами, аналогичными свойствам сплава Ti-6Al-4V Eli, но отличающегося отсутствием токсичных легирующих элементов и модулем упругости, в 1,5 раза меньше.

Степень достоверности результатов.

В работе применены аттестованные приборы и оборудование, такие как ThermoScientific Scios 2 LoVac (США) для растровой электронной микроскопии (РЭМ), Jeol JEM200C (Япония) для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с приставкой Oxford Instrument Symmetry для ориентационной микроскопии (EBSD), Bruker D8 Advance (США) для рентгеноструктурного фазового анализа (РСФА), Instron 3382 (США) для измерения механических свойств, CSM ConScan (США) для измерения микротвердости, NETZSCH DMA 242 C (Германия), Linseis L78VD1600C (Германия), Netzsch STA 449 C Jupiter (Германия) для измерения тепло-физических характеристик. Исследование количественного определения содержания Са и Р методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (РЭМ, Zeiss EVO MA18, Германия). Гистологические гистотопографические срезы готовили при помощи санного микротомы «Reichard» (Германия). Исследование влияния параметров точения для изготовления имплантатов проводилось на токарном обрабатывающем центре OKUMA GENOS L300-M (Япония). В качестве режущей части инструмента использовалась сменная многогранная пластина CNMG 120408-VP2 (Корея). А также сертифицированное программное обеспечение Ansys Mechanical 2024 R2 (США) для конечно-элементного моделирования исследуемых процессов. Достоверность численных исследований обеспечивалась также проведением верификации исследованием на сеточную сходимость и валидации по результатам экспериментальных исследований.

Все экспериментальные данные подвергались статистической обработке и сопоставлению с литературными источниками, что обеспечивает их надежность и воспроизводимость.

Апробация результатов работы.

Основные материалы работы доложены на международных и всероссийских научно-технических конференциях: XX Международная научно-техническая уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых,

Екатеринбург-2021; XIV Международная конференция «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций»-2022, Екатеринбург; Современные тенденции развития функциональных материалов, Сочи-2022; VI Ежегодная международная конференция "Системная инженерия", Екатеринбург-2022; XXII Международная научно-техническая уральская школа-семинар металлослов – молодых ученых, Екатеринбург-2023; Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении – ИТММ-2024, Пермь; XXIII международная конференция «Уральская школа-семинар металлослов - молодых ученых», Екатеринбург-2025.

В рамках работы в соавторстве опубликовано 10 научных работ, включая 2 статьи, индексируемых в базах цитирования Scopus, 2 публикации в изданиях, индексируемых РИНЦ и рекомендованных ВАК РФ, 6 публикаций в прочих научных изданиях. Работы выполнены в рамках научных проектов: 1) «Разработка новых биосовместимых УМЗ материалов, цифровых способов конструирования и технологий производства имплантатов с нанесением антибактериальных покрытий для персонализированной медицины» при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Программы развития Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина в соответствии с программой стратегического академического лидерства "Приоритет-2030" 2) Молодежной лаборатории модификации поверхностей материалов ФГАОУ ВО «Уральский Федеральный Университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» в рамках соглашения с Министерством науки и высшего образования № 075-03-2024-009/4 от 11.04.2024 (номер темы FEUZ-2024-0020).

Личный вклад. Представленные в диссертации результаты получены автором самостоятельно или совместно с соавторами опубликованных работ. Автор принимал непосредственное участие в проведении экспериментов, расчетов, а также анализе полученных результатов и формулировке выводов. Обсуждение и анализ полученных результатов проводилась совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

ГЛАВА 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Требования к свойствам биоинертных титановых сплавов медицинского применения

История применения биоматериалов уходит корнями в глубокую древность, претерпевая существенную трансформацию на протяжении веков. Фундаментальное определение, остающееся актуальным по сей день, было сформулировано Вильямсом в 1987 году: биоматериал представляет собой неживой компонент медицинского изделия, предназначенный для взаимодействия с биологическими системами [11]. Характерной особенностью всех биоматериалов является их непосредственный контакт с живыми тканями организма.

Важно подчеркнуть, что префикс "био" в контексте биоматериалов отражает их биосовместимость, а не биологическую или биомедицинскую природу, как это часто ошибочно интерпретируется [12]. Современные области применения биоматериалов охватывают широкий спектр направлений: от ортопедических и стоматологических решений до систем доставки лекарственных препаратов, реконструктивной хирургии кожи и кардиологических устройств. Систематизация биоматериалов осуществляется по четырем основным категориям: металлические сплавы, полимерные материалы, керамические соединения и органические компоненты [13].

Металлические биоматериалы занимают особое место в имплантологии, особенно в ортопедической практике. Их доминирующее положение обусловлено исключительными механическими характеристиками — прочностью и ударной вязкостью, которые являются критически важными параметрами безопасности при нагрузках. Именно поэтому такие материалы как нержавеющая сталь, сплавы системы Co-Cr, коммерчески чистый титан и его сплавы получили широкое распространение благодаря своим превосходным эксплуатационным свойствам [14].

Однако металлические имплантаты имеют свои ограничения: потенциальная токсичность, возможность возникновения побочных эффектов и склонность к коррозионному износу в процессе использования.

Современная классификация металлических биоматериалов включает пять ключевых групп:

- нержавеющие стали;
- кобальтовые сплавы системы Co-Cr;
- титановые сплавы;
- материалы с эффектом памяти формы (например, нитинол);
- биоразлагаемые сплавы на основе магния, цинка и железа [15].

Наибольшее распространение в ортопедической практике получили первые три группы материалов. Имплантаты с эффектом памяти формы и биоразлагаемые варианты появились относительно недавно. Отдельного внимания заслуживают инновационные разработки на основе циркония, цинка, тантала и ниобия, находящие свое применение в современной биомедицине [15].

Первоочередным требованием является биосовместимость – фундаментальная характеристика, определяющая способность материала выполнять целевое назначение при взаимодействии с биологическими системами с адекватной реакцией организма [15, 16]. Под адекватным ответом подразумевается комплекс условий: отсутствие нарушений коагуляционных процессов, предотвращение микробного загрязнения и обеспечение нормального течения регенерации без осложнений. Материал не должен выделять токсические компоненты, способные спровоцировать цитотоксические эффекты, онкогенные трансформации или мутагенные процессы на клеточном и генетическом уровне, а также вызывать аллергические реакции.

На основе анализа научных исследований [17-19] металлы по уровню биосовместимости классифицируются на три категории:

1. Небиосовместимые элементы (Ni, Co, V, Pb, W, Pd, Pt, Os и др.) – потенциально опасные для медицинского применения из-за выраженных негативных эффектов

2. Условно совместимые (Fe, Si, Ag, Al, Zn, Mo, Cr, Ir и др.) – демонстрирующие безопасность при строго контролируемых концентрациях

3. Биосовместимые материалы (Ti, Nb, Ta, Zr, Sn, Au, Ru, условно Re и Hf) – характеризующиеся полной биоинертностью независимо от концентрации

Важно отметить, что любой имплантируемый материал вызывает определенную биологическую реакцию. Наиболее интенсивный ответ наблюдается на границе "ткань-имплантат", поскольку данная зона характеризуется повышенной реакционной способностью по сравнению с основным массивом материала. Поверхностный слой представляет собой двумерную структуру с не полностью насыщенными химическими связями, что обуславливает более высокую энергию поверхностных атомов по сравнению с объемными.

Особое значение приобретает механическая совместимость имплантационного материала с костной тканью – один из ключевых параметров успешной имплантации. Для адекватной замены костной структуры материал должен соответствовать её прочностным и жесткостным характеристикам. Основными контролируемыми параметрами являются: модуль упругости, предел прочности, предел текучести при растяжении и ударная вязкость. Сравнительные данные по этим характеристикам для различных металлических биоматериалов представлены в таблице 1.1.

Существенным ограничением традиционных материалов (нержавеющая сталь, кобальтовые сплавы, технически чистый титан и титановые ($\alpha+\beta$)-сплавы) является существенное превышение их модуля упругости (более 100 ГПа) по сравнению с аналогичным показателем для костной ткани (10-30 ГПа). Данное несоответствие может стать причиной неравномерного распределения нагрузки: при восприятии большей части механического напряжения самим имплантатом, окружающая костная ткань оказывается недостаточно нагруженной, что

провоцирует развитие атрофических процессов, особенно в области имплантации. Это явление, известное как "эффект экранирования напряжения", подчеркивает необходимость разработки материалов с модулем упругости, максимально приближенным к кортикальной кости [19].

Теоретически подходящими кандидатами могли бы стать нитинол и магниевые сплавы, обладающие более сопоставимым с костью модулем упругости. Однако практическое применение этих материалов ограничено: высокая токсичность никеля в составе нитинола и недостаточные прочностные характеристики магниевых сплавов препятствуют их длительному использованию в качестве имплантатов.

Таблица 1.1 Значения модуля упругости, предела прочности/текучести при растяжении и трещиностойкости биосовместимых сплавов [17-19]

Материал	Модуль упругости, ГПа	Предел прочности (предел текучести), МПа	Трещиностойкость, МПа√m
Сплавы системы Co-Cr	240	900-2400 (600-1220)	~100
Нержавеющая сталь 316L	200	860-1530 (690-1200)	~100
Сплавы Ti	105-205	240-930 (170-860)	~80
Сплавы Mg	40-45	180-280 (125-246)	15-40
Нитинол TiNi	30-80	900-1355 (200-700)	30-60
Кортикальная кость	10-30	110-130 (104-121)	2-12

Критически важным параметром является коррозионная устойчивость имплантационных материалов, поскольку человеческий организм представляет собой сложную электрохимическую систему, характеризующуюся агрессивной средой для металлических конструкций. Недостаточная стойкость к коррозии провоцирует миграцию несовместимых металлических ионов из матрицы материала, что может спровоцировать аллергические реакции и токсические эффекты. Деградация материала под воздействием коррозии не только снижает прочностные характеристики имплантата, но и оказывает пагубное влияние на прилегающие ткани и органы [20].

Триботехнические характеристики играют определяющую роль в долговечности ортопедических имплантатов. Независимо от используемого материала, процессы износа неизбежны при эксплуатации. Высокая интенсивность износа или значительный коэффициент трения в суставных системах приводят к деструкции рабочей поверхности и образованию абразивных частиц, что существенно ослабляет конструкцию имплантата и может спровоцировать негативные биологические реакции [21]. Стойкость к износу является ключевым фактором, определяющим продолжительность функционирования имплантата.

Остеоинтеграционная способность – фундаментальное требование к ортопедическим имплантатам, представляющая собой процесс формирования новой костной ткани и её последующего срастания с поверхностью имплантируемого материала. Нарушение этого механизма чревато образованием фиброзной прослойки вокруг имплантата, что приводит к его расшатыванию. Для успешной интеграции с костной тканью необходимо учитывать комплекс характеристик поверхности: химический состав, микротопографию и шероховатость [22].

Анализ требований показывает преимущественную пригодность титановых сплавов по сравнению с нержавеющей сталью и кобальтовыми сплавами (рисунок 1.1 а). В современной ортопедической практике доминируют ($\alpha+\beta$)-титановые сплавы, такие как Ti-6Al-4V и Ti-6Al-4V ELI (с сверхнизким содержанием примесей), Ti-6Al-7Nb и другие, демонстрирующие превосходную биосовместимость, коррозионную стойкость и относительно низкий модуль упругости среди металлических биоматериалов. Тем не менее, их модуль упругости (~100–110 ГПа) всё ещё значительно превышает аналогичный показатель костной ткани, а использование токсичных легирующих элементов (алюминий, ванадий) остаётся проблематичным [23-24].

Перспективной альтернативой становятся титановые сплавы на основе β -твердого раствора, легированные биосовместимыми элементами (Nb, Ta, Zr, Sn и др.). Эти материалы характеризуются более благоприятным модулем

упругости, приближающимся к параметрам костной ткани (рис. 1.1). При оптимальном выборе режимов термической и термомеханической обработки, прочностные характеристики данного класса сплавов достигают или превышают показатели $(\alpha+\beta)$ -титановых сплавов.

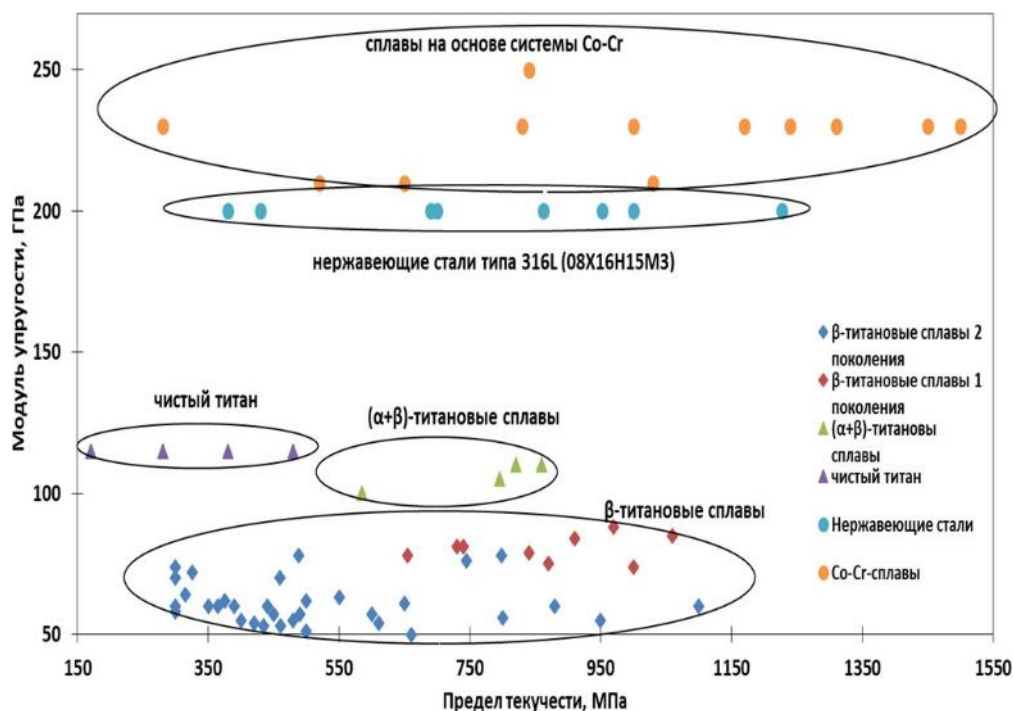


Рисунок 1.1 – Сравнение металлических биоматериалов по различным характеристикам (по данным работ [10])

Исходя из выше сказанного, можно сделать вывод об актуальности поиска рациональных методов ТМО для обеспечения оптимального уровня упруго-прочностных свойств биосовместимых β -титановых сплавов.

1.2 Методы получения УМЗ-структуры в титановых сплавах методами ИПД

Высокий уровень прочностных характеристик в титановых сплавах достигается, в том числе, за счёт формирования ультрамелкозернистой структуры, которая позволяет обеспечить уникальное сочетание прочности и пластичности. Для получения подобной структуры в объёмных заготовках наибольшую эффективность продемонстрировали методы интенсивной пластической деформации, включая равноканальное угловое прессование, многократную осадку, гидростатическую экструзию и ротационную ковку. Эти методы обеспечивают значительное измельчение исходной крупнозернистой

или ламельной структуры, ускоряют протекание процессов динамической рекристаллизации и приводят к формированию стабильной субмикро- и нанокристаллической структуры.

В последние два десятилетия формирование УМЗ-структуры стало ключевым направлением в материаловедении титана и его сплавов, что подтверждается широким кругом исследований. Так, в работах С. В. Жеребцова и соавторов [25–27] систематически исследованы закономерности эволюции структуры и механических свойств титановых сплавов при интенсивной деформации. Автор показал, что использование немонотонных режимов деформации позволяет существенно ускорить процессы глобуляризации и обеспечить формирование однородной УМЗ-структуры в промышленных полуфабрикатах из сплавов на основе титана. Кроме того, в его работах была продемонстрирована тесная взаимосвязь между структурными превращениями, фазовым состоянием и комплексом механических свойств, что стало основой для разработки новых технологических подходов к упрочнению биоинертных и биосовместимых титановых сплавов.

Однако, для успешного применения этих методов, необходимо учитывать ряд требований, таких как формирование большеугловых границ зерен, однородность структуры по всему объему образца и отсутствие микро и макроповреждений. Традиционные методы обработки металлов давлением, такие как прокатка, протяжка или экструзия, не позволяют выполнить эти требования. Поэтому для создания ультрамелкозернистых объемных материалов, необходимо использовать специальные механические схемы деформирования, которые обеспечивают большие пластические деформации материалов, а также определять оптимальные режимы обработки материалов. В настоящее время активно развиваются методы получения ультрамелкозернистых материалов, включая различные варианты равноканального углового прессования [28, 29].

Достижению больших степеней деформации без разрушения образца способствуют следующие условия:

- неизменность начального и конечного поперечного сечения образца;
- приближение деформации к простому сдвигу;
- знакопеременность деформации;
- высокие давления.

Существует две группы методов интенсивной пластической деформации для достижения диспергированной структуры в объемных образцах. Первая группа включает мультиосевую деформацию, знакопеременный изгиб и аккумуляруемую прокатку соединением. Эти схемы не позволяют приложить большие гидростатические давления и используются в условиях теплой деформации для получения ультрамелкозернистой структуры ($0,1 < D < 1$ мкм). Вторая группа методов, использующих высокие гидростатические давления, включает кручение под высоким гидростатическим давлением, винтовую экструзию и равноканальное угловое прессование. Реализация этих схем обеспечивает формирование ультрамелкозернистой структуры с размерами зерен с размерами зерен ($D < 0,1$ мкм).

Применение методов мультиосевой деформации. Метод, который использует повторяющиеся процессы свободнойковки с изменением направления деформирующего усилия, известен как мультиосевая деформация или многократная всесторонняя ковка (МВК) (рисунок 1.2). Обработка материалов начинается при высоких температурах, которые постепенно снижаются при последующих процессах (в диапазоне от 0,3 до 0,6 Тпл), что позволяет получить ультрамелкозернистую структуру. Метод многократной всестороннейковки является эффективным способом получения материалов с высокой дисперсностью частиц второй фазы и размером структурных составляющих от 0,3 мкм [30-33]. Основным механизмом трансформации структурных составляющих является динамическая рекристаллизация. При этом температура имеет важное значение, так как она влияет на механизм формирования ультрамелкозернистой структуры. При низких температурах происходит интенсивная пластическая деформация, а при более высоких –

изотермическая ковка с формированием границ зерен при рекристаллизационных процессах [34-40].

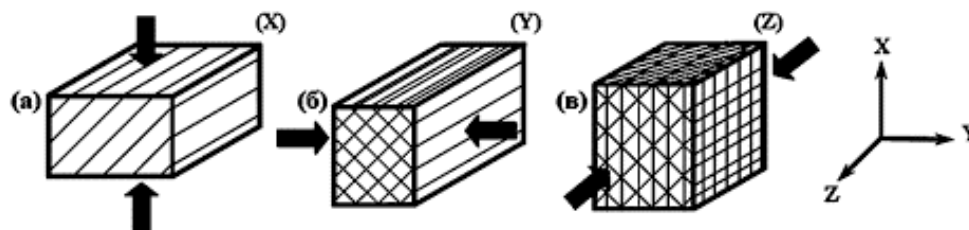


Рисунок 1.2 – Схема ИПД всесторонней ковки

Однако, чтобы обеспечить однородность структурных составляющих по всему сечению образца, требуется многократная обработка [41]. Это связано с тем, что при однократной ковке возможно получение неоднородной структуры с различными размерами зерен в различных областях материала. Метод многократной всесторонней ковки является эффективным способом получения однородной структуры по всему объему материала с высокой дисперсностью частиц второй фазы и размером структурных составляющих от 0,3 мкм.

Ротационная ковка – процесс изготовления металлических изделий путем вращения заготовки вокруг своей оси и ее последующего обработки на станке с помощью инструмента. Этот метод ковки широко используется в производстве различных изделий, включая детали для машин и оборудования, запчасти, инструменты и т.д. Процесс ротационной ковки начинается с заготовки, которая помещается на специальный станок. Затем заготовка начинает вращаться вокруг своей оси, при этом ее форма постепенно меняется под действием инструмента. Инструмент может быть различным – от молотков и наковален до специальных прессов и гидравлических пресс-форм. Ротационная ковка позволяет получать изделия с высокой точностью и качеством поверхности. Этот метод также позволяет производить изделия различных форм и размеров – от мелких деталей до крупных элементов конструкций. Одним из преимуществ ротационной ковки является возможность использования широкого спектра материалов от стали и алюминия до титана и меди. Это позволяет производить изделия с различными свойствами, такими как прочность, устойчивость к коррозии и т.д. Таким

образом, ротационная ковка – это эффективный метод производства металлических изделий, который позволяет получать высококачественные и точные детали различных форм и размеров. Этот метод широко используется в различных отраслях промышленности и является незаменимым инструментом для производства высокоточных изделий [42].

В целом, равноканальное угловое прессование является важным методом производства различных материалов и изделий. Он позволяет получать продукцию с высокой точностью размеров и формы, что обеспечивает ее качество и надежность. Способ был впервые предложен профессором В.М. Сегалом для упрочнения заготовок. Принцип метода заключается в продавливании заготовки пуансоном через два канала, пересекающиеся под определенным углом. Угол стыка каналов инструмента варьируется от 90° до 120° . Входной и выходной каналы инструмента имеют равное поперечное сечение, что позволяет многократно повторять процесс прессования для достижения требуемого уровня накопленной деформации (рисунок 1.3).

К основным параметрам РКУП относят:

- температуру заготовки при прессовании;
- степень накопленной деформации;
- угол стыка каналов инструмента;
- маршрут прессования.

Температура деформации должна обеспечивать формирование мелкого зерна при деформировании. Степень деформации подбирается в зависимости от требуемого уровня механических характеристик и параметров структуры образца. Показано, что для формирования новой зеренной структуры с большеугловыми границами зерен обычно требуется от 4 до 8 проходов при угле пересечения каналов 90° в зависимости от температуры и материала [43-45].

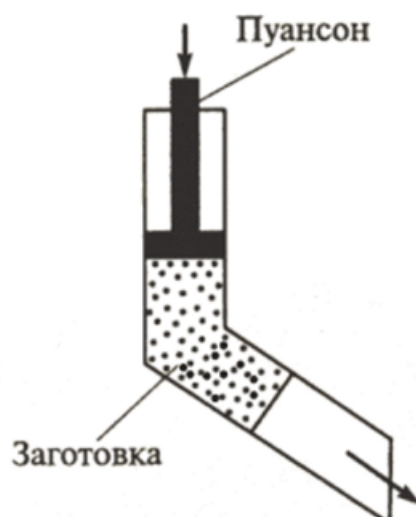


Рисунок 1.3 – Схема равноканального углового прессования [46]

Для снижения концентрации напряжений при реализации РКУП применяют скругление стыка каналов инструмента (рисунок 1.4.).

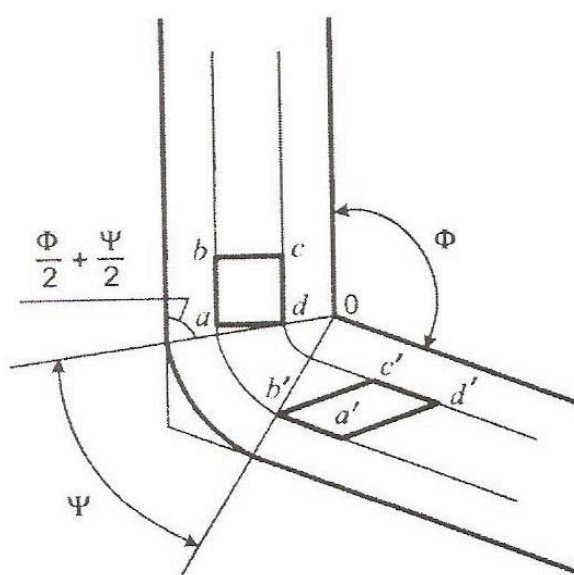
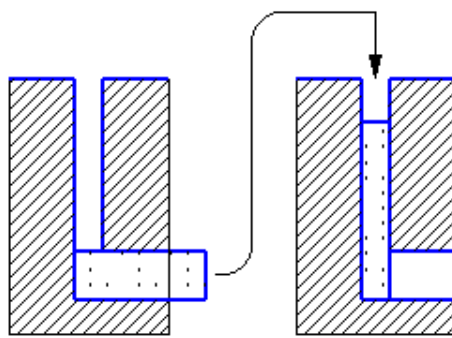


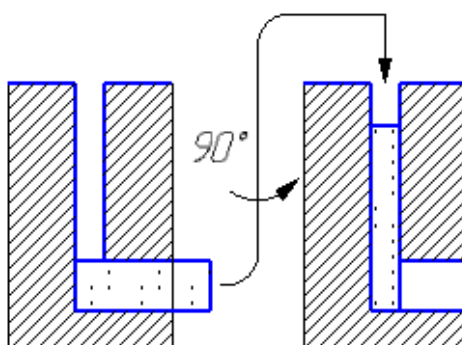
Рисунок 1.4 – Принципиальная схема РКУП: a-b-c-d, a'-b'-c'-d' – элементы объема материала соответственно до и после РКУП; Φ и Ψ – соответственно внутренний и внешний углы [46]

Маршрут деформирования (рисунок 1.5) оказывает значительное влияние на характер структурообразования при проведении РКУП. Наиболее распространенными являются: маршрут А, где ориентация заготовки не меняется; маршрут ВА, где заготовка кантуется после каждого прохода на 90°

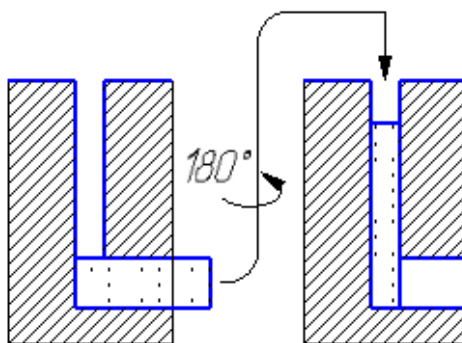
вокруг продольной оси поочередно по часовой стрелке и против; маршрут ВС, где заготовка кантуется после каждого прохода на 90° вокруг продольной оси в одну сторону, и маршрут С, где заготовка кантуется после каждого прохода на 180° вокруг продольной оси. Выбор маршрута определяет направление сдвига при РКУП и может создавать ламинарную или равноосную структуру. Процесс РКУП является сложным многофакторным экспериментом, успешная его реализация зависит от геометрии оснастки, параметров РКУП и природы деформируемого материала [46].



а



б



в

Рисунок 1.5 – Варианты РКУП: а – маршрут А; б – маршрут В; в – маршрут С [46]

В работах [47-51] рассматриваются различные методы проведения РКУП для получения ультрамелкозернистых структур. В работе [47] исследовано влияние ИПД, сварки контактным трением и горячей обработки на микроструктуру и механические свойства сварного шва и листов. Работа [48] показала, что при РКУП наблюдаются два отдельных процесса, а измельчение зерен усиливается с увеличением деформации РКУП, но наиболее интенсивно это происходит в первых четыре цикла. В работе [49] было обнаружено формирование текстуры уже после первого цикла РКУП, а в работе [50] было показано почти вдвое увеличение сопротивления износу при использовании квазикристаллических AlCuFe частиц. В работе [51] использовалось противодавление для деформирования магниевых сплавов (рисунок 1.6) и выполнение четырех циклов РКУП без разрушения образцов.

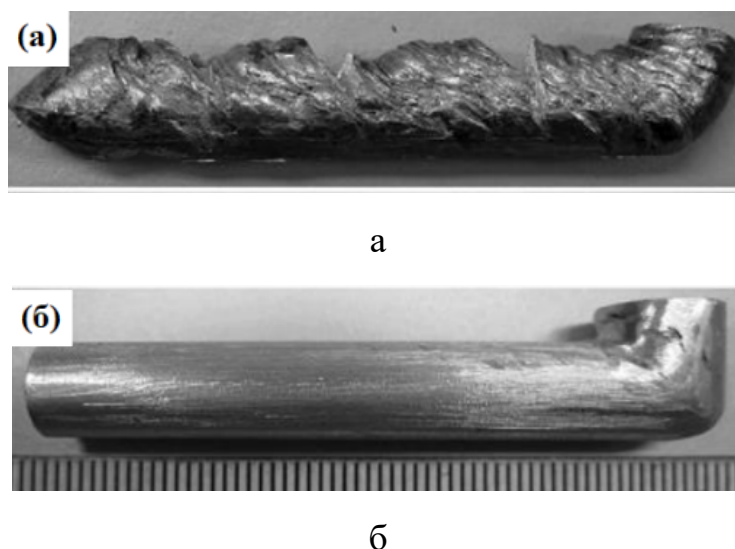


Рисунок 1.6 – Вид образцов после 1 цикла РКУП: а – при 250°С маршрут С без противодавления (большое количество трещин); б – при комнатной температуре с применением противодавления 100 МПа (отсутствие трещин)

Одним из наиболее показательных примеров влияния деформации на свойства титановых сплавов служат исследования Жеребцова С.В. и соавторов

[52], посвящённые сплаву Ti–6Al–4V с различными структурными состояниями. В работе рассматривались четыре варианта микроструктуры: субмикрокристаллическая ($\approx 0,4$ мкм), сформированная многоосевой ковкой при понижении температуры от 700 до 550 °С; холоднодеформированная субмикрокристаллическая структура, полученная прокаткой после многоосевойковки; смешанная глобулярно-ламеллярная структура после гидростатическойэкструзии при 600 °С; а также микрокристаллическая структура, сформированная традиционной термообработкой послековки при 930 °С. Установлено, что наивысшие прочностные характеристики демонстрируют холоднодеформированная субмикрокристаллическая структура и материал после гидростатическойэкструзии, при этом последний обладает более высокой пластичностью (как по величине общего удлинения, так и по удлинению до образования шейки).

Таким образом, исходя из анализа литературных источников можно сделать вывод, что ИПД материала является одним из наиболее практичных методов с целью измельчения структуры для улучшения механических свойств.

1.3 Обзор исследований формирования микроструктуры и свойств в титановых сплавах равноканальным угловым прессованием и ротационной ковкой

Интенсивная пластическая деформация методами равноканального углового прессования является одним из наиболее эффективных способов получения ультрамелкозернистой структуры в титановых сплавах, что приводит к существенному повышению их прочностных характеристик. При этом закономерности формирования УМЗ структуры зависят как от числа проходов РКУП, так и от марки сплава и выбранных режимов обработки.

Для технически чистого титана Grade 2 характерна достаточно предсказуемая и последовательная эволюция структуры при увеличении числа проходов. Уже после 4–х проходов (рисунок 1.7) достигается стабилизация сопротивления деформации, при этом формируется равномерная УМЗ структура со средним размером зерен около 500–700 нм. Применение деформационно-

термической обработки с дополнительной деформацией способствует дальнейшему измельчению зерен до ~ 150 нм и повышению плотности дислокаций, что обеспечивает дополнительное упрочнение.

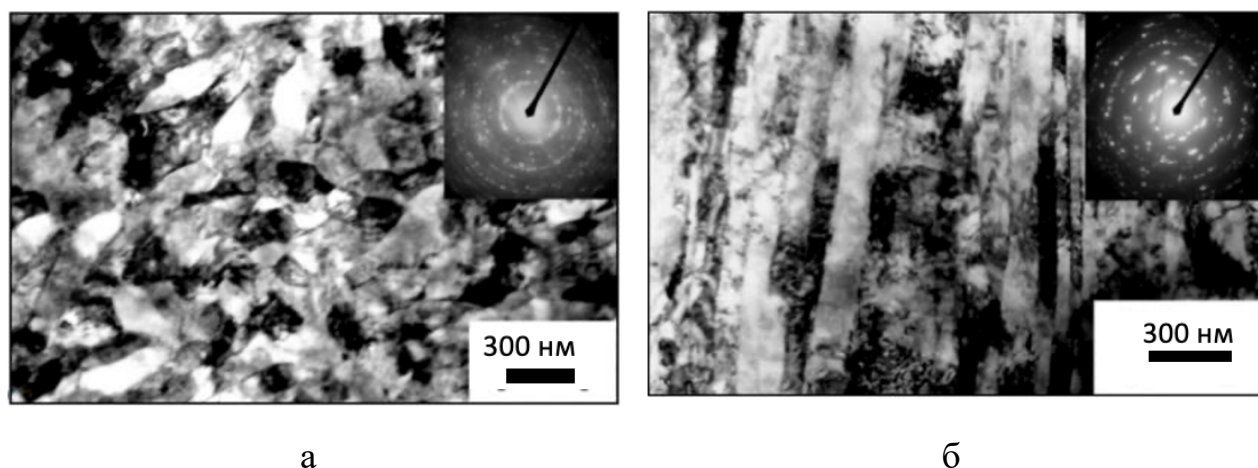


Рисунок 1. 7 – Микроструктура (ПЭМ) титана Grade 2 после РКУП + ТМО 80%, (а) поперечное сечение; (б) продольное сечение [53]

Характерным является формирование равноосной структуры в поперечном сечении, однако в продольном сечении сохраняется текстурированность в направлении деформации, что указывает на анизотропию полученной структуры. Оптимальная температура обработки находится в диапазоне 350–450 °С: например, при 400 °С активируется механизм двойникования, который способствует эффективной фрагментации и образованию субзерен размером ~ 600 нм после 4 проходов.

В случае титана Grade 4 также наблюдается выраженное измельчение микроструктуры с увеличением числа проходов РКУП, однако развитие структуры идёт несколько иначе. После 4 проходов (рисунок 1.8) формируется более неоднородная структура с размером зерен от 300 нм до нескольких микрометров, в которой преобладают малоугловые границы, что свидетельствует о незавершённости процессов рекристаллизации.

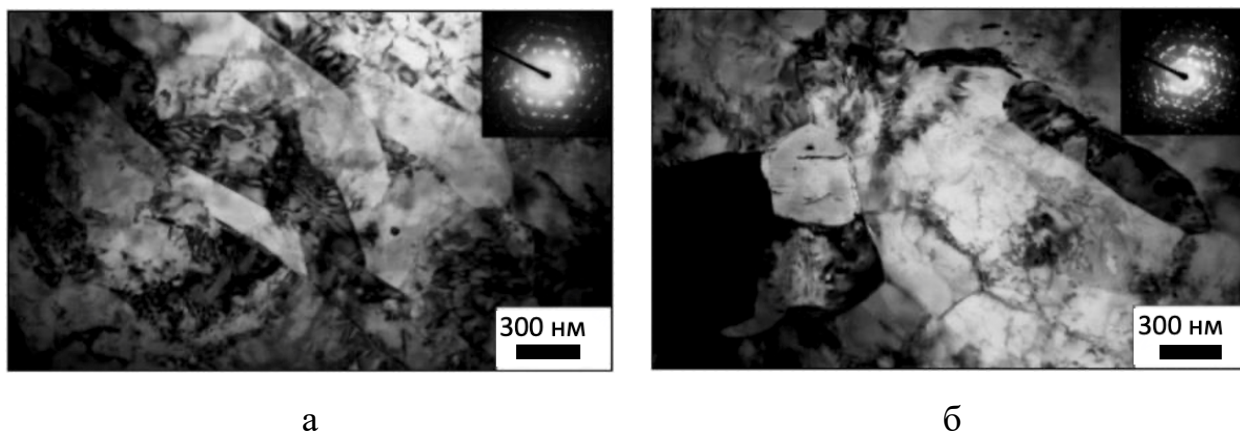


Рисунок 1.8 – Микроструктура УМЗ заготовок из титана Grade 4 в продольном сечении (а) после 4 и (б) после 8 проходов РКУП [54]

После 8 проходов структура становится чуть более однородной, с преобладанием большеугловых границ и средним размером зерен около 400 нм. Это отражается и на механических свойствах: с ростом числа проходов повышается не только прочность, но и пластичность, что объясняется увеличением доли большеугловых границ, способных к зернограничному скольжению. Таким образом, выбор оптимального числа проходов позволяет достичь сбалансированного сочетания прочности и пластичности.

Для сплава Ti-35Nb-3Zr-2Ta , относящегося к β -титановым сплавам, характерна особая микроструктурная эволюция за счёт специфики фазового состава и деформационно-индуцированных превращений. Первоначально сплав содержит только β -фазу, однако уже после второго прохода РКУП начинает формироваться α'' -мартенситная фаза (рисунок 1.9), возникающая под действием высоких внутренних напряжений и скоплений дислокаций [55].

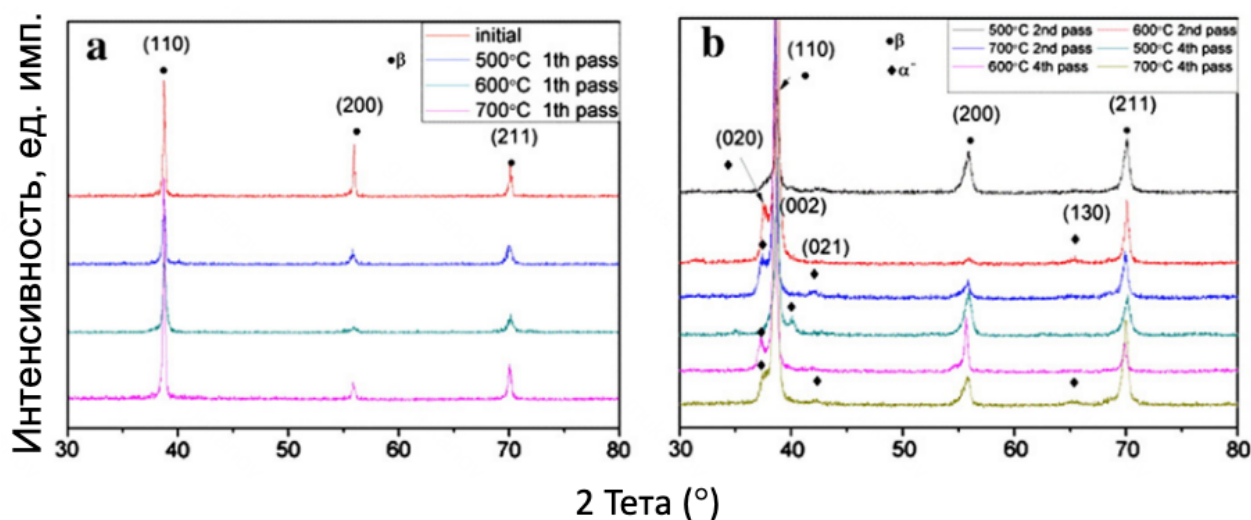


Рисунок 1.9 – Профили XRD сплава Ti-Nb-Zr-Ta: исходный и прессованный за 1 проход и прессованный за 2 и 4 проходы [55]

Применение маршрута Вс с поворотом образца на 90° после каждого прохода позволяет достичь более равномерного распределения деформации и, как следствие, более однородной УМЗ структуры. После четырёх проходов РКУП формируется плотная сеть полос сдвига, которая способствует измельчению β -зёрен до ~ 600 нм и появлению пластинчатых включений мартенсита α'' шириной около 250 нм.

ПЭМ и рентгеновские исследования подтверждают наличие высокой плотности дислокаций и совместное существование β - и α'' -фаз, что обеспечивает сочетание высокой прочности и достаточной пластичности, важное для биомедицинских применений.

В целом, анализ литературных данных показывает, что ключевыми факторами успешного формирования УМЗ структуры в титановых сплавах методом РКУП являются:

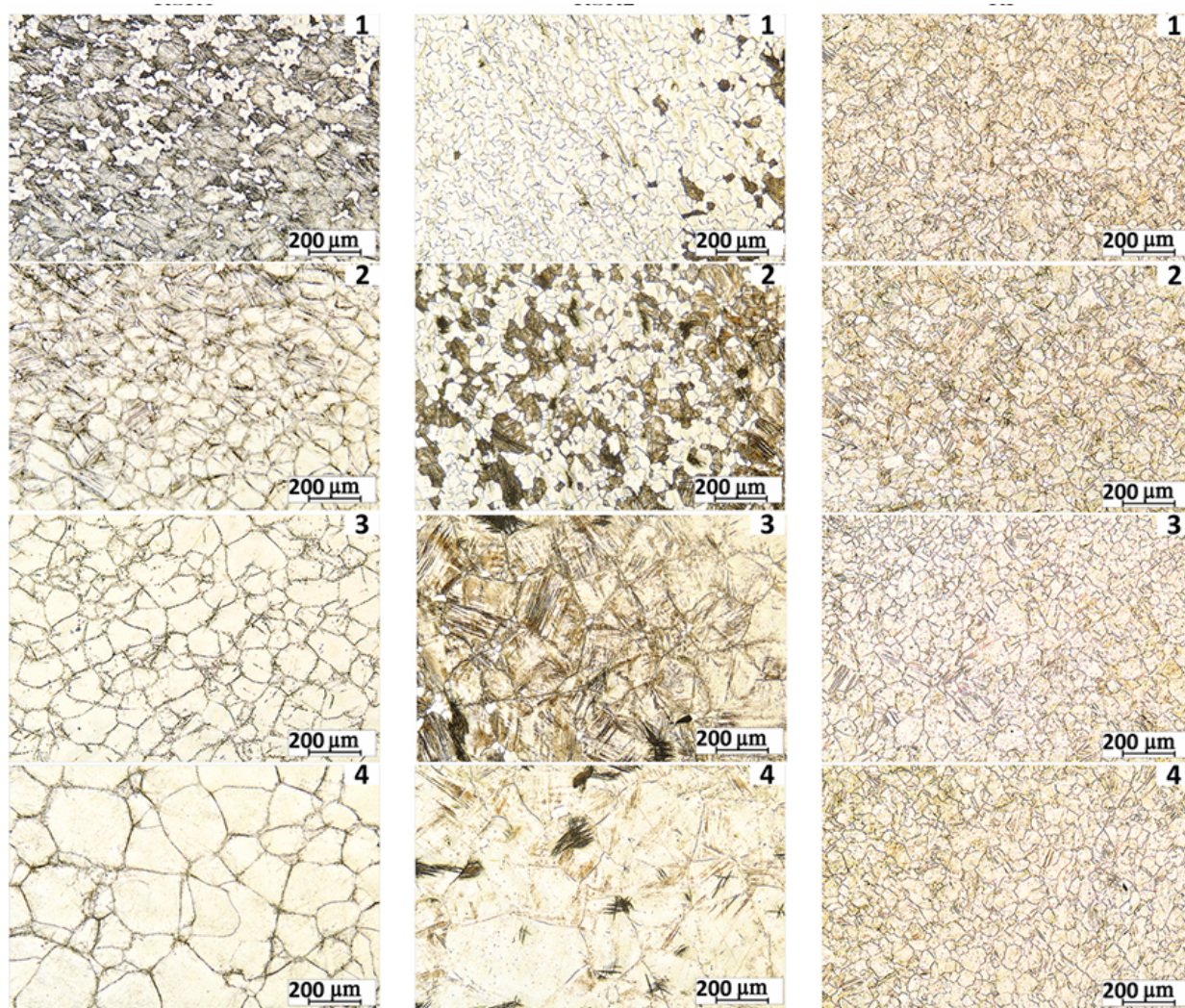
- оптимальный выбор температуры деформации (обеспечивающий активацию двойникования или других механизмов);
- достаточное число проходов (часто не менее 6–8) для стабилизации структуры и увеличения доли большеугловых границ;
- использование оптимального маршрута деформации для равномерного распределения накопленной деформации;

- сочетание РКУП с последующей термомеханической обработкой для дополнительного упрочнения за счёт увеличения плотности дефектов.

Эти подходы позволяют добиться формирования ультрамелкозернистой структуры с размером зерен от нескольких сотен до сотен нанометров, обеспечивая комплексное улучшение механических свойств сплавов различного класса: от технически чистого титана до специализированных β -титановых сплавов.

Формирование ультрамелкозернистой структуры при ротационной ковке в титановом сплаве системы Ti–Zr–Nb рассматривается в ряде работ.

В статье В. А. Шереметьева и соавторов [56] описана технология получения длинномерных прутков диаметром 3–8 мм и длиной более 2000 мм из медицинского сплава Ti-Zr-Nb с эффектом памяти формы за счет комбинирования радиально-сдвиговой прокатки и ротационнойковки. Авторы отмечают, что традиционные методы интенсивной пластической деформации, такие как равноканальное угловое прессование, винтовая экструзия, всесторонняя ковка и накопленная прокатка, не позволяют промышленно изготавливать длинномерные заготовки, необходимые, например, для транспедикулярных фиксационных систем. Предложенная технология РСП в мини-станах с последующей ротационной ковкой позволяет интенсифицировать проработку структуры и получать изделия нужной длины. Исследование микроструктуры (рисунок 1.10) заготовки на этапах обработки показывает постепенный переход от крупнозернистой литой структуры к более однородной после РК: исходная заготовка имела средний размер зерна около 42 мкм, после первого этапа РСП наблюдалась неоднородность (35–85 мкм), после второго этапа неоднородность усиливалась (25–125 мкм), а после ротационнойковки размер зерна выравнивался до ≈ 40 мкм.



а

б

в

Рисунок 1.10 – Микроструктура заготовки в исходном состоянии (а), после РСР1 (б), РСР2 (в) и РЧ (г) в направлении от периферии к центральной части поперечного сечения заготовки

Механические испытания подтвердили высокие прочностные свойства: предел прочности σ_a составил 618 МПа, модуль упругости 39 ГПа, близкий к модулю кортикальной кости, и относительное удлинение 10,6%. Циклические испытания выявили сохранение сверхэластичности: после пяти циклов деформации остаточная деформация практически отсутствовала.

В работах С.В. Жеребцова [25, 57] при ротационной ковке сплава ВТ6 в температурном интервале 650–500 °С уже после степени деформации $\epsilon \approx 2,6$ удавалось получить полностью глобулярную структуру со средним размером

зерна порядка 0,4 мкм (рисунок 1.11 а). Такая структура обеспечивала высокий уровень прочностных характеристик при отсутствии поверхностных дефектов, что подчёркивает перспективность ротационнойковки для получения высокопрочных и технологичных прутковых полуфабрикатов из титановых сплавов.

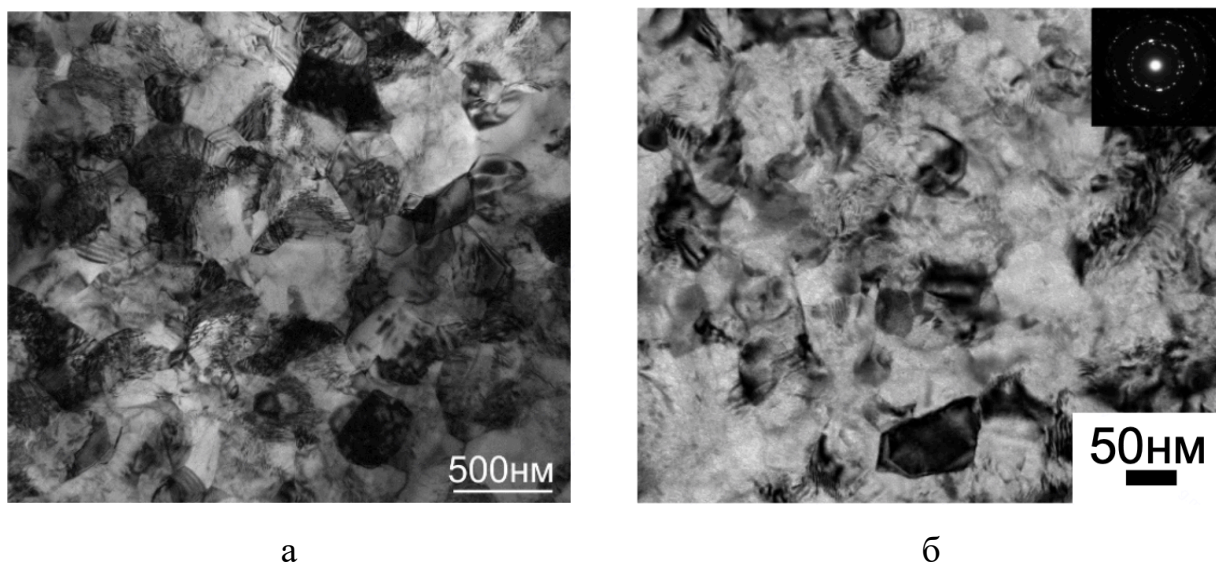


Рисунок 1.11 – Микроструктура продольного сечения прутка сплава ВТ6, полученного ротационной ковкой при 650-500°С ($\epsilon=2,6$) (а); микроструктура сплава ВТ1-0 с УМЗ структурой (б) [25]

Отдельное исследование, проведенное Р. Ф. М. дос Сантосом и соавторами [58], было посвящено сплаву Ti-40Nb-xZr. После горячей ротационнойковки с различной степенью деформации в структуре обнаружены наномасштабные выделения ω -фазы размером 5–10 нм, равномерно распределенные в β -матрице (рисунок 1.12).

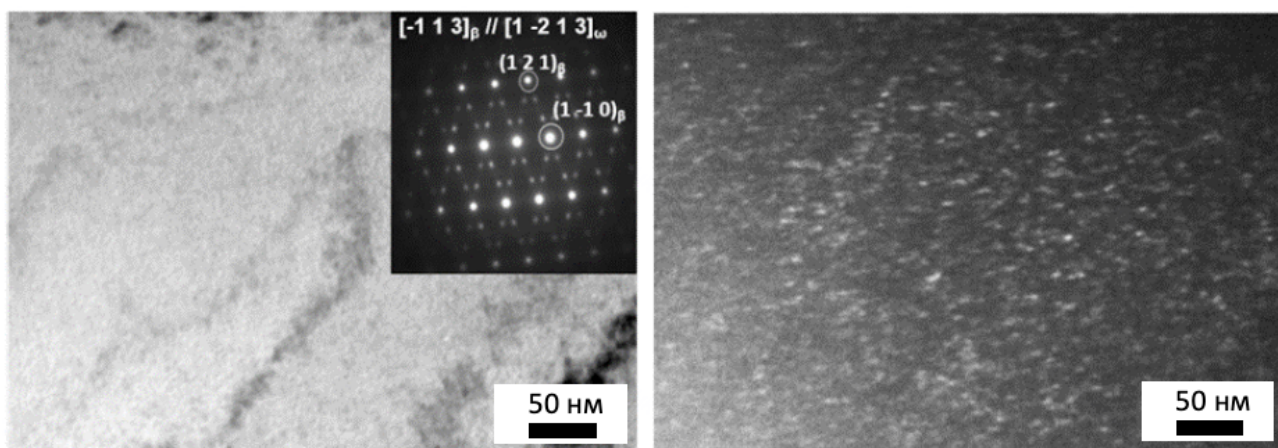


Рисунок 1.12 – Микрофотографии ПЭМ сплава Ti-40Nb состояния после РК

В литом состоянии сплав содержал исключительно β -фазу благодаря высокому содержанию β -стабилизаторов и низкой скорости охлаждения. После прокатки фиксировалось образование α'' -мартенсита (8–12%), связанного с деформационно-индуцированным превращением. При этом значения твердости оставались стабильными (280–320 HV) за счет взаимного влияния процессов упрочнения и разупрочнения.

Таким образом, результаты этих работ показывают, что применение ротационной ковки позволяет не только изготавливать длинномерные прутки из титановых сплавов, но и формировать более однородную микроструктуру, что положительно сказывается на комплексе механических и функциональных свойств изделий.

1.4 Конечно-элементное моделирование процессов ИПД

Важным направлением развития материаловедения является использование методов численного моделирования для анализа процессов формирования структуры, прогноза свойств титановых сплавов при различных видах обработки и большого спектра иных задач. Это особенно актуально при изучении деформационных режимов, связанных с интенсивной пластической деформацией, где экспериментальные исследования зачастую сопряжены с высокими затратами и ограниченными возможностями прямого наблюдения

микромеханизмов. Существует множество работ, направленных на изучение и применение методов моделирования физического поведения материалов. В частности, заметный вклад внесли И. Ю. Смолин и соавторы, изучающие поведение материала при моделировании как на макро- так и на микроуровнях.

Так, в работе [59] И. Ю. Смолин с соавторами использовали метод подвижных клеточных автоматов для моделирования механического поведения системы «покрытие–подложка», что позволило количественно описать влияние параметров TiN-покрытия на распределение напряжений и зарождение локальных повреждений. Хотя исследование касалось покрытий, предложенные методические решения оказались универсальными для анализа локальных напряженно-деформированных состояний в гетерогенных системах.

В более поздних работах [60-62] эти же авторы развили идеи стохастического моделирования поведения материалов с неоднородной структурой, что напрямую связано с задачами предсказания свойств титана, обладающего сложной субструктурой после ИПД. Такой подход позволяет учитывать вариации зеренной морфологии и дислокационных подструктур, возникающих при различных схемах нагружения, включая ротационную ковку и равноканальное угловое прессование.

Также в этом контексте заслуживает внимания работа И.Ю. Смолина, В.П. Кузнецова и др., посвящённая моделированию и экспериментальному исследованию процесса наноструктурирующего накатывания закалённой подшипниковой стали AISI 52100 с использованием плоского цилиндрического индентера [63]. Численное моделирование, выполненное в ABAQUS/Explicit с учётом термомеханической связи и поведения материала по модели Джонсона–Кука, позволило детально описать распределение напряжений, деформаций и температур в зоне контакта. Было показано, что при оптимальном угле наклона 2° и нагрузке 250 Н реализуются условия, соответствующие наноструктурированию: гидростатическое давление превышает 3,5 ГПа, накопленная пластическая деформация достигает $\varepsilon = 1,2$, а температура в зоне контакта возрастает до 405 °С.

Данный подход демонстрирует ключевую роль численных методов при выборе параметров обработки и подтверждает, что моделирование может не только объяснять наблюдаемые экспериментально эффекты, но и прогнозировать оптимальные режимы, обеспечивающие достижение наноструктурированного состояния. Для задач формирования ультрамелкозернистой структуры в титановых сплавах, исследуемых в рамках настоящей диссертации, подобные работы являются важным примером комплексного сочетания эксперимента и моделирования, позволяющего целенаправленно управлять кинетикой структурных превращений.

В области интенсивной пластической деформации, такой как равноканальное угловое прессование и ротационная ковка, использование компьютерного моделирования приобретает все большую значимость. Это обусловлено рядом ключевых факторов, позволяющих существенно расширить понимание этих процессов и оптимизировать их технологические параметры.

Во-первых, моделирование позволяет анализировать поведение материала при значительных деформациях, что является характерной чертой ИПД [64]. В частности, с помощью численных методов можно исследовать распределение деформаций и напряжений внутри заготовки в процессе обработки, что зачастую затруднительно или невозможно сделать экспериментально. Например, моделирование позволяет оценить однородность деформации, которая напрямую влияет на конечные свойства материала.

Во-вторых, моделирование предоставляет возможность изучать влияние различных технологических параметров на процесс ИПД без необходимости проведения большого количества дорогостоящих и длительных экспериментов [65-67]. Варьируя такие параметры, как угол канала матрицы, коэффициент трения, скорость прессования, температура и количество проходов, можно оптимизировать режимы обработки для достижения желаемых микроструктурных и механических свойств материала.

В этой связи рассмотрены работы направленные на применение моделирования процессов ИПД для решения вышеописанных задач.

Так, в работе Та Динь Суана и соавторов [68] показано (рисунок 1.13), как комбинированное применение РСП и РК позволяет значительно повысить однородность пластической деформации в заготовке из сплава Ti–6Al–4V. КЭМ с использованием QForm VX позволило выявить характерное для РСП градиентное распределение деформации с максимумом на периферии и минимумом в центре.

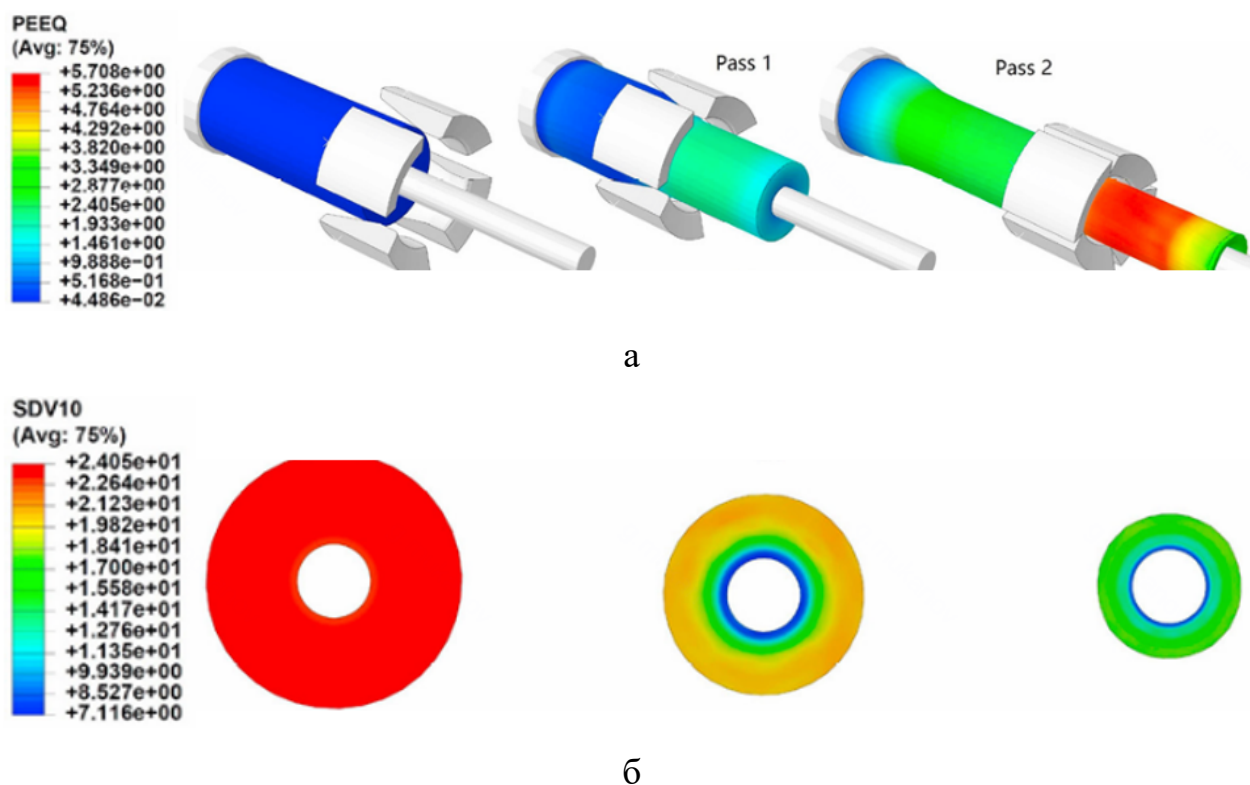


Рисунок 1. 13 – Многопроходный процесс радиальнойковки: эволюция (а) эквивалентной деформации и (б) размера зерна (мм) [68]

Введение последующей ротационнойковки даже с относительно небольшими степенями обжатия способствует выравниванию НДС и снижению остаточных растягивающих напряжений, заменяя их сжимающими, что потенциально повышает эксплуатационные свойства готового изделия. Интересно, что моделирование РСП в несколько проходов без РК напротив усиливает неравномерность распределения деформации и остаточных напряжений. Экспериментальное подтверждение на сплаве Ti–18Zr–14Nb с эффектом памяти формы подтвердило эти выводы, показав более однородную мелкодисперсную структуру после комбинированной обработки.

Другие авторы сосредотачиваются на анализе отдельных процессов и влиянии технологических параметров. Так, Дарки и Раскатов [69] использовали ПО 3D-Deform для моделирования горячей радиальнойковки и подробно исследовали (рисунок 1.14), как коэффициент трения, число проходов и геометрия бойков влияют на распределение остаточных напряжений и деформаций.

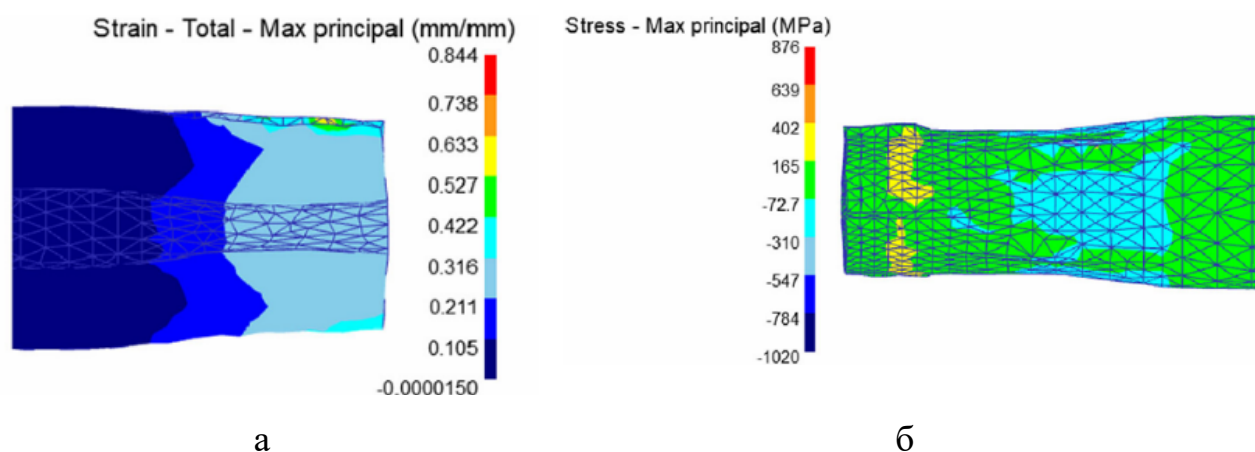


Рисунок 1.14 – Эффективная деформация поперечного сечения различных ходов (а); распределение остаточных напряжений после трех осевых подач (б) [69]

Было показано, что наибольшие остаточные напряжения концентрируются во внешних слоях заготовки, а неравномерность распределения напряжений и скоростей деформации зависит от параметров трения и конфигурации бойков. Особо подчёркивается важность учета теплопередачи и начальной температуры заготовки для более точного прогноза результатов процесса.

Ещё один пример применения КЭМ для анализаковки на радиально-ковочной машине представлен в работе Таупека и Положенцева [70]. Здесь моделирование проводилось в DEFORM с построением трёхмерной модели заготовки и бойков в CAD-системе. Авторы отметили, что даже при сложной геометрии поковок сохраняется благоприятная схема напряженного состояния с преобладанием сжимающих напряжений в очаге деформации (рисунок 1.15 и 1.16). При этом растягивающие напряжения ограничиваются поверхностными

слоями и остаются относительно невелики, что снижает риск возникновения внутренних дефектов.

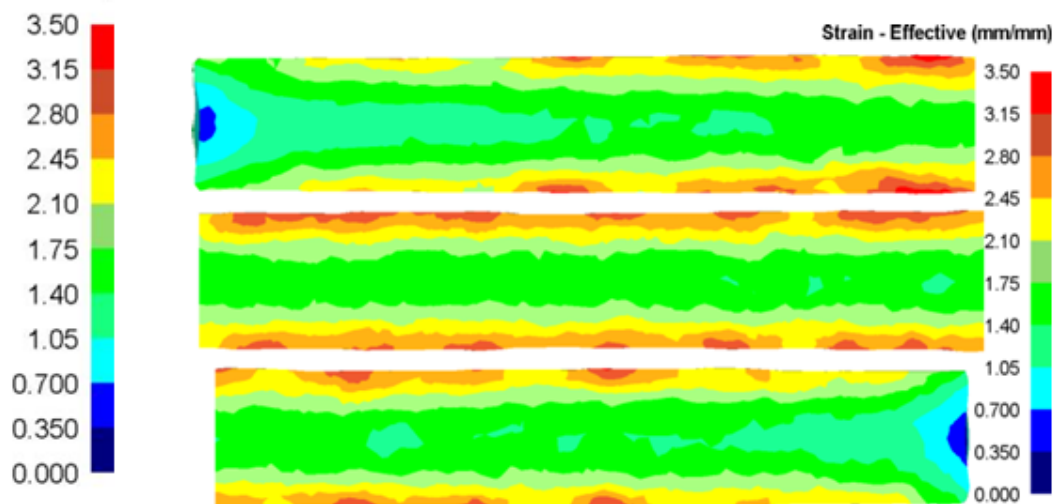


Рисунок 1.15 – Распределение накопленных деформаций

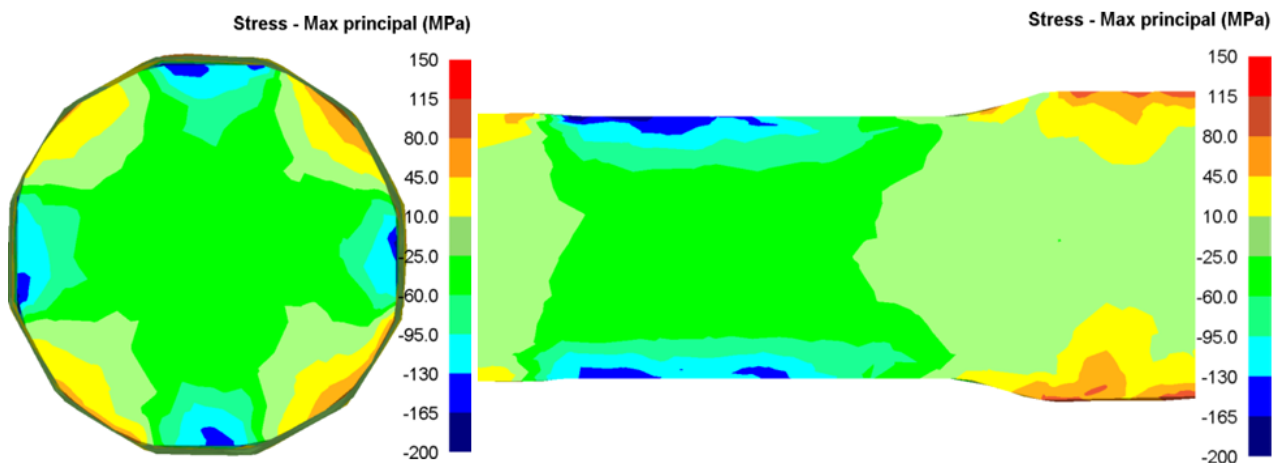


Рисунок 1.16 – Распределение максимальных главных напряжений

Авторы подчеркивают практическую ценность КЭМ как инструмента для оценки технологичности выбранной схемыковки и обоснования необходимости дополнительных проходов (например, калибрующего) для обеспечения качества профиля.

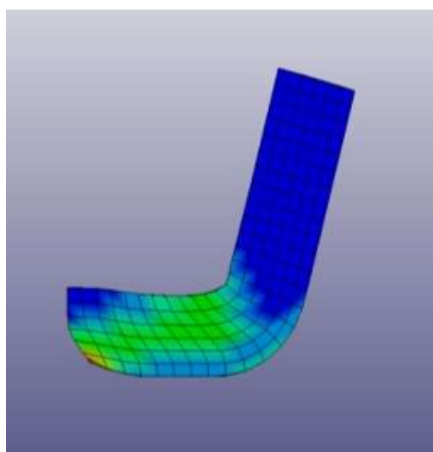
В целом анализ этих работ позволяет сделать несколько обобщённых выводов. Конечно-элементное моделирование является мощным инструментом для выявления и управления градиентами деформации и напряжений в заготовке. Комбинированные схемы обработки, например РСП и последующая

РК, могут существенно повысить однородность структуры и снизить остаточные напряжения.

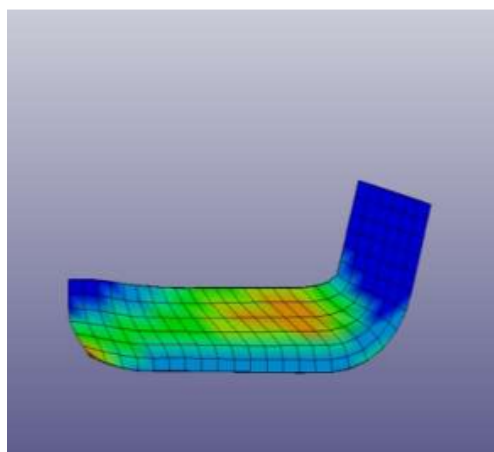
Важными факторами, влияющими на результат, являются геометрия инструмента, режимы нагрева и охлаждения, коэффициент трения и число проходов. Современные программные комплексы позволяют учитывать реальные физические процессы (теплопередача, контактные явления) и давать достаточно точные прогнозы, подтверждаемые экспериментально.

В работе [71] выполнено численное моделирование механического отклика и микроструктурной эволюции объемных образцов сплава AZ31 при равноканальном угловом прессовании. Рассматривались различные маршруты РКУП (анизотропный маршрут А и изотропный маршрут ВС), а также разное число проходов (1, 2 и 3).

В ходе моделирования были рассчитаны поля деформаций в образцах после каждого из проходов. На рисунке 1.17 представлено распределение интенсивности деформаций на стадиях 1/3 и 3/4 первого прохода РКУП. Цветовая шкала отражает уровни накопленных деформаций: синий соответствует минимальным значениям, зеленый — средним, красный — максимальным.



а



б

Рисунок 1. 17 – Моделируемое распределение интенсивности деформации: на 1/3 прохода (а), на 3/4 прохода 1-го прохода РКУП (б) (относительные шкалы: синий = минимальная деформация, зеленый = промежуточная деформация, красный = максимальная деформация)

Результаты моделирования показывают, что распределение интенсивности деформаций по объему образца носит выражено неоднородный характер. Наибольший уровень напряжений и деформаций наблюдается в области заготовки, расположенной у верхней поверхности канала матрицы.

Для количественного анализа были построены графики зависимости доли объема заготовки с определённым уровнем интенсивности деформации (рисунки 5 и 6). Эти зависимости были получены для различных режимов РКУП (маршруты А и ВС), разного числа проходов и углов поворота заготовки между проходами (0° , 90° , 180°).

Результаты численного моделирования сопоставлялись с экспериментальными данными по микроструктуре сплава AZ31. Эксперименты также выявили неоднородность структуры и различный размер зерен после одного прохода РКУП, что подтвердило достоверность проведённого моделирования.

Таким образом, в настоящее время численное моделирование, преимущественно методами частиц, представленными в работах Смолина И.Ю. и др. [72, 73], а также методом конечных элементов [74, 75], активно применяется для анализа и оптимизации процессов деформирования материалов. Эти методы позволяют прогнозировать поля деформаций (ϵ), распределение напряжений (σ), оптимальное количество проходов, маршруты деформирования и другие параметры. Для подтверждения корректности результатов численного моделирования они, как правило, верифицируются данными экспериментальных исследований, что повышает их надёжность и практическую ценность при разработке и совершенствовании процессов интенсивной пластической деформации [76-80].

1.5. Доклинические исследования имплантатов из титановых сплавов

Разработка имплантатов, способных к длительной и стабильной интеграции с костной тканью, требует всесторонней оценки их биологических и механических свойств ещё на этапе доклинических испытаний.

Снижение модуля упругости уменьшает эффект "экранирования напряжений" — одного из факторов, препятствующих нормальному ремоделированию кости [81-88]. Дополнительным преимуществом таких сплавов становится возможность модификации их микроструктуры за счёт применения методов интенсивной пластической деформации. В частности, равноканальное угловое прессование и ротационная ковка позволяют формировать ультрамелкозернистую структуру, повышающую прочностные характеристики и увеличивающую удельную площадь поверхности, что критически важно для клеточной адгезии и начального этапа остеоинтеграции [89–95].

Показано, что УМЗ-структура способствует ускоренной пролиферации остеобластов и формированию зрелого костного матрикса [96-99]. Это объясняется как улучшением поверхностной энергии и механических свойств, так и благоприятной наномасштабной топографией поверхности, которая усиливает остеоиндуктивные сигналы [100].

Немаловажную роль в формировании прочной костно-имплантационной связи играют особенности микрорельефа поверхности. Имплантаты с резьбовым профилем и микроструктурированными участками демонстрируют усиленную остеоинтеграцию за счёт увеличенной площади контакта и возможности инвазии костной ткани в межрезьбовые промежутки [101–106]. Разноуровневая шероховатость (макро-, микро- и нанорельеф) способствует адгезии остеогенных клеток, а в перспективе – более плотной и равномерной минерализации костной ткани по всей поверхности имплантата [107-109].

Было показано, что контакт между костью и имплантатом усиливается при наличии в межповерхностной зоне сформированных костных балок пластинчатой структуры, особенно в условиях стабильной механической фиксации имплантата [110].

В доклинических исследованиях особое значение приобретают методы гистологического и морфологического анализа, в том числе световая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, энерго-дисперсионный

анализ и картирование элементов [111-114]. Совместное применение этих подходов позволяет оценить:

- степень плотности контакта имплантат–кость;
- структурную зрелость новообразованной ткани (компактная, трабекулярная, незрелая кость);
- наличие или отсутствие воспалительных или резорбционных процессов;
- микрораспределение элементов (Ca, P, Ti, Nb, Zr), что позволяет судить о метаболической активности зоны остеогенеза [115].

Соотношение Ca/P в зоне вновь сформированной костной ткани является индикатором зрелости: значение, приближенное к 2,7–3,0, характерно для зрелого минерального матрикса, тогда как более низкие значения отражают ранние стадии минерализации [116].

Таким образом, проведение доклинических исследований на животных моделях с последующим гистологическим и морфологическим анализом является обязательным этапом при создании и оценке новых имплантационных материалов. Полученные данные позволяют судить не только о биологической безопасности материала, но и о его клинической эффективности на уровне интеграции с тканями организма.

В этой связи включение в диссертацию результатов доклинических испытаний внутрикостных имплантатов из Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой является обоснованным и соответствует международной практике. Представленные гистологические и морфологические данные подтверждают высокую степень остеоинтеграции, отсутствие признаков воспалительной реакции, плотный контакт имплантата с костной тканью на всём протяжении резьбовой поверхности и формирование зрелой костной ткани в межрезьбовых промежутках. Эти особенности позволяют рассматривать разработанный материал как перспективный для дальнейших этапов клинической апробации и применения в травматологии и ортопедии.

1.6 Постановка цели и задач работы

Анализ литературного обзора показывает, что современные исследования в области металловедения биоинертных сплавов системы Ti-Nb-Zr для медицинского применения охватывают широкий спектр вопросов – от строгих требований к материалам до методов получения ультрамелкозернистых структур в титановых сплавах.

Раздел 1.1 демонстрирует, что для имплантологических целей критически важны не только высокая биосовместимость и коррозионная стойкость, но и оптимальное сочетание механических свойств. В разделе 1.2 рассмотрены различные методы формирования УМЗ, что подчеркивает актуальность разработки новых термомеханических режимов для улучшения структуры сплавов. Металловедческие основы равноканального углового прессования и ротационнойковки, описанные в разделе 1.3, дают представление о возможностях и ограничениях этих методов в достижении требуемых параметров деформации и микроструктурных преобразований. Раздел 1.4, посвященный конечно-элементному моделированию процессов ИПД, демонстрирует эффективность численных методов для оптимизации технологических режимов и прогнозирования итоговых свойств заготовок. Наконец, раздел 1.5 демонстрирует, что разработка имплантатов, способных к длительной и стабильной интеграции с костной тканью, требует всесторонней оценки их биологических и механических свойств ещё на этапе доклинических испытаний. В совокупности данные исследования подчеркивают необходимость дальнейшей разработки и внедрения оптимальных режимов термомеханической обработки, способствующих формированию ультрамелкозернистой структуры и улучшению свойств биоинертных сплавов типа Ti-39Nb-7Zr для медицинских применений.

В связи с вышесказанным, сформулирована **цель исследования**: установить закономерности формирования напряженно-деформированного состояния, текстуры и ультрамелкозернистой структуры в горячекатаном

псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr методами ротационнойковки и равноканального углового прессования и обосновать преимущества одной из технологий для промышленного изготовления имплантатов для остеointеграционного протезирования. В работе поставлены следующие задачи:

- 1) Провести расчеты напряженно-деформированного состояния в прутках из сплава Ti-39Nb-7Zr в процессе РК и РКУП с использованием моделирования методом конечных элементов (МКЭ).
- 2) Установить закономерности формирования в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr текстуры, фазового состава и УМЗ структуры, получаемой методами многопроходных РК и РКУП.
- 3) Провести комплексное сравнение распределения напряжений, деформаций, текстурно-структурного состояния и физико-механических свойств заготовок из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой, полученной методами многопроходных РК и РКУП, для обоснования выбора оптимальной технологии производства медицинских имплантатов.
- 4) Изготовить опытные образцы имплантатов из заготовок сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой и изучить закономерности их остеointеграции при доклинических испытаниях.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

Материалом исследования служили горячедеформированные прутки диаметром 20 мм из опытного сплава титана на основе β -твердого раствора системы Ti–Nb–Zr. В таблице 2.1 дан состав сплава и его молибденовый эквивалент ($[Mo]_{\text{экв}}$), характеризующий стабильность β -твердого раствора в сплаве к фазовым превращениям и рассчитанный по формуле [117]: $[Mo]_{\text{экв}} = 1.0 Mo + 0.30Sn + 0.33 Nb + 0.25 Ta + 0.31Zr$ (в мас. %) = 15,7.

Таблица 2.1 – Химический состав (в мас. %) исследуемого сплава

Маркировка	Ti	Nb	Zr	Fe
Ti-39Nb-7Zr	основа	39,6	7,12	0,03

За основу взят двойной сплав Ti-26 ат. %Nb (Ti-40,5 мас.%Nb), который имеет самый низкий модуль упругости среди всех двойных титановых сплавов системы Ti-Nb в однофазном β -состоянии [118-119]. Исследуемый тройной сплав дополнительно легировали цирконием с целью увеличения прочностных характеристик и снижения либо сохранения величины модуля упругости.

Период решетки β -фазы, рассчитанный по данным рентгеноструктурного анализа, составил 0,3296 нм, что на 0,4% превышает значение для чистого титана (0,3282 нм [120]). Увеличение параметра решетки обусловлено внедрением атомов ниобия (радиус 142,9 пм) и циркония (155,36 пм), которые имеют больший атомный радиус по сравнению с титаном (142,11 пм в ОЦК-решетке) [121].

2.2 Оборудование и режимы термомеханических обработок для формирования УМЗ структуры методами РКУП и ротационнойковки

Для формирования ультрамелкозернистой структуры использовали методы ротационной ковки и равноканального углового прессования — одни из наиболее эффективных способов интенсивной пластической деформации.

Перед ротационной ковкой горячекатаный пруток был подвергнут токарной обработке на конечный диаметр $d_1 = 18,2$ мм для удаления поверхностного газонасыщенного слоя, сформированного при горячей прокатке (рисунок 2.1).



Рисунок 2.1 – Общий вид прутка перед ротационной ковкой

Полученный прутковый полуфабрикат утонили методом многопроходной РК до диаметра $d_2 = 10,3$ мм на модернизированной двухбойковой ротационно-ковочной машине В2129.01 производства ОАО “Прессмаш” (работа проведена при участии ИМЕТ РАН им. Байкова). Перед РК и между ее проходами пруток нагревали на температуру $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 20 минут (перед 1-ковкой) и 5 минут (между проходами). Согласно анализу работ [122, 123] при ротационной ковке прутковых заготовок титановых сплавов диаметром 10...20 мм для достижения высокой однородности деформации, необходимой для формирования УМЗ-структуры по всему объему прутка необходимо проводить не менее 10 проходов. В связи с этим в данной работе общая деформация включала 12 проходов с обжатием до 1 мм за проход. Накопленная в ходе РК истинная степень деформации (ϵ) составила величину 1,14, общая вытяжка (уков) - 3,12, относительное сужение прутка - 68%, относительная степень деформации по удлинению за проход в среднем составляла 10%. Принципиальная схема установки для проведения ротационной ковки представлена на рисунке 2.2.

На рисунке 2.3 показана схема ротационно-ковочного узла рабочей машины, в которой обработка заготовки происходит небольшими шагами при высокочастотном возвратно-поступательном движении калиброванных бойков.

Рабочая поверхность калибров охватывает практически весь внешний контур очага деформации. Деформирующие усилия радиального направления равномерно сжимают заготовку по периметру. Все это приводит к увеличению однородности пластической деформации по поперечному сечению.

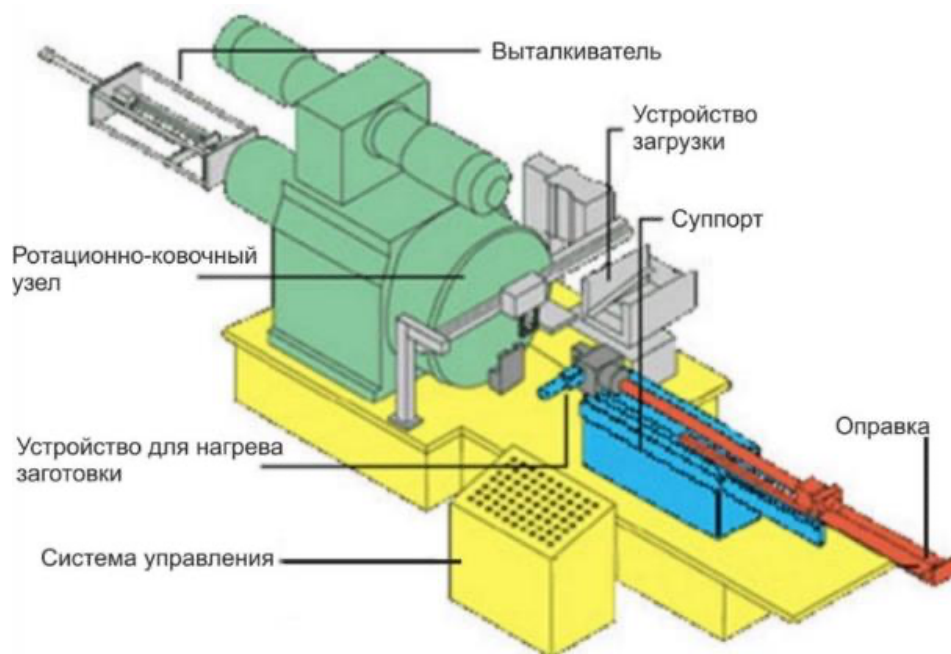


Рисунок 2.2 – Схематичное изображение ротационно-ковочной машины

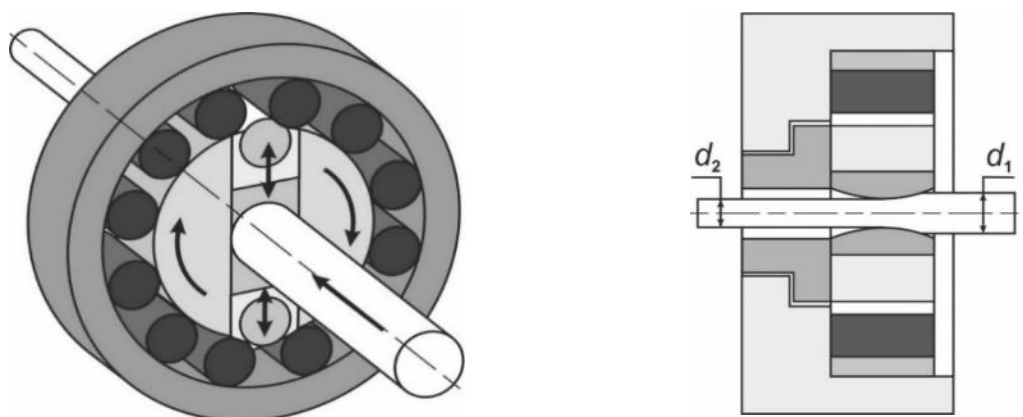


Рисунок 2.3 – Схематичное изображение ротационно-ковочного узла рабочей машины (здесь d_1 – исходный диаметр заготовки равный 12,3 мм; d_2 – диаметр прутка после многопроходного утонения)

Вид кованого прутка представлен на рисунке 2.4. Послековки из полученного прутка вырезали заготовки для проведения исследований и дальнейшего изготовления имплантатов.



Рисунок 2.4 – Фото прутка после РК и схема вырезки заготовок для изготовления образцов и имплантатов

Также в рамках данного исследования проводилось равноканальное угловое прессование прутков диаметром 11,5 мм и длиной 80 мм, которые помещали в оболочку из технически чистого железа («Армко-железо»). Размер оболочки: диаметр 19,8 мм, длина 90 мм. После помещения заготовки в оболочку производили заваривание крышки. Длина оболочки перед прессованием составляла 95 мм (рисунок 2.5).



Рисунок 2.5 – Вид заготовки и оболочки перед проведением РКУП

Перед проведением РКУП образцы предварительно нагревались до температуры 450 °С в течение 30 минут. Для снижения трения применялась смазка суспензией графита в масле. Вид установки для равноканального углового прессования представлен на рисунке 2.6.



Рисунок 2.6 – Фото установки для проведения РКУП

Схема РКУП состоит из двух каналов с углом пересечения $\varphi = 110^\circ$ и углом сопряжения – $\psi = 25^\circ$ (рисунок 2.7). Согласно исследованиям работ по другим β -титановым сплавам [125, 126], эффективное измельчение зерна до размеров 300...1000 нм и повышение прочностных характеристик достигаются уже после 4 проходов РКУП. Этим обусловлена реализация четырёх циклов РКУП в данной работе для достижения УМЗ-структуры без разрушения образца. Усилие прессования задавалось давлением в гидросистеме пресса и не превышало 70 бар. Истинная деформация образцов составила $\epsilon = 3,2$.

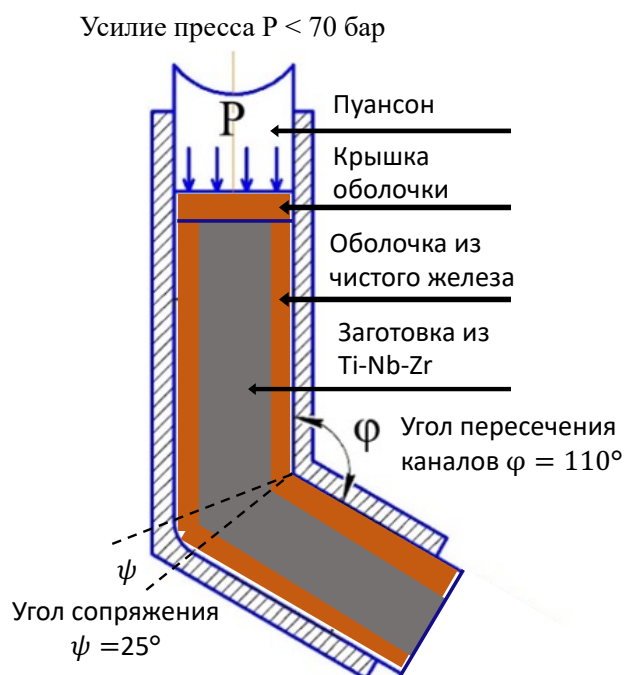


Рисунок 2.7 – Схема каналов в установке РКУП при прессовании прутков сплавов системы Ti-Nb-Zr

Фотография оболочки и образца после РКУП приведены на рисунке 2.8.



Рисунок 2.8 – Фотография оболочки и образца после проведения РКУП

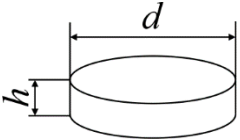
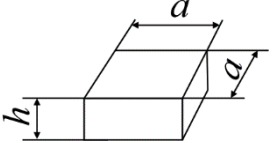
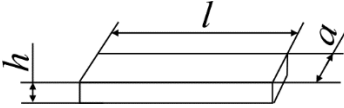
2.3 Методы исследования структуры и свойств

Подготовка образцов для проведения исследований

После проведения равноканального углового прессования и ротационнойковки были подготовлены образцы для определения изменения модуля Юнга методом ДМА и теплофизических свойств с температурой нагрева методами лазерной вспышки, синхронного термического и динамического механического

анализов. Образцы были вырезаны с помощью проволочного электроэрозионного станка Есосut. Эскизы образцов приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Методы исследования свойств, размеры и вид образцов

Метод исследования/ определяемое свойство	Размеры	Вид изготовленного образца	Изображение образца
Синхронный термический анализ/теплоёмкость c	$d = 5$ мм $h = 1$ мм		
Метод лазерной вспышки/температуропроводность a	$a = 10$ мм $h = 1$ мм		
Динамический механический анализ/модуль Юнга E	$a = 2$ мм $l = 40$ мм $h = 1$ мм		

1. Нарезка образцов из заготовок после РКУП в продольном сечении с размерами (мм):

10×10×1 – РЭМ; 25×4×1 – ДМА; Ø5×1 – СТА.

2. Горячая запрессовка образцов с использованием токопроводящих CON смол.

3. Шлифование с использованием абразивных кругов P240, P400, P1000, P1200, P2500 (с нагрузкой 10 N в течении 10 мин.).

4. Полирование с использованием суспензии 7 Co1-Si + 3 (15%HF+10%HNO3+75%H2O), с нагрузкой 25N в течении 120 мин.

5. Травление в растворе 15%HF+10%HNO3+75%H2O.

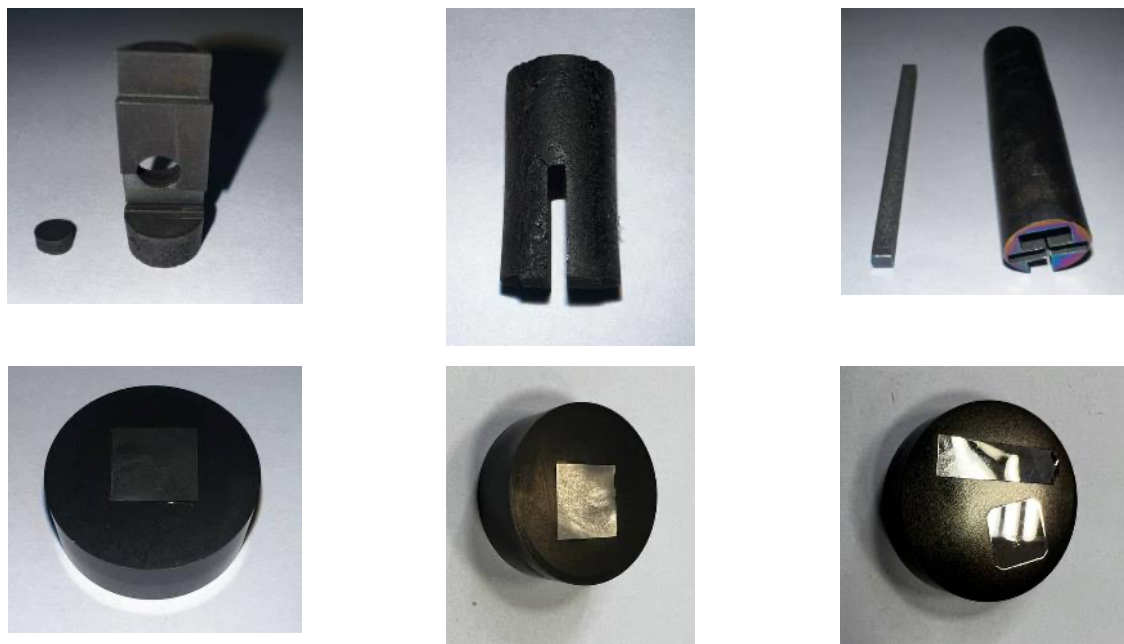


Рисунок 2.9 – Фотографии образцов для проведения измерений

Измерение твердости

Модуль упругости и микротвердость по Виккерсу сплава определяли методом микроиндентирования по методике Оливера и Фарра [127] на приборе CSM Instruments индентором Виккерса при нагрузке 9Н.

По полученным данным микроиндентирования была произведена предварительная оценка износостойкости исследуемого сплава/поверхности с помощью параметров H_{IT}/E_r и H_{IT}^3/E^2 . Данные параметры отображают поведение поверхности при постоянном контакте. H/E характеризует способность поверхности сопротивляться упругим деформациям до разрушения, а H^3/E^2 – сопротивляться к пластической деформации при нагруженном контакте. В качестве материала для сравнения использовался широко используемый в биомедицине титановый сплав Ti-6Al-4V, имеющий следующие параметры износостойкости - $H_{IT}/E_r \approx 0,04$; $H^3/E^2 \approx 0,0089$ ГПа [128].

Измерение модуля упругости

Для определения модуля упругости сплава использован метод динамического механического анализа, который был осуществлен на приборе DMA 242 C, выпускаемом немецкой компанией NETZSCH, образцы деформировали по схеме трехточечного изгиба.

Расчет модуля упругости осуществлялся процессорным устройством прибора. В опыте пластинку рабочей длиной 20 x 4 x 1 мм помещали в установку DMA 242 C, нагружали циклической нагрузкой 5,3 Н частотой 1 Гц, приводящей к упругой деформации, и повышали температуру до 600 °С. В ходе нагрева фиксировали изменение модуля упругости образца и получали зависимость модуля упругости в функции температуры.

Механические испытания на растяжение

Испытания проведены на разрывной машине Instron 3382 со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин на пятикратном образце диаметром 3,1 мм.

Дифференциальный термический анализ для определения теплоемкости

Определение теплоемкости сплавов проводилось на основе экспериментальных данных, полученных в результате дифференциального термического анализа (ДТА) исследуемого сплава и материала с известной теплоемкостью (сапфира) по стандарту ASTM E1269-11.

Измерения проводились на образцах круглого сечения диаметром $5,0 \pm 0,1$ мм и толщиной $1,0 \pm 0,1$ мм.

Дифференциальный термический анализ в диапазоне температур от комнатной до 700 °С проводился на приборе “Netzsch STA 449 C Jupiter” в динамической атмосфере аргона при скорости потока 20 мл/мин со скоростью нагрева 20 °/мин. При проведении экспериментов использовались платиновые тигли с крышками.

Дилатометрический анализ для определения температурного коэффициента линейного расширения

Определение среднего температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) сплава проводилось на дилатометре “Linseis L78VD1600C”, оснащенном индуктивными датчиками перемещения, на образцах квадратного сечения со стороной $4 \pm 0,1$ и длиной $10,0 \pm 0,5$ мм в статической атмосфере аргона со скоростью нагрева ~ 3 °С/мин. Для определения значений ТКЛР в диапазоне от комнатной до 700 °С использовалась высокотемпературная печь (рабочие температуры: $T_{\text{комн}} \dots 1600$ °С). В высокотемпературной печи были испытаны

по 3 образца каждого наименования. ТКЛР во всех случаях определяли при нагревании образца. Схема измерительной ячейки дилатометра представлена на рисунке 2.10. Использовались держатели из плавленого кварца. При расчёте ТКЛР была учтена поправка удлинения образцов на расширение кварцевых толкателей.

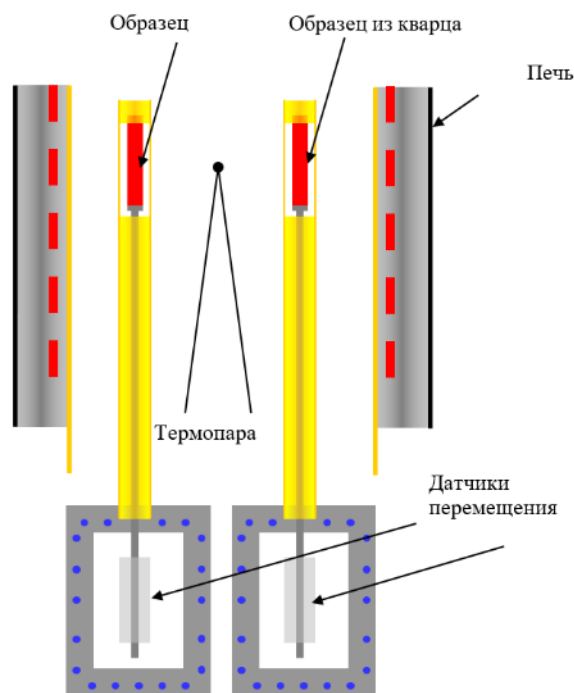


Рисунок 2.10 – Схема измерительной ячейки дилатометра “Linseis L78VD1600C”

После определения реального термического расширения исследуемого образца его удлинение было поделено на начальную длину для получения данных о зависимости их относительного удлинения ($dL_{\text{обр}}/L_0$) от температуры (здесь L_0 – длина образца при $T_{\text{комн}}$, мкм). Средний температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) от $T_{\text{комн}}$ до какой-либо температуры рассчитывался путем деления относительного удлинения на разность текущей и начальной температур.

Ориентационную микроскопию проводили с продольного сечения прутка с шагом 0.2 мкм на приборе ThermoScientific Scios 2 LoVac, оснащенный приставкой Oxford Instrument Symmetry для EBSD анализа. Данные были получены с использованием программного обеспечения Aztec и обработаны с

помощью программного обеспечения HKL Channel 5 в соответствии с рекомендациями Oxford Instruments.

Тонкая структура сплавов исследована при помощи просвечивающего электронного микроскопа (Jeol JEM200C).

Рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА) проводили на установке Bruker D8 Advance в медном $K\alpha$ -излучении в диапазоне углов Брэгга-Вульфа 2θ – $33...120^\circ$ с использованием программного пакета Topas для проведения качественного анализа.

Фазовый состав сплава определяли методом рентгеноструктурного фазового анализа (РСФА) с использованием дифрактометра Bruker D8 Advance с детектором LynxEye в излучении меди $Cu\alpha$ в интервале углов $2\theta = 30...120^\circ$, при напряжении $U = 40$ кВ и силе тока $I = 40$ мА. Анализ дифрактограмм производился с использованием программ EVA и Topas.

Межплоскостные расстояния и углы отражения для β -фазы титана представлены в работе [10].

Вклады размера зерна и микронапряжений в уширение линий HKL β -фазы определяли методом Вильямсона-Холла [10]:

$$(\cos \theta * 2\Delta\theta) / \lambda = 0,9/D + 2\varepsilon * (2 \sin \theta) / \lambda \quad (2.1)$$

где: $\Delta K = (\cos \theta * 2\Delta\theta) / \lambda$; $K = (2 \sin \theta) / \lambda$; D – средний размер ОКР, нм; ε – относительное искажение кристаллической решетки; λ – длина волны излучения (0,5406 нм).

Плотность дислокаций (ρ_d) оценивалась по формуле:

$$\rho_d = (2\sqrt{3}\varepsilon)/(D * b) \quad (2.2)$$

где, ε – относительное искажение кристаллической решетки; D – средний размер ОКР, нм; b – вектор Бюргерса, нм (для ОЦК решетки $\sqrt{3}/2 * a_\beta$).

ГЛАВА 3 КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ СПЛАВА Ti39Nb7Zr

3.1 Исследование распределения напряжений и деформаций в прутках, подвергнутых ротационной ковке, методом конечно-элементного моделирования

Для исследования напряжённо-деформированного состояния по сечению прутка в процессе ротационнойковки была разработана трёхмерная конечно-элементная модель в программной среде Ansys Mechanical. Моделирование проводилось с целью количественной оценки характера распределения пластической деформации, напряжений по сечению прутковой заготовки. Согласно литературному обзору, распределение напряженно-деформированного состояния позволяет более точно описать измельчение структуры в процессах ИПД.

На первом этапе моделирования была воссоздана точная 3D-геометрия заготовки и инструмента, соответствующая условиям реального эксперимента. Заготовка представляла собой прутковый полуфабрикат из сплава Ti-39Nb-7Zr диаметром 18,2 мм.

Конфигурация инструмента соответствовала двухбойковой ротационно-ковочной машине, действующей по принципу возвратно-поступательного высокочастотного удара с шагами малой глубины. На Рисунке 3.1 представлена КЭ модель, где бойки охватывают почти весь внешний периметр зоны деформации, обеспечивая равномерное обжатие по всей окружности.

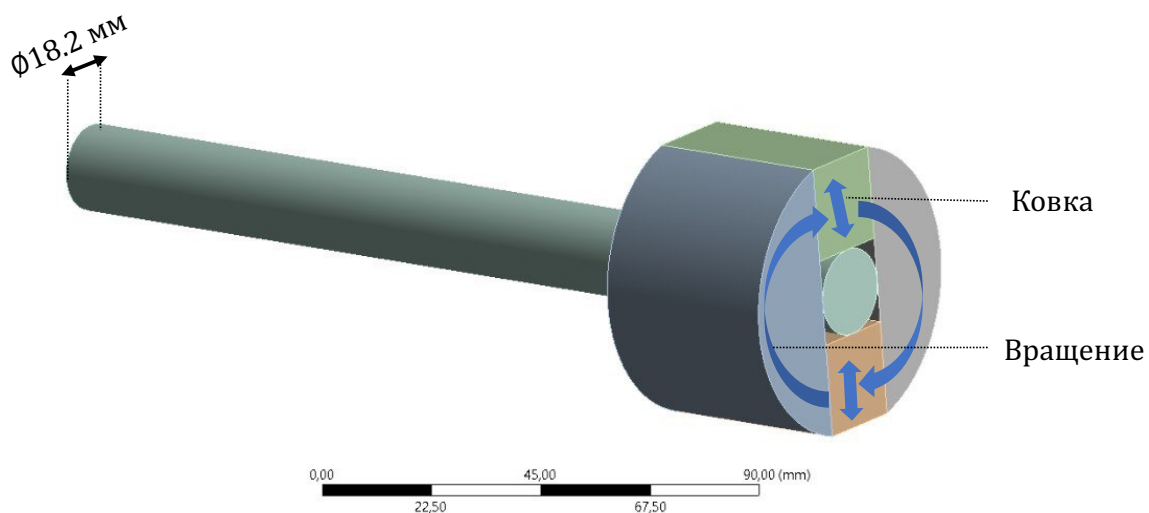


Рисунок 3.1 – Принципиальная схема ротационнойковки прутков

Результаты численного моделирования ротационной ковки во многом зависят от корректной постановки задачи, точного задания параметров материала, геометрии, сеточной дискретизации и граничных условий. На рисунке 3.2 представлена обобщённая схема ключевых факторов, которые были учтены при решении задач моделирования. Все параметры сгруппированы по логическим блокам, каждый из которых описывает один из аспектов постановки задачи.

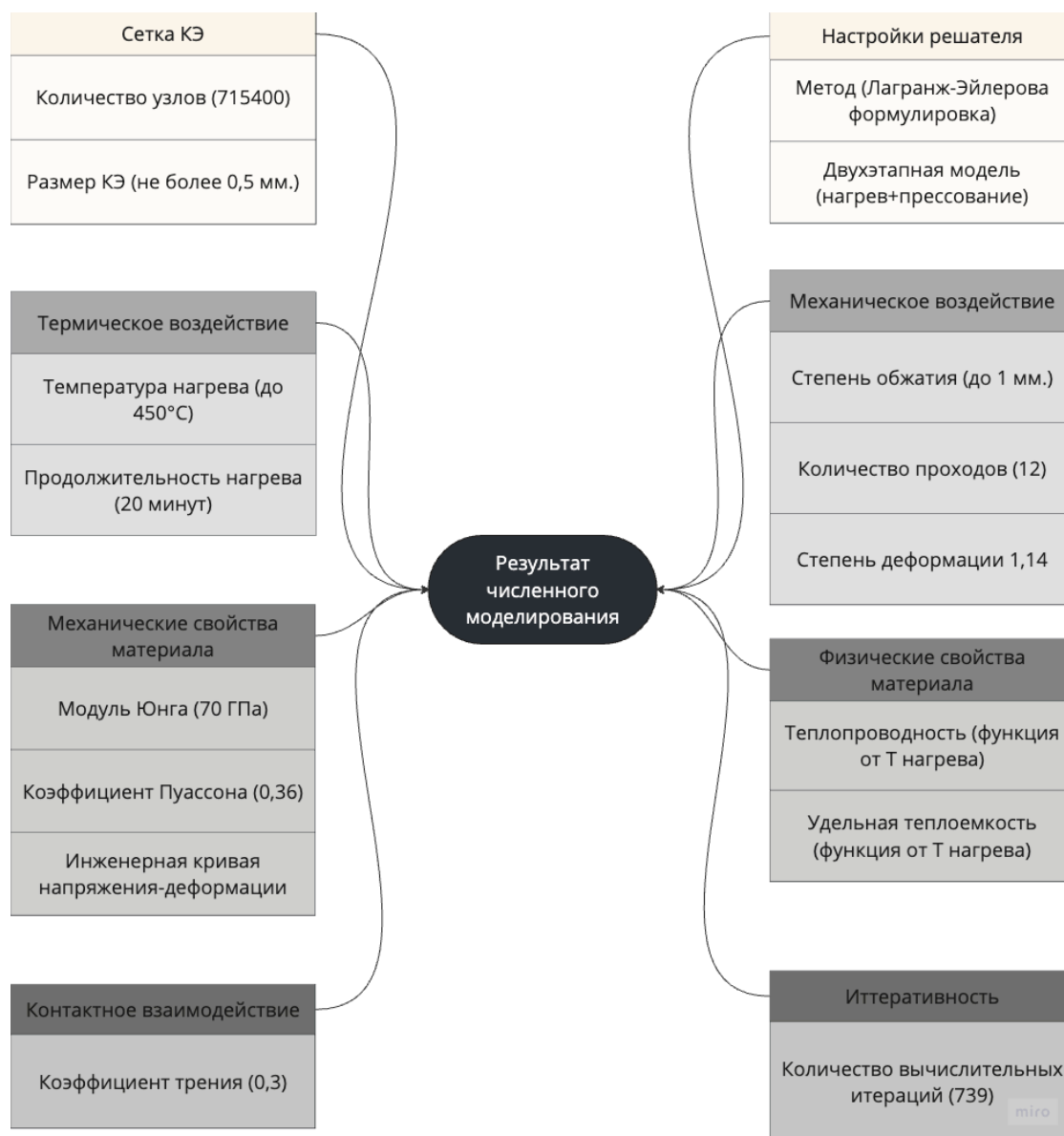
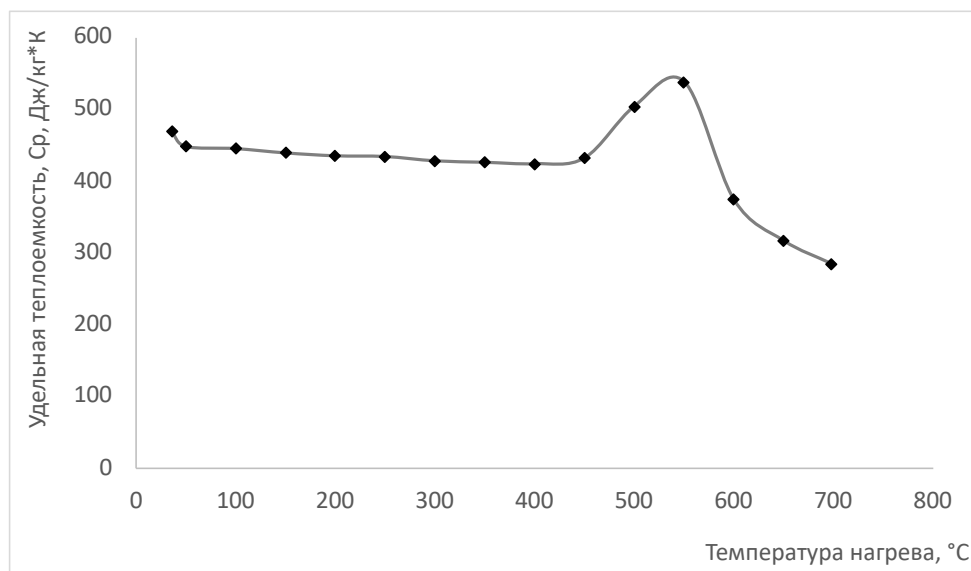


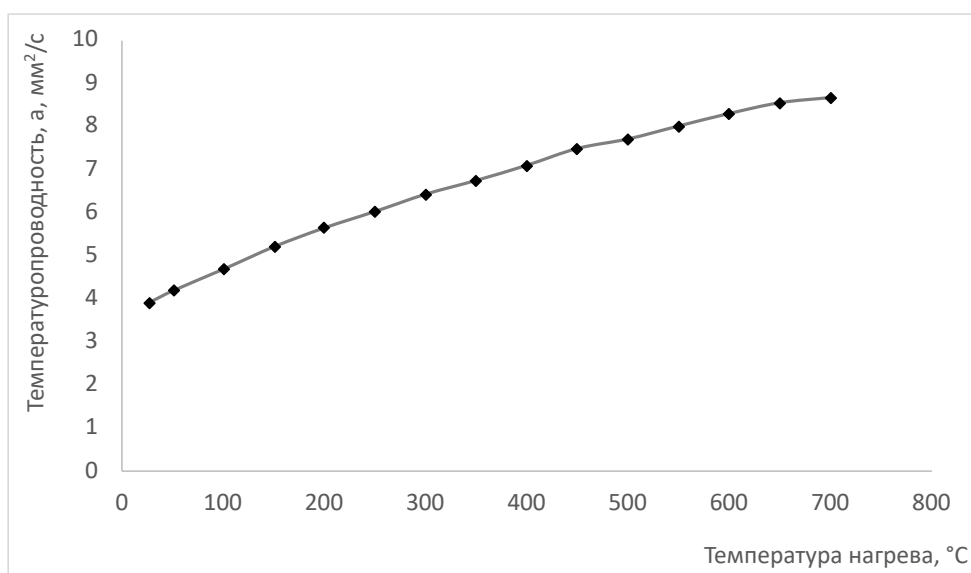
Рисунок 3.2 – Схема основных параметров конечно-элементной модели процессов ротационнойковки

Для учета температурных условий и механических свойств сплава Ti-39Nb-7Zr были проведены экспериментальные исследования при нагреве (рисунок 3.3).

Модуль упругости определён на основании испытаний методом микротвердости и динамической механической спектроскопии, и принят равным 70 ГПа, поскольку при 400–450 °С его снижение не превышало 2 ГПа.



а



б

Рисунок 3.3 – Изменение теплофизических свойств при нагреве: а – удельная теплоемкость, б – температуропроводность

Для учёта пластических характеристик применялась билинейная кинематическая модель упрочнения, основанная на данных испытаний на растяжение образцов (Рисунок 3.4). Экспериментальные данные были обработаны для преобразования инженерных напряжений и деформаций в истинные значения, что обеспечивает более точное описание поведения материала в условиях высоких деформаций. Дополнительно, кривая истинных напряжений-деформаций была сверена с результатами других авторов для

подобного сплава [129, 130]. Полученная диаграмма нагружения была импортирована в программный интерфейс Ansys Mechanical для настройки параметров билинейной модели упрочнения.

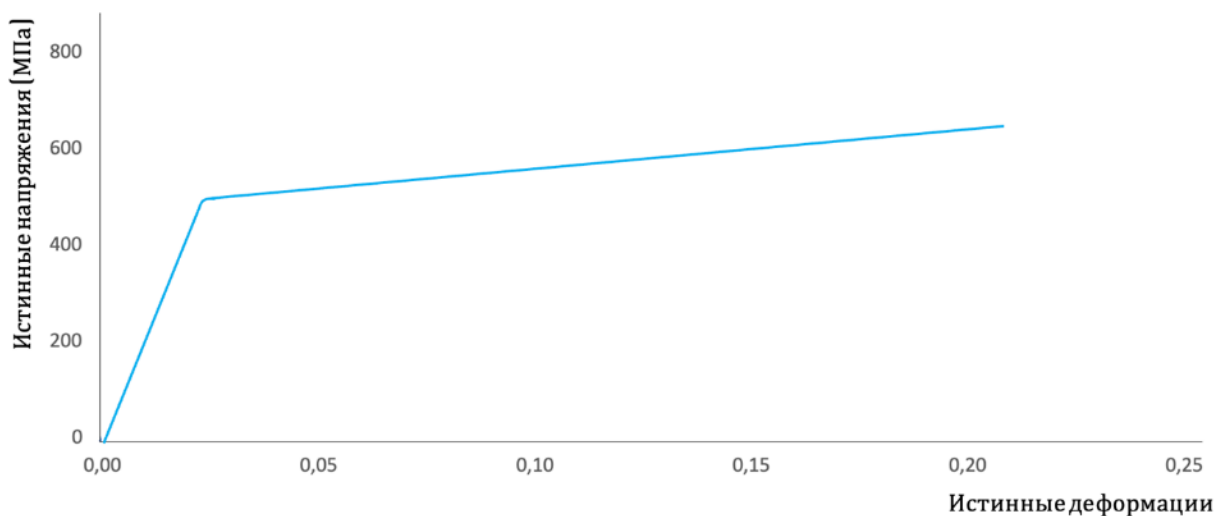


Рисунок 3.4 – Диаграмма истинных напряжений-деформаций по результатам растяжения сплава Ti39Nb7Zr

В расчетной модели не учитывались явные механизмы динамической рекристаллизации. Эти допущения могут оказывать влияние на абсолютные значения напряжений и деформаций, однако в рамках данной работы первостепенное значение имеет именно характер распределения напряжений и деформаций по сечению прутка [131].

Для точного расчета напряжённо-деформированного состояния была создана детализированная конечно-элементная сетка (рисунок 3.5). Особенности генерации: 715 400 узлов и 295 219 элементов. Использован гибридный градиентный подход: в зонах с ожидаемыми высокими градиентами напряжений — размер ячейки уменьшен до 0,05 мм, в остальных — 0,5 мм. Оценка качества элементов (Element Quality): от 0,87 до 0,99, что соответствует высокому качеству сетки и приемлемой сходимости при решении задачи.

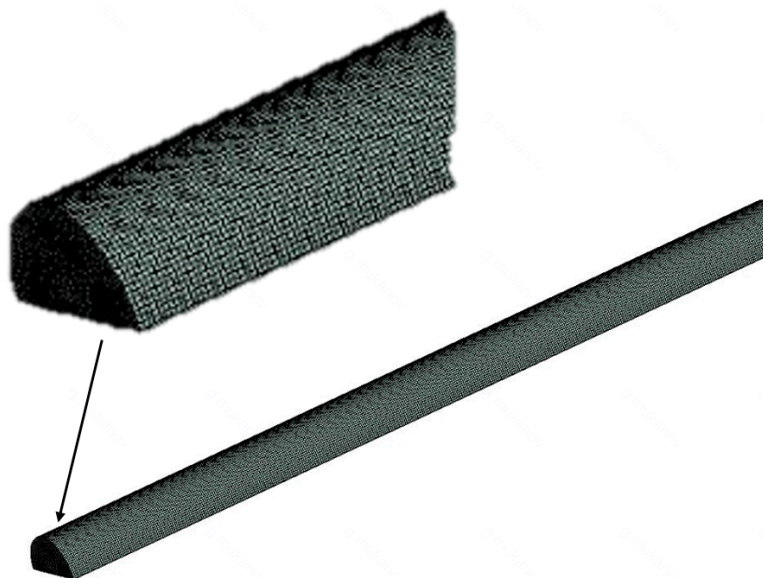


Рисунок 3.5 – Сеточное покрытие заготовки для моделирования ротационной ковки

Для расчета использовалась Лагранж-Эйлера методика, характерная для моделирования деформируемых тел. Она позволяет отслеживать изменение координат каждого элемента материала во времени и эффективно моделировать сложные деформационные процессы. Такой подход особенно эффективен при учёте больших пластических деформаций, характерных для РК.

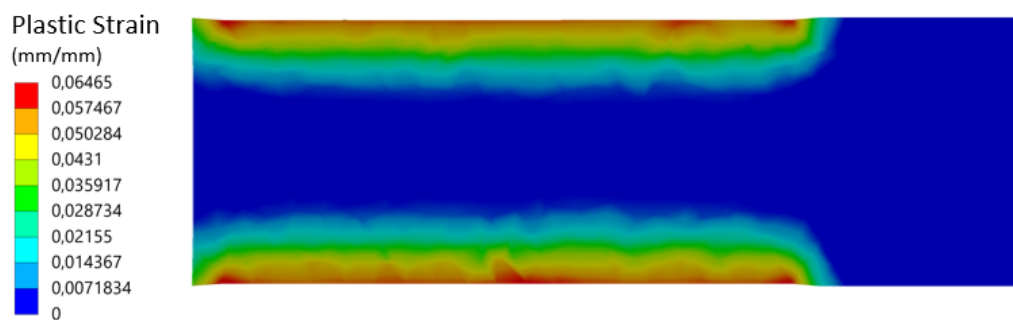
В качестве граничных условий были заданы параметры, соответствующие экспериментальной схеме ротационнойковки:

- количество проходов ротационнойковки: 12;
- максимальное обжатие в каждом проходе – 1 мм.;
- относительное сужение прутка: 68%;
- средняя степень удлинения за проход: 10%.

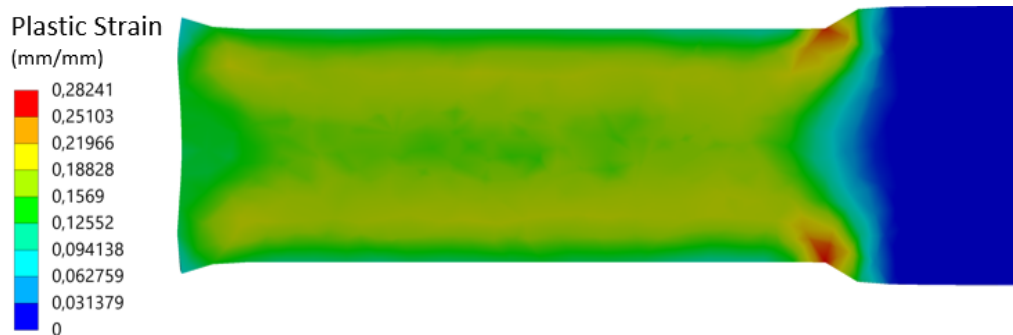
На основании проведённых расчётов были построены карты распределения накопленной эквивалентной пластической деформации и главных напряжений в продольном сечении прутка после 1, 6 и 12 проходов. Это позволило проследить, как изменяется характер нагружения и деформирования материала на разных стадиях процесса.

На рисунке 3.6 представлены распределения накопленной пластической деформации в продольном сечении прутка на различных стадияхковки. После первого удара (рис. 3.6 а) пластическая деформация носит локальный характер. Невысокие значения (до $\sim 0,07$) фиксируются вблизи контактных участков на поверхности заготовки. Центр прутка остаётся практически не деформированным, что указывает на начальный, поверхностный характер течения материала. Степень неоднородности деформации $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 5,8$. После шести ударов (рис. 3.6 б) пластическая деформация начинает распространяться вглубь заготовки. Формируется более выраженный очаг деформации, при этом максимальные значения смещаются от поверхности к центральной зоне. В материале прослеживается постепенное накопление деформации, при этом её величины достигают $\sim 0,3\text{--}0,35$, особенно вблизи оси симметрии. Степень неоднородности деформации $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 1,6$. После двенадцати ударов (рис. 3.6 в) наблюдается практически равномерное распределение пластической деформации по всему поперечному сечению. Максимальные значения находятся в диапазоне $0,43\text{--}0,51$, что свидетельствует о глубоком вовлечении материала в процесс течения и о приближении к квазистабильному пластическому состоянию. Степень неоднородности деформации $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 0,2$. Это говорит о высокой степени интенсификации деформационного процесса за счёт многопроходной схемы ротационнойковки.

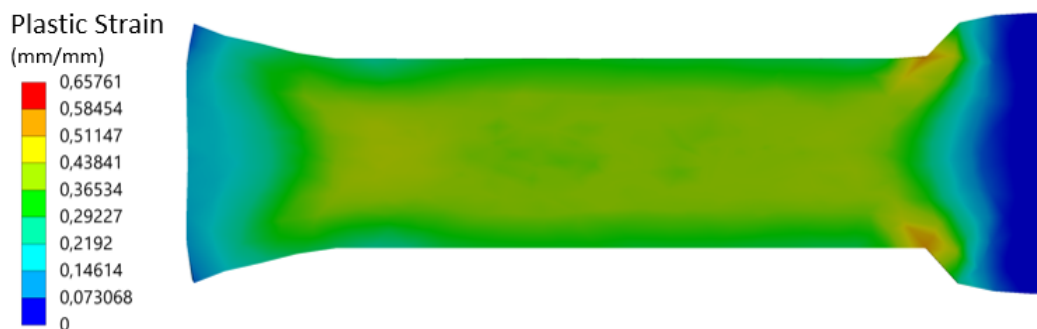
Дополнительно стоит отметить, что при переходе от единичного удара к многократному происходит размытие локализованных зон пластической деформации и формирование более плавного деформационного градиента, что является положительным признаком с точки зрения структурной однородности и качества изделия.



а



б

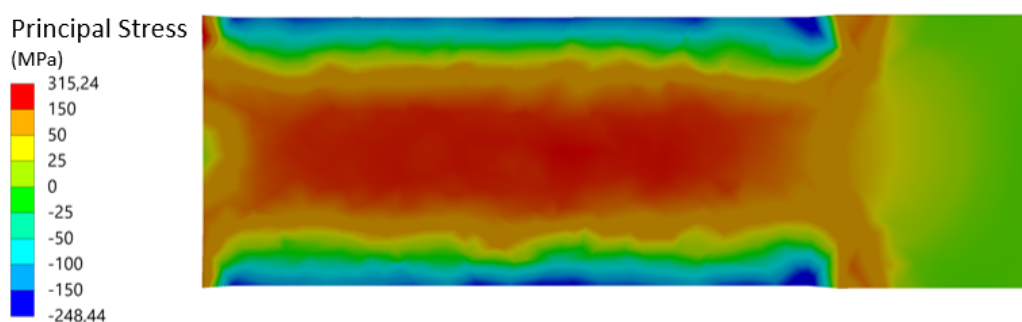


в

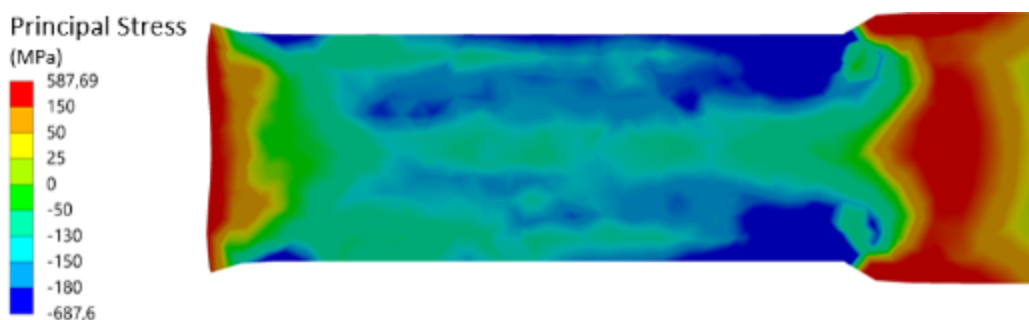
Рисунок 3.6 – Карта распределения пластической деформации по сечению прутка после ротационнойковки с количеством ударов: а - один, б - шесть, в – двенадцать

Карты распределения главных напряжений представлены на рисунке 3.7. Их анализ позволяет оценить изменение напряжённого состояния материала в процессе накопления деформации. После первого удара (рис. 3.7 а) в поверхностных слоях преобладают сжимающие напряжения, обусловленные непосредственным контактным воздействием инструмента. В центре заготовки, напротив, формируются растягивающие напряжения, что связано с отсутствием пластической компенсации в этих зонах. Такая конфигурация напряжений характерна для начальной стадии локализованного нагружения [70]. После

шести ударов (рис. 3.7 б) характер напряжённого состояния изменяется: по всей области контакта формируются сжимающие напряжения, распространяющиеся вглубь материала. Это свидетельствует о более равномерной передаче энергии и глубоком проникновении пластической деформации. Наличие объёмного сжатия положительно сказывается на предотвращении образования внутренних дефектов и пор. После двенадцати ударов (рис. 3.7 в) снова наблюдается определённый контраст напряжённого состояния: в поверхностных зонах сохраняются сжимающие напряжения, а в центральной части появляются растягивающие компоненты. Это может быть связано с перераспределением остаточных напряжений в материале и проявлением определённого эффекта релаксации, характерного для многоцикловых процессов деформации.



а



б

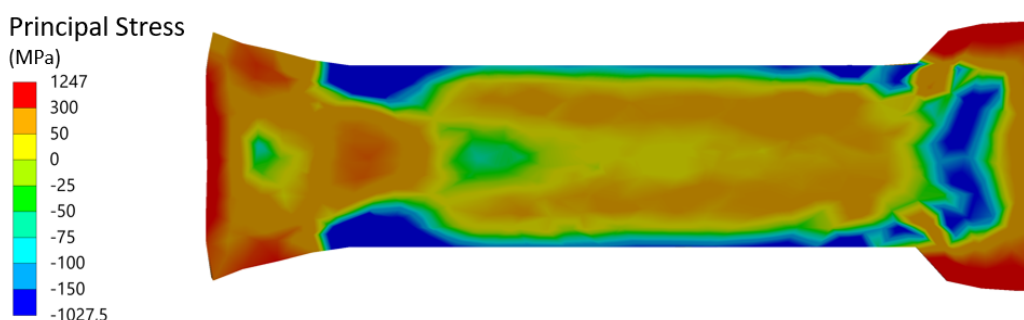


Рисунок 3.7 – Карта распределения главных напряжений по сечению прутка после ротационнойковки с количеством ударов: а - один, б - шесть, в – двенадцать

На рисунке 3.8 представлены карта ориентаций векторов главных напряжений. Наблюдается строгое ориентировка: максимальные главные напряжения (растягивающие) действуют перпендикулярно направлению нагрузки. В свою очередь как минимальные главные напряжения (сжимающие) действуют в направлении приложения нагрузки.

Такой характер распределение главных напряжений может привести к формированию мелкозернистой структуры на поверхности и более крупных, вытянутых зерен в центральной области [40, 45].

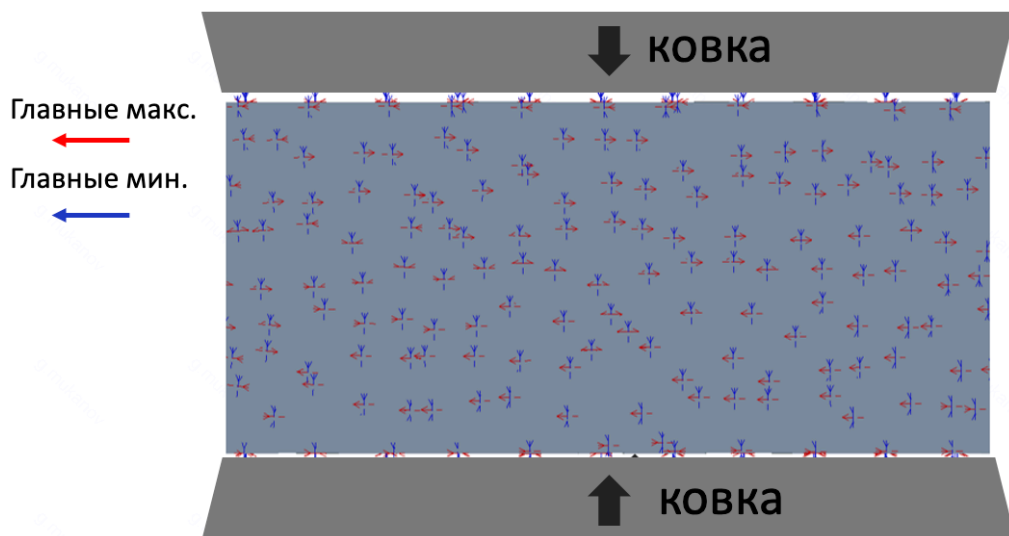


Рисунок 3.8 – Карта распределения ориентировки векторов главных напряжений по сечению прутка при ротационнойковке: красные стрелки – растягивающие напряжения, синие стрелки – сжимающие напряжения

По мере увеличения числа проходов происходит расширение и выравнивание зоны пластической деформации, что говорит о более полном

вовлечении материала в процессковки. Формируется устойчивое объемное напряжённое состояние, где основной вклад вносит сжатие, способствующее повышению плотности и структурной однородности.

Таким образом, результаты моделирования показывают, что к 12-му проходу ротационнойковки формируется однородное распределение деформации. При этом главные напряжения: на поверхности доминируют сжимающие, в центре растягивающие.

3.2 Текстурно-структурный и фазовый анализ деформируемого сплава

В соответствии с данными работ [60, 62, 63] и результатами моделирования, описанными выше, неоднородность распределения напряжений по сечению полуфабриката в ходе деформации приводит к появлению неоднородности структуры и текстуры. Формирование текстуры при деформации происходит из-за направленного изменения ориентации зерен, связанного со скольжением дислокаций. Этот процесс определяется фактором Шмида, который характеризует согласование систем скольжения с направлением приложенного главного напряжения. Фактор Шмида показывает, какие системы скольжения наиболее благоприятно ориентированы для активации под внешней нагрузкой, таким образом, определяя предпочтительные направления движения дислокаций в кристаллической решетке [132].

Для исследования особенностей формирования текстуры после РК была произведена серия съемок в продольном сечении прутков при разных увеличениях для двух характерных участков: в центральной части вблизи оси прутка (рисунок 3.9) и непосредственно в поверхностной зоне на глубине до 1 мм (рисунок 3.10).

При обработке данных EBSD оценка параметров микроструктуры (таблица 3.1) производилась отдельно для деформированных и рекристаллизованных зерен. Критериями отличия служили размер зерен, их вытянутость (отношение

минимального размера к максимальному) и плотность дислокаций, определенная по картам Кернела через разориентацию внутри зерна.

Анализ карт границ зерен, карт обратных полюсных фигур (IPF) и карт распределения ориентации зерен (GOS) (рис. 3.9 а-г и 3.10 а-г) показал, что в структуре имеются два типа областей:

1) отдельные крупные вытянутые вдоль направления деформации зерна с повышенной плотностью дефектов;

Детальный анализ ориентационных карт в вытянутых деформированных зернах (области 1, 3 на рисунке 3.9 в) подтверждает повышенную плотность дефектов и свидетельствует о формировании субзеренной структуры с малыми углами разориентаций (рисунок 3.9 д, и). При этом между отдельными фрагментами разориентация достигает 20° , что согласно литературным данным [44] характерно для сильно фрагментированных зерен в ОЦК-металлах. Анализ текстуры по данным ФРО (рисунок 3.9 е, к) показал, что данные зерна представлены ориентациями $\{001\}\langle 110 \rangle$ (область 3) и $\{331\}\langle 013 \rangle$ (область 1), которые в соответствии с данными [31] характерны для центральных слоев при листовой прокатке ОЦК-металлов. Данное наблюдение также объясняется растягивающими напряжениями в центральных слоях, направленными вдоль оси прутка, которые были рассчитаны при моделировании процесса РК.

2) Области с неоднородным распределением плотности дислокаций с высокоугловой внутренней разориентацией.

В этих областях соседствуют вытянутые зерна сравнительно меньших размеров, характеризующиеся большей плотностью дефектов, и мелкие, близкие к равноосным, зерна с низкой плотностью дислокаций. По-видимому, данные области характеризуются повышенной травимостью, которая отмечена на рисунке 3.16.

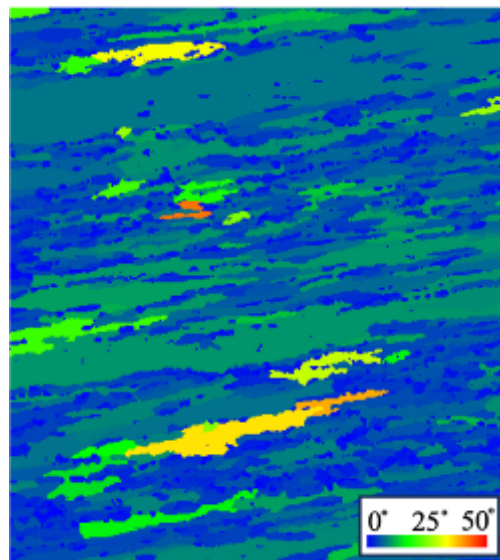
В соответствии с результатами работ [19,34,36,37,43] структура второго типа областей формируется либо в результате протекания процессов динамической рекристаллизации, либо в результате рекристаллизации при отжигах между проходами РК. В упомянутых работах также отмечается

неоднородность микроструктуры и кристаллографической текстуры по толщине полуфабрикатов.

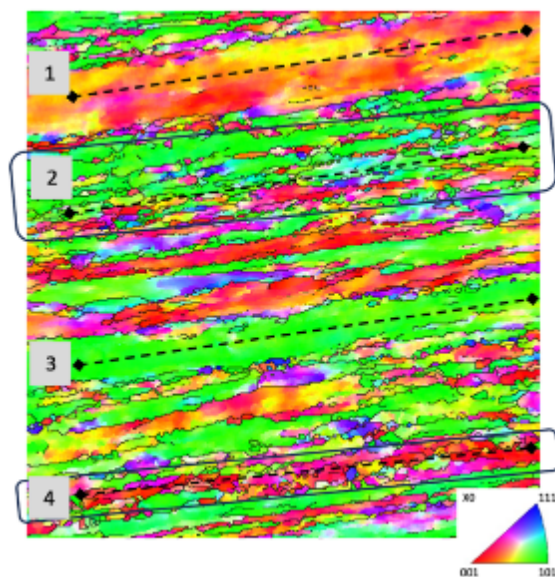
На ориентационных картах для второго типа областей (2 и 4 на рисунке 3.9 в) отмечается большое количество ориентаций зерен более мелких по сравнению с первым типом, но имеющих, как вытянутую, так и близкую к равноосной форму. Разориентация между этими фрагментами достигает значений углов в диапазоне $40-60^\circ$ (рисунок 3.9 ж, л), что соответствует высокоугловым границам (ВУГ). Текстура этих областей существенно отличается и характеризуется типичными ориентировками с максимумами на $\{111\}\langle 110 \rangle$ и $\{111\}\langle 011 \rangle$ (рисунок 3.9 з, м). Однако в данных областях, наряду со свободными от дислокаций, имеются отдельные вытянутые зерна с внутренней разориентацией до 20° , что подтверждается картами распределения ориентации зерен и свидетельствует о повышенной плотности дефектов внутри них.



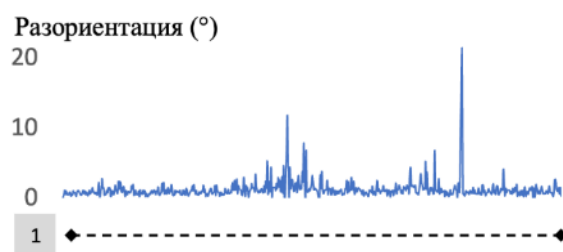
а



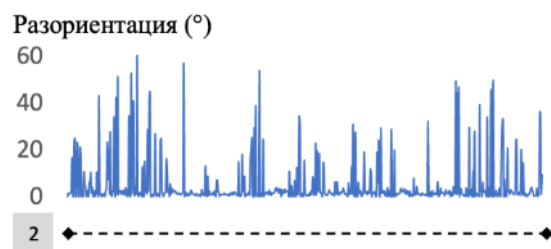
б



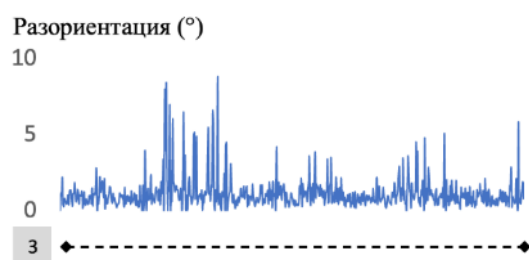
В



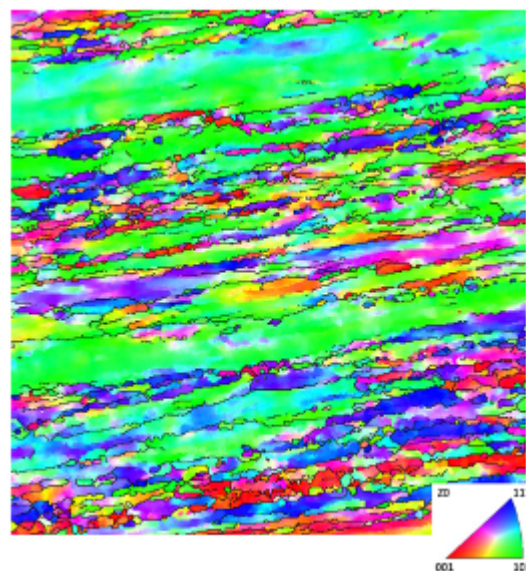
Д



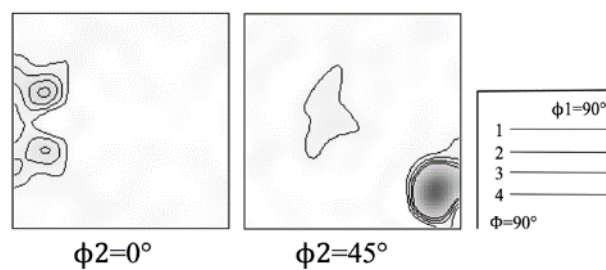
Ж



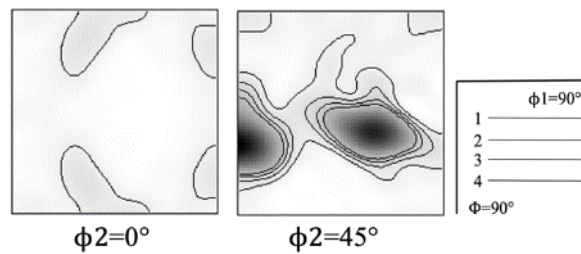
И



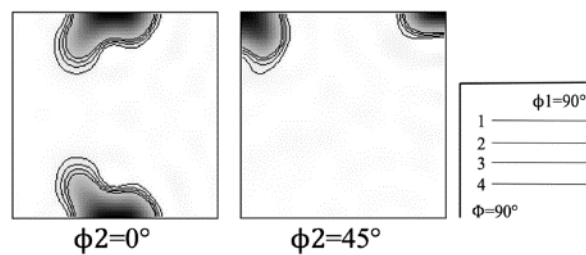
Г



е



З



К

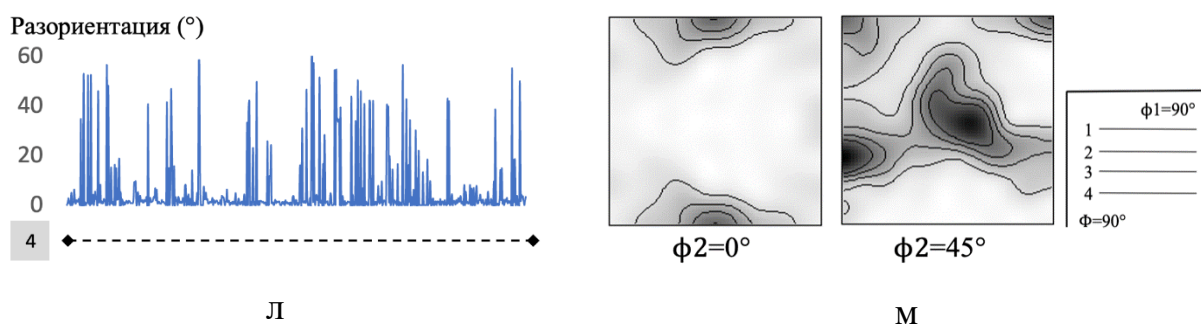
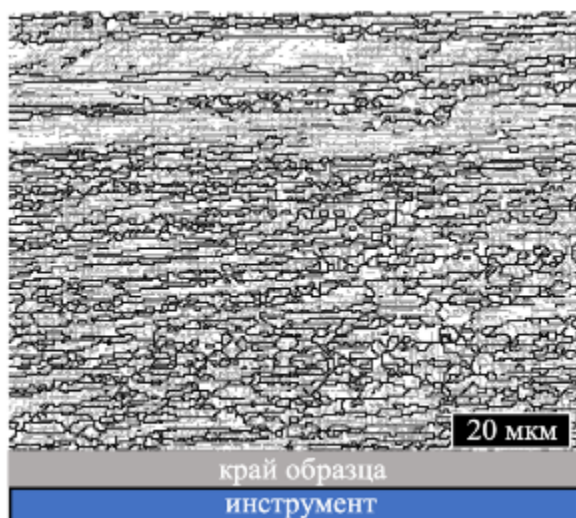


Рисунок 3.9 – Данные EBSD анализа для центральных слоев прутка Ti39Nb7Zr после ротационнойковки: а – границы зерен, б – карта распределения ориентации зерен, в, г – карты обратных полюсных фигур в направлении прокатки и тангенциальном направлении соответственно, д, ж, и, л – разориентация областей 1-4, е, з, к, м – ФРО областей 1-4

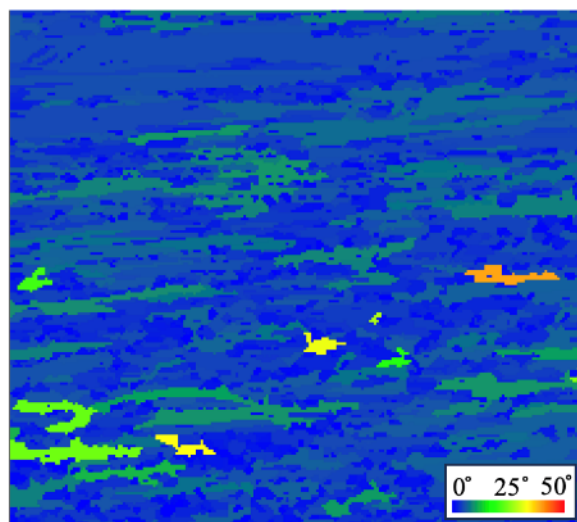
На картах границ зерен в поверхностном слое (рис. 3.10 а) отмечается меньшее количество вытянутых деформированных зерен и большее количество рекристаллизованных зерен. Более того, на картах распределения ориентации зерен (рисунок 3.10 б), в целом, отмечается меньшая разориентация внутри зерен и соответственно плотность дефектов, что так же свидетельствует о более полном протекании процессов возврата и рекристаллизации в этих областях. Это в свою очередь также подтверждается результатами моделирования, которое показало, высокие значения деформации на поверхности и высокую интенсивность сжимающих напряжений, что способствует накоплению дислокаций и создает благоприятные условия для активизации процессов динамической рекристаллизации.

Ориентации зерен поверхностного слоя существенно отличается от центрального. Отмечаются 3 основных ориентации деформированных зерен: $\{110\}\langle 013 \rangle$ ориентировка, отклоненная на угол 10° вдоль оси $\langle 001 \rangle$ от ориентации Госса, $\{113\}\langle 110 \rangle$ и $\{113\}\langle 031 \rangle$ (рисунок 3.10 е, з, к, м). На ФРО рекристаллизованных зерен наблюдаются все 3 ориентации, но с некоторым отклонением и рассеянием от исходных. Кроме того, отмечается перетекание одной ориентации в другую (рисунок 3.10 м).

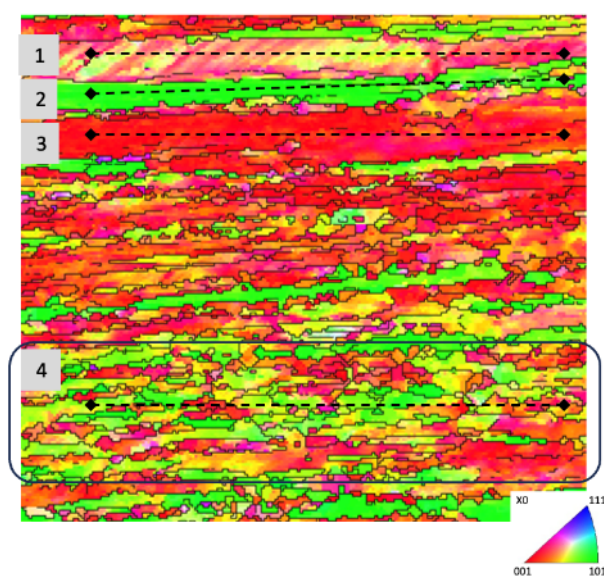
Разориентация внутри вытянутых, деформированных зерен отличается для различных ориентаций, но в целом не превышает 25° (рисунок 3.10 д, ж, и). Разориентация между рекристаллизованными зернами изменяется в диапазоне $40-60^\circ$ (рисунок 3.10 л).



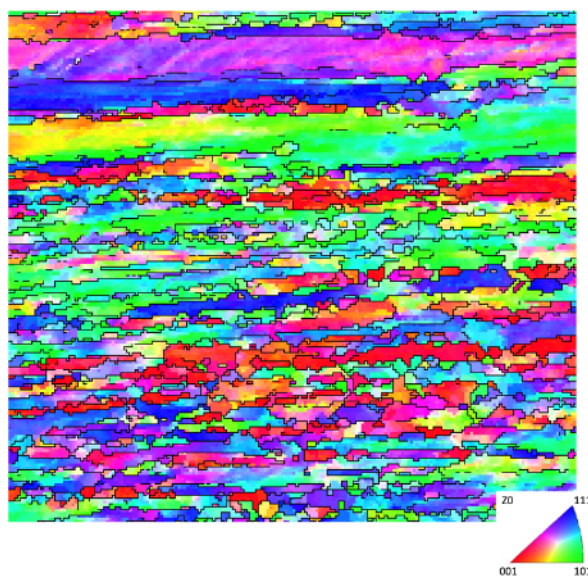
а



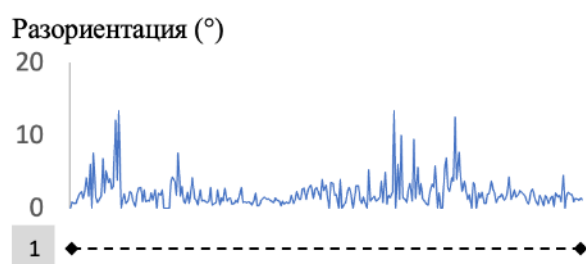
б



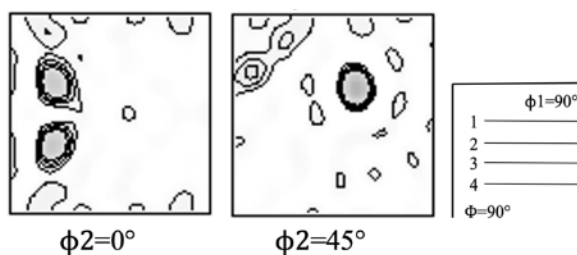
в



г



д



е

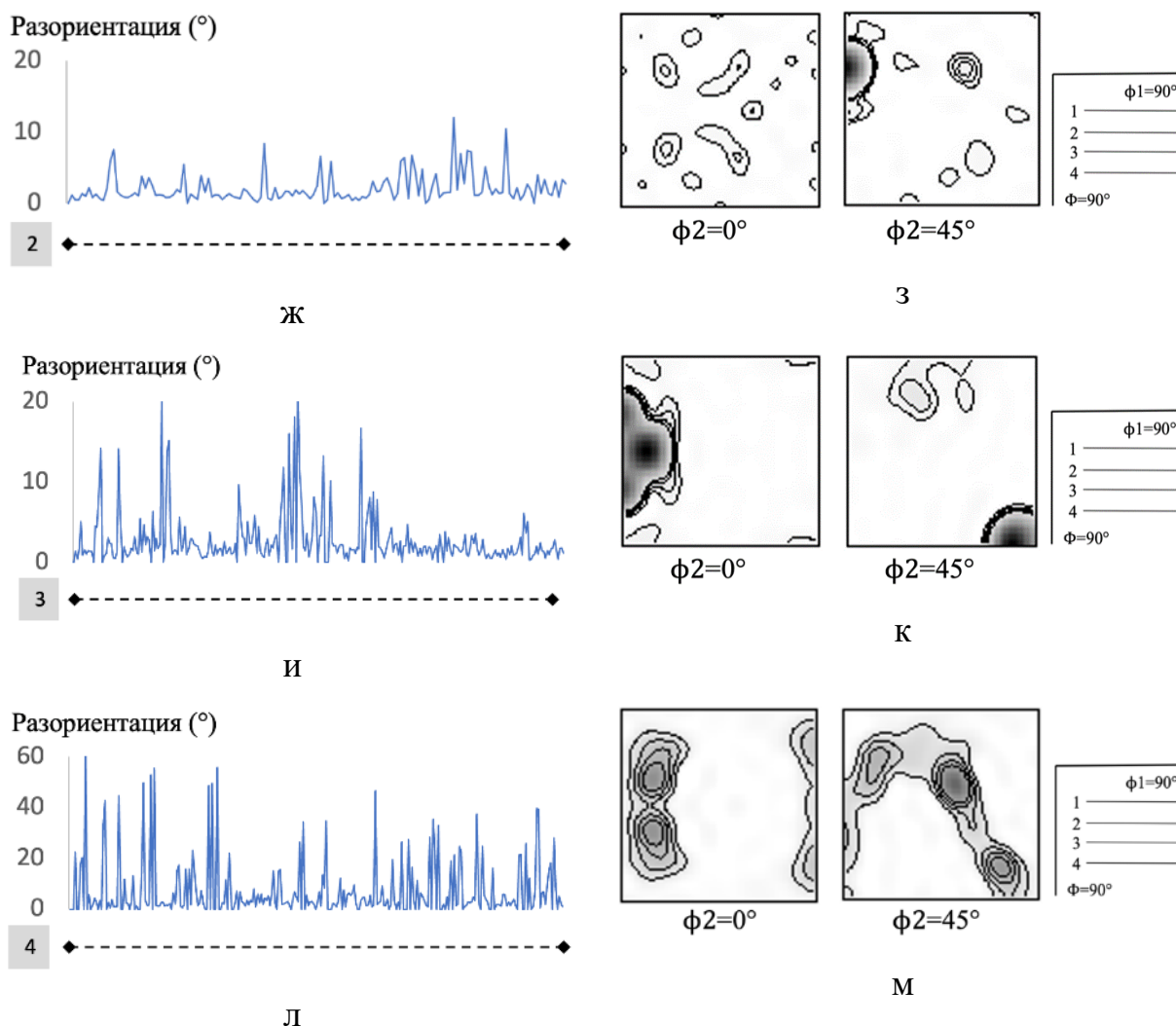


Рисунок 3.10 – Данные ориентационного анализа (EBSD) для подповерхностных слоев прутка Ti39Nb7Zr после РК: а – границы зерен; б – карта распределения ориентации зерен; в, г – карты ориентаций зерен в расцветке ОПФ в НП и ТН, соответственно; д, ж, и, л – разориентация вдоль областей 1-4 на «в»; е, з, к, м – ФРО для областей 1-4 на «в»

По литературным данным при деформации прутков из ОЦК материалов с ярко выраженной осью удлинения, как например, при прокатке формируется аксиальная текстура $\langle 110 \rangle$. При изучении локальной текстуры прутковых полуфабрикатов в продольном сечении отмечается, что аксиальная текстура может рассматриваться как сложная, состоящая из нескольких компонент ограниченная [40]. Кроме того, отмечается возможность поворота компонент текстуры в результате неоднородности напряженно-деформированного

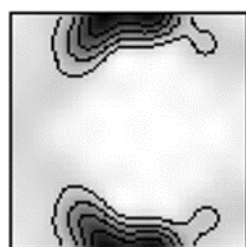
состояния по сечению прутка и появления текстуры сдвига в приповерхностных слоях [31,40].

Интегральный анализ ориентаций деформированных зерен в центральных областях (рисунок 3.11 а, б) демонстрирует картину схожую с текстурой листовых полуфабрикатов сплавов с ОЦК решеткой, состоящую из $\{001\}\langle 110\rangle$ и $\{331\}\langle 013\rangle$, $\{111\}\langle 011\rangle$ и $\{332\}\langle 110\rangle$ (таблица 3.1).

Для рекристаллизованных зерен (рисунок 3.11 в, г) в целом характерна аналогичная текстура, однако отмечается существенное снижение интенсивности компонент деформации $\{100\}\langle 110\rangle$ и $\{331\}\langle 013\rangle$ при сохранении интенсивности компонент $\{332\}\langle 110\rangle$ и $\{111\}\langle 011\rangle$. Можно предположить, что рекристаллизация приводит к формированию компонент текстуры так называемого γ -волокна, что подтверждается данными [46].

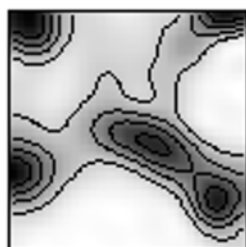
Таблица 3.1 Текстурные компоненты характерные для центральных и приповерхностных областей прутка из Ti-39Nb-7Zr после РК.

Стандартные ориентации		Центр	Поверхность
Деформации	$\{001\}\langle 110\rangle$	$\{001\}\langle 110\rangle$	-
Деформации	$\{332\}\langle 113\rangle$	$\{331\}\langle 013\rangle$	-
Деформации	$\{110\}\langle 001\rangle$	-	$\{110\}\langle 113\rangle$
Рекристаллизации	$\{111\}\langle 110\rangle$	$\{332\}\langle 110\rangle$	$\{113\}\langle 110\rangle$
Рекристаллизации	$\{111\}\langle 011\rangle$	$\{111\}\langle 011\rangle$	$\{113\}\langle 031\rangle$



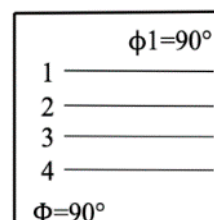
$\phi_2 = 0^\circ$

а



$\phi_2 = 45^\circ$

б



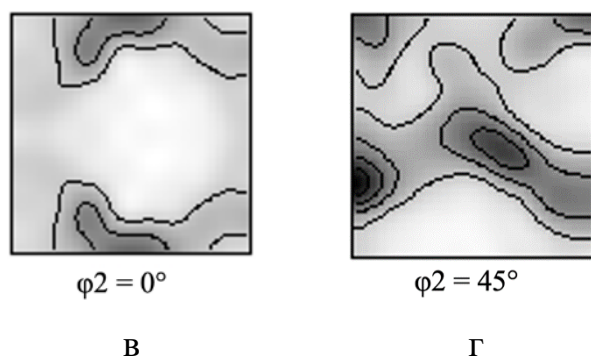


Рисунок 3.11 – Сечения ФРО $\phi_2=0^\circ$ (а, в) и $\phi_2=45^\circ$ (б, г), полученные с центральной области для (а, б) деформированных и (в, г) рекристаллизованных зерен сплава $\text{Ti}_{39}\text{Nb}_{7}\text{Zr}$ после РК

В соответствии с теорией ориентированного зарождения [32,45,47] в ОЦК металлах ориентация рекристаллизованных зерен будет характеризоваться поворотом на определенный угол вокруг оси $\langle 110 \rangle$ исходного деформированного зерна. При рекристаллизации ориентации деформационного куба заменяются близкими к $\{111\}\langle 112 \rangle$ и $\{111\}\langle 110 \rangle$.

Для деформированных зерен из поверхностных слоев (рисунок 3.12) характерен ярко выраженный максимум $\{110\}\langle 113 \rangle$ на сечении $\phi_2=45^\circ$ ФРО, повернутый на $10-15^\circ$ от компоненты Госсса вокруг оси $\langle 110 \rangle$ и два слабых максимума $\{113\}\langle 110 \rangle$ и $\{113\}\langle 031 \rangle$. На $\phi_2=0^\circ$ сечении ФРО наблюдается повышенная плотность ориентаций, отклоненных на $10-15^\circ$ от оси $\langle 100 \rangle$ и равномерно рассеянных относительно плоскости $\{110\}$ на $\pm 30^\circ$ вплоть до плоскостей типа $\{013\}$. Для рекристаллизованной структуры отмечается ослабление интенсивности компонент $\{113\}\langle 110 \rangle$, $\{113\}\langle 031 \rangle$. Ранее было показано, что при рекристаллизации локальная текстура усиливается, в случае если зарождение новых зерен происходит по механизму «выбрасывания языка», т. е. когда одни ориентации исчезают за счет соседних [48,49]. Рекристаллизация зерен с ориентацией $\{110\}\langle 113 \rangle$, происходит за счет образования роста зерен с осью $\langle 110 \rangle$ параллельной радиальному направлению кованного прутка.

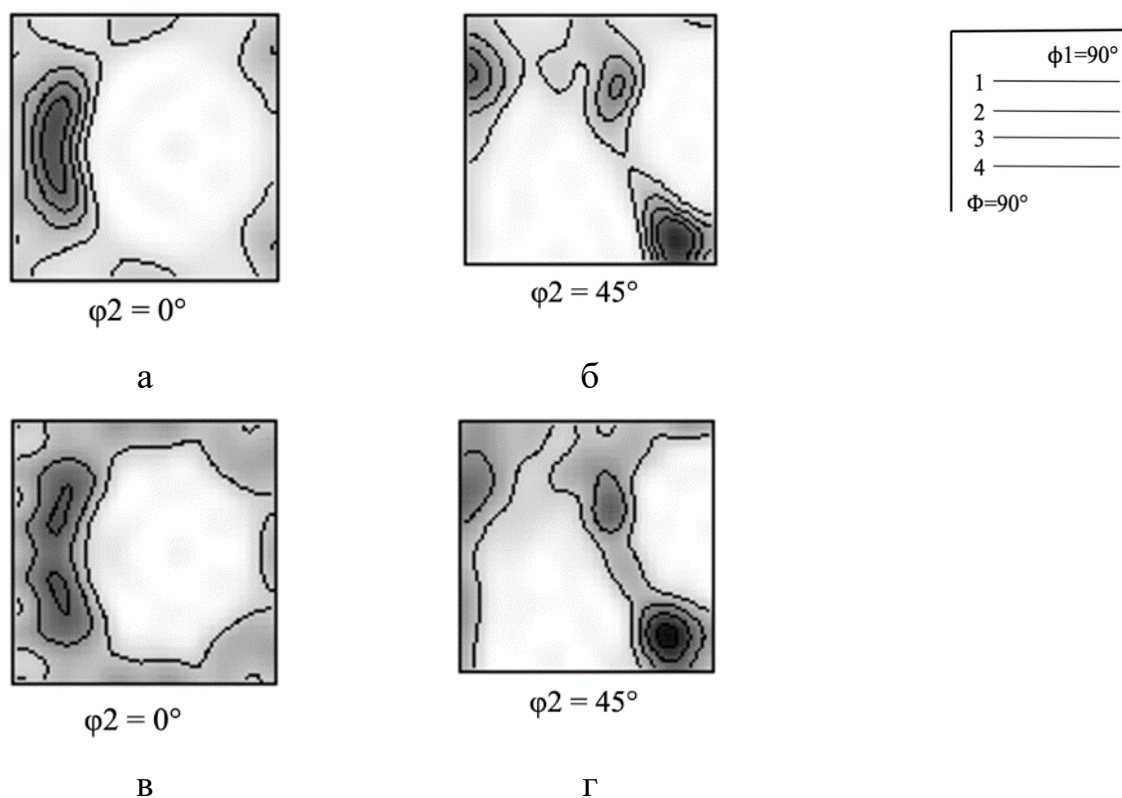


Рисунок 3.12 – Сечения ФРО $\phi_2=0^\circ$ (а, в) и $\phi_2=45^\circ$ (б, г), полученные с приповерхностной области для: а, б - деформированных, в, г - рекристаллизованных зерен сплава Ti39Nb7Zr после РК

Таким образом, текстура поверхностных слоев оказывается связана поворотом на угол близкий к 90° вокруг ТН с ориентациями центральных слоев. Изменения ориентаций от центра к поверхности можно объяснить доминированием деформации сдвига при начальных и промежуточных проходах в приповерхностных слоях. Поворот на 90° между деформационными и сдвиговыми компонентами текстуры в системах скольжения ОЦК решетки показан в [31].

Как показывают результаты статистической обработки данных EBSD (таблица 3.2), доля рекристаллизованных зерен и углы разориентации кристаллитов увеличиваются к поверхности, а размер и плотность дислокаций как деформированных, так рекристаллизованных зерен уменьшается. Данные структурные изменения свидетельствуют о более полном протекании процессов

возврата и рекристаллизации в приповерхностных слоях, что, по-видимому, связано их дополнительным разогревом при контакте с инструментом и более высокой интенсивности пластических деформаций на начальных этапах обработки, что было показано по результатам моделирования.

Таблица 3.2. Оценка параметров микроструктуры сплава Ti39Nb7Zr после РК на основании данных EBSD анализа.

Параметр микроструктуры	Деформированные		Рекристаллизованные	
	центр	поверхность	центр	поверхность
Доля зерен	0.37	0.32	0.63	0.68
Вытянутость зерен	4.3±2.7	4.1±2.9	2.2±0.9	2.1±0.9
Плотность дислокаций, $10^{14} \text{ [m}^{-2}\text{]}$	11.4±4.6	5.8±2.7	9.2±4.7	4.6±2.7
Угол разориентации кристаллитов, [°]	7.6±1.3	11.1±1.4	11.1±1. 6	14.1±1.7
Медиана фактора Тейлора (в тангенциальном направлении Z)	3.1±0.4	3.1±0.4	3.1±0.4	3.1±0.4

Для анализа влияния текстуры на изменение механических свойств по сечению прутка был рассчитан фактор Тейлора центральных и приповерхностных областей в тангенциальном направлении (Z). На рисунке 3.13 максимумам на распределении фактора Тейлора соответствуют преимущественные ориентации, отмеченные при анализе ФРО. Несмотря на совпадения профиля распределения и отличия в интенсивности некоторых пиков, медианное значение фактора Тейлора (таблица 2) составляет около 3 и практически не отличается для центральных и приповерхностных участков прутка.

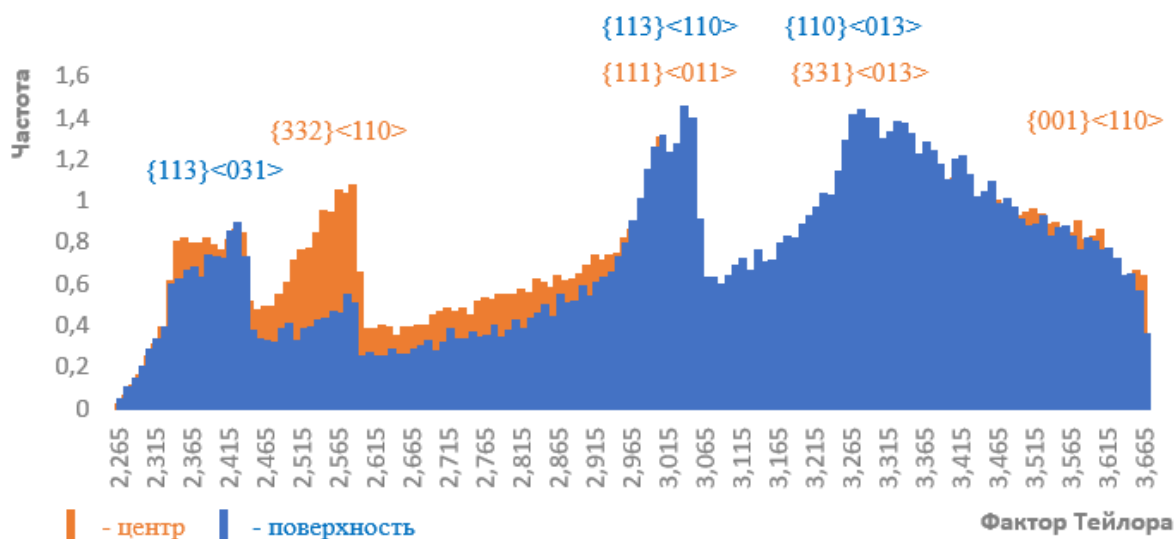


Рисунок 3.13 – Частотное распределение фактора Тейлора для центральных и приповерхностных областей прутка из сплава Ti39Nb7Zr после РК

Таким образом, несмотря на существенное отличие в текстуре центральных и приповерхностных объемов, влияние текстуры на механические свойства в тангенциальном направлении незначительно.

Изучение особенностей текстурного состояния, а также причин его формирования, например, влияние напряженно-деформированного состояния, позволяет целенаправленно регулировать и механические свойства материала по сечению заготовок для различных применений.

Как следует из анализа литературы, одним из важных параметров, влияющих на формирование УМЗ-структуры при деформации в титановых сплавах, является исходное структурно-фазовое состояние.

Анализ фазового состава исходного сплава Ti-39Nb-7Zr методом рентгеноструктурного анализа показал, что после охлаждения на воздухе из области β -фазы при температурах горячей прокатки в материале сохраняется однофазное β -состояние (рис. 3.14). Дифрактограмма содержит только дифракционные максимумы, соответствующие β -твердому раствору с объемно-центрированной кубической решеткой. В поперечном сечении прутка наблюдается значительное преобладание интенсивности пика (110) над другими отражениями β -фазы, что свидетельствует о формировании $\langle 110 \rangle$ -текстуры

вдоль оси прокатки. Подобная текстура характерна для материалов с ОЦК решеткой, подвергнутых деформации [41].

Расчет параметра решетки β -фазы по данным РСА дал значение 0,3296 нм, что существенно выше экстраполированного значения для чистого титана (0,3282 нм [42]). Данное увеличение обусловлено замещением атомов титана атомами легирующих элементов – ниобия и циркония, которые имеют больший атомный радиус (142,9 пм – Nb, 155,36 пм – Zr) по сравнению с атомом титана в ОЦК решетке (142,11 пм) [43].

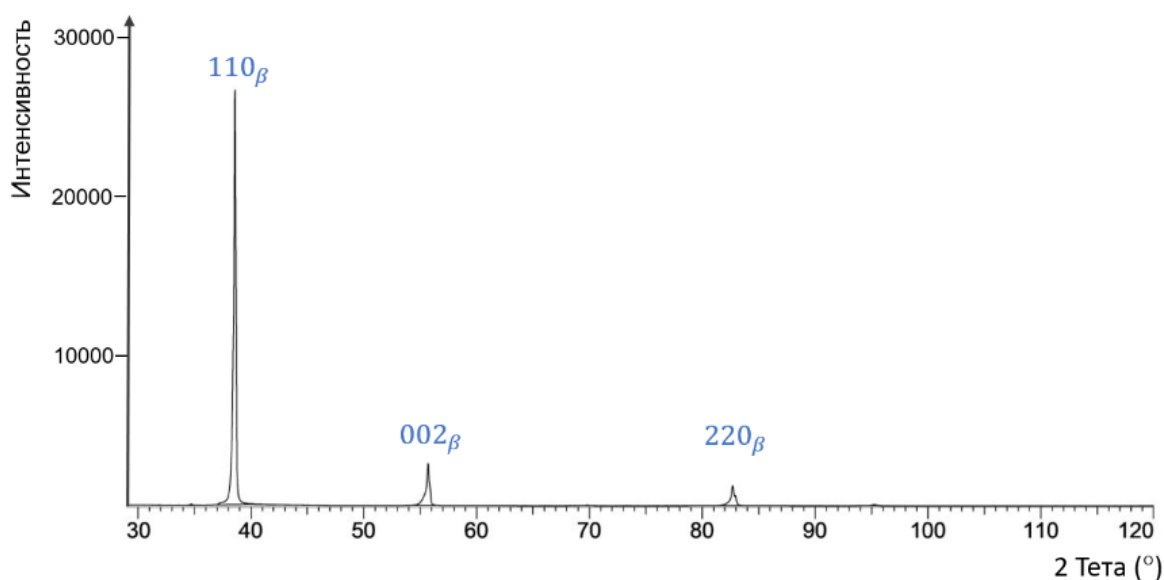


Рисунок 3.14 – Дифракционная картина, полученная из поперечного сечения, горячекатаного прутка Ti39Nb7Zr

Микроструктура сплава Ti-39Nb-7Zr после горячей прокатки, исследованная методом растровой электронной микроскопии, представлена на рисунке 3.15. Анализ показал, что крупные β -зерна, сохранившиеся после горячей прокатки, имеют нерегулярную, преимущественно вытянутую форму. Внутри зерен наблюдаются полосы скольжения, свидетельствующие о развитии пластической деформации.

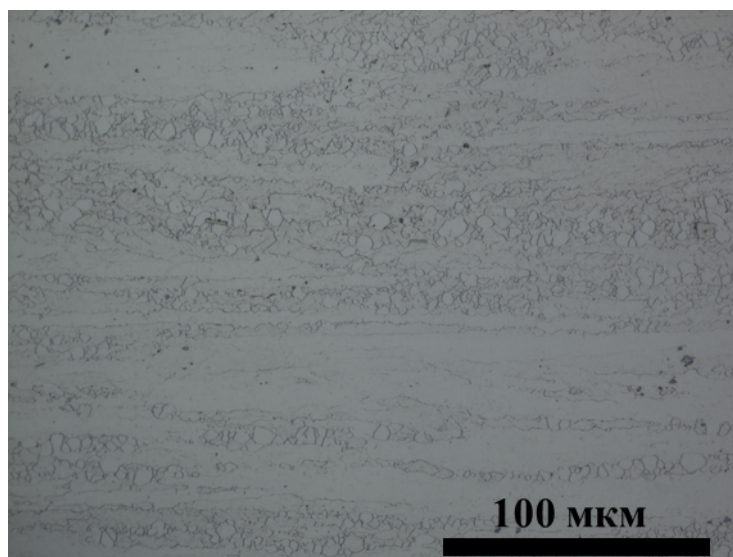


Рисунок 3.15 – Микроструктура горячекатаного прутка $\text{Ti}_{39}\text{Nb}_{7}\text{Zr}$, полученная из поперечного сечения

Значительная часть β -зерен сильно фрагментирована, что объясняется развитием процессов динамической полигонизации и рекристаллизации во время горячей деформации. Частично полигонизированная/рекристаллизованная структура типична для полуфабрикатов, полученных при горячей деформации в однофазной области [44]. Средний размер β -зерен составляет 5–10 мкм.

Анализ микроструктуры сплава Ti-39Nb-7Zr после ротационнойковки методом РЭМ выявил значительные изменения морфологии β -зерен и их внутренней структуры (рис. 3.16).

На малых увеличениях (рис. 3.16 а) наблюдается характерное для процессов горячей деформации вытягивание β -зерен вдоль оси прутка с одновременным их сплющиванием в поперечном направлении. Размеры зерен в поперечном сечении варьируются от 0,2 до 5 мкм, что значительно меньше по сравнению с горячекатаным состоянием (5–10 мкм).

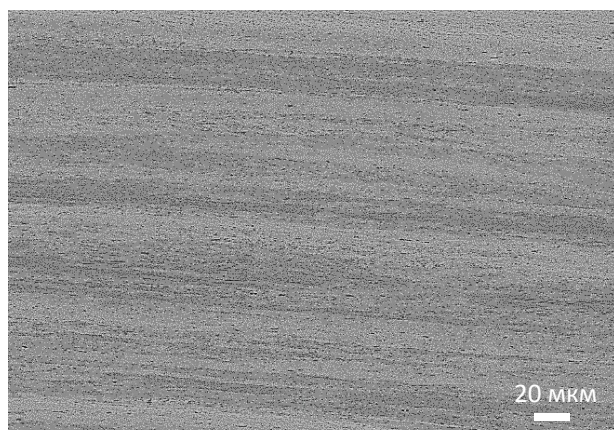
При больших увеличениях (рис. 3.16 б, в) внутри β -зерен фиксируются следующие особенности:

- внутри зерен четко видны линейные полосы скольжения, ориентированные преимущественно под углом 45° к направлению деформации. Эти полосы являются прямым доказательством активного дислокационного скольжения и накопления деформации в материале.

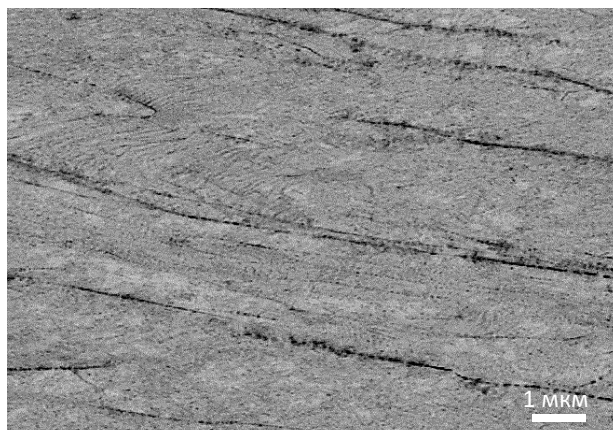
- внутри β -зерен формируются тонкие субграницы с углами разориентации менее 5° . Ширина субзерен составляет 0,2–0,5 мкм, что указывает на развитие процессов фрагментации исходной структуры.

- в зонах максимальной деформации наблюдаются изолированные участки динамической рекристаллизации, представленные ультрамелкими зернами размером 200–500 нм. Эти области характеризуются более однородным контрастом и четкими границами.

Особого внимания заслуживают неоднородный «пятнистый» контраст внутри зерен и наличие границ типа «ожерелья» (рис. 3.16 б). Эти особенности могут быть связаны с присутствием дисперсных выделений второй фазы, что требует дополнительного анализа методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). В отдельных зернах отмечается повышенная травимость, по-видимому, связанная с повышенным количеством дефектов (рис. 3.16 г).



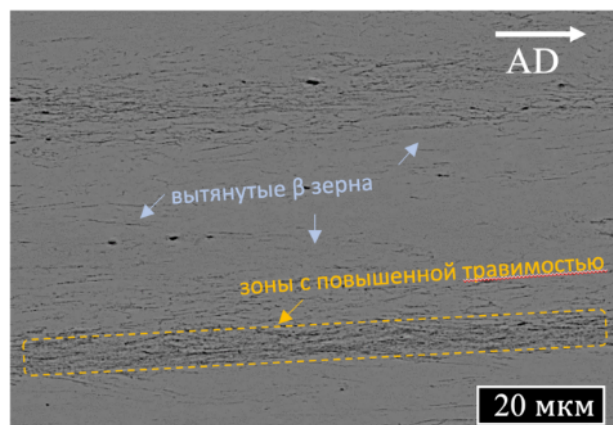
а



б



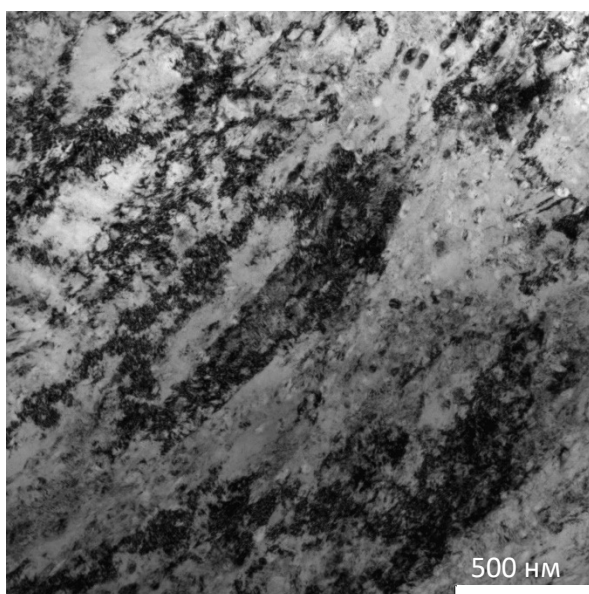
В



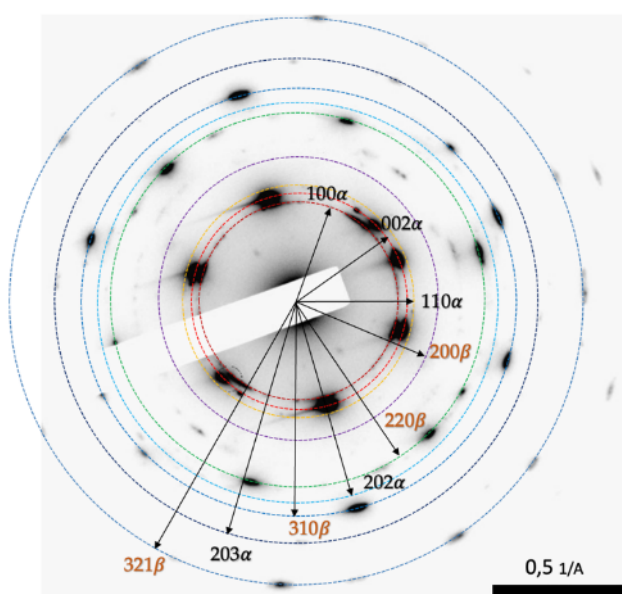
Г

Рисунок 3.16 – РЭМ изображения микроструктуры после РК

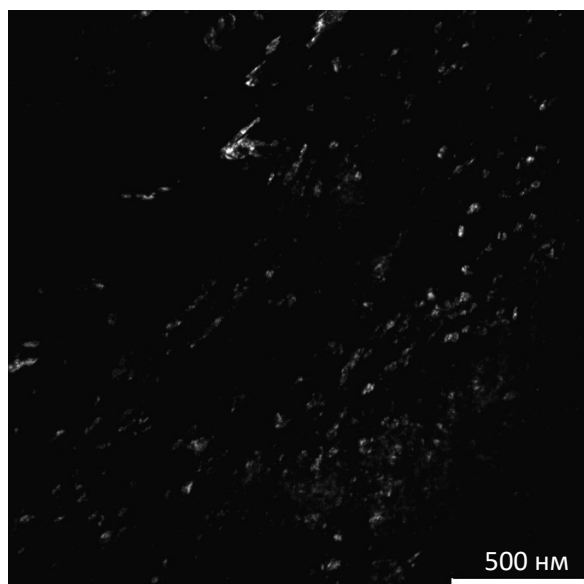
Для более детального анализа микроструктуры и фазового состава сплава после ротационнойковки был проведен анализ методом ПЭМ (рис. 3.17). Расшифровка электронограмм представлена в таблице 3.



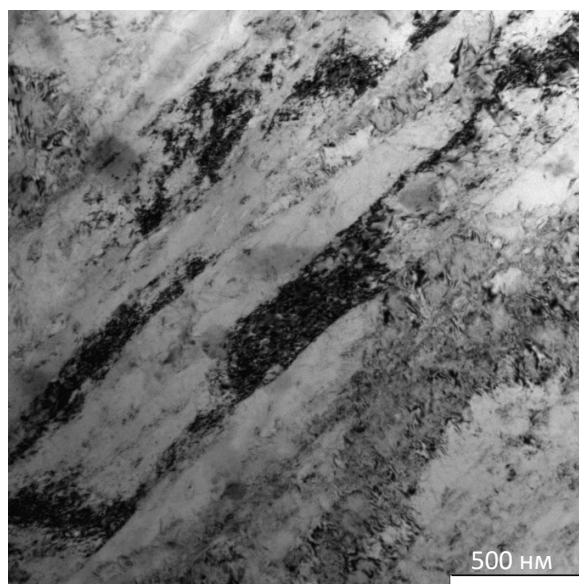
а



б



а



б

Рисунок 3.17 – ПЭМ изображения после РК: а, б - светлопольные, в – электроннограмма; г – темнопольное изображение

Таблица 3.3. Расшифровка электроннограммы

Фаза	d_{exp}	h	k	l	$d_{\text{ref}}[132]$	$d_{\text{comp}} [132]$
α	2,564	1	0	0	2,558	-
α	2,353	0	0	2	2,341	-
α	2,247	1	1	0	2,244	-
β	1,667	2	0	0	-	1,648
β	1,177	2	2	0	-	1,165
α	1,124	2	0	2	1,119	-
β	1,053	3	1	0	-	1,042
α	0,991	2	0	3	0,987	-
β	0,885	3	2	1	-	0,881

Анализ данных ПЭМ выявил повышенную плотность дислокаций внутри вытянутых β -зерен, образовавшихся в процессе ротационнойковки. Дислокации формируют как отдельные скопления, так и несовершенную субструктуру (рис. 3.17 а, б). На границах зерен и внутри их объема наблюдаются наноразмерные (10–30 нм) выделения второй фазы, преимущественно ориентированные вдоль направления вытягивания зерен. Эти выделения образовались либо при предварительном нагреве, либо в процессе промежуточного нагрева, поскольку вторая фаза отсутствовала в исходном горячедеформированном состоянии. Расчеты электронограмм показали, что выделения состоят из α -фазы с ГПУ

решеткой. Формирование α -фазы при распаде метастабильного β -твердого раствора при 450°C ранее наблюдалось в работе [46] для биосовместимого β -сплава Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr.

Повышение плотности дислокаций в структуре подтверждается дифракционным контрастом. В областях фольги, находящихся в отражающем положении, большое количество дислокаций создает характерное потемнение в структуре. Из-за перекрытия упругих полей вокруг отдельных дислокаций невозможно четко разрешить их. Вывод о повышении плотности дислокаций после ротационнойковки сделан также на основе сравнения данных РФА, РЭМ, ПЭМ до и после ротационнойковки. Реальную дислокационную структуру позволяет выявить именно ПЭМ. Расчет по методу Вильямсона-Холла [10] показал, что плотность дислокаций в горячекатаном состоянии составляет $\approx 10^9$ 1/см², а после ротационнойковки возрастает до $\approx 1,6 \times 10^{10}$ 1/см², то есть увеличивается примерно в 16 раз.

Повышенная плотность дислокаций и наноразмерные α -частицы в β -матрице послековки приводят к изменениям в дифрактограмме (рис. 3.18) и должны влиять на модуль упругости и микротвердость. На дифрактограмме появляются пики α -фазы, а пики β -твердого раствора становятся шире из-за упругих искажений, вызванных увеличением плотности дислокаций. Расчет параметров решеток α - и β -фаз дал следующие значения: $a(\alpha)=0,29532$ нм, $c(\alpha)=0,46982$ нм, $c/a=1,5909$, $a(\beta)=0,3292$ нм. Полученные значения параметра решетки β -фазы после ротационнойковки сопоставимы с данными для горячекатаного состояния (0,3296 нм). Параметры α -фазы выше, чем для чистого титана ($a(\alpha)=0,29503$ нм, $c(\alpha)=0,46831$ нм, $c/a=1,5873$ [48]), что типично для титановых сплавов, легированных Zr [49], учитывая, что Nb в пределах растворимости в α -фазе практически не влияет на ее параметры решетки [50]. Приближенное соотношение между β -(97%) и α -фазами (3%) после ротационнойковки было рассчитано методом Ритвельда по данным РФА.

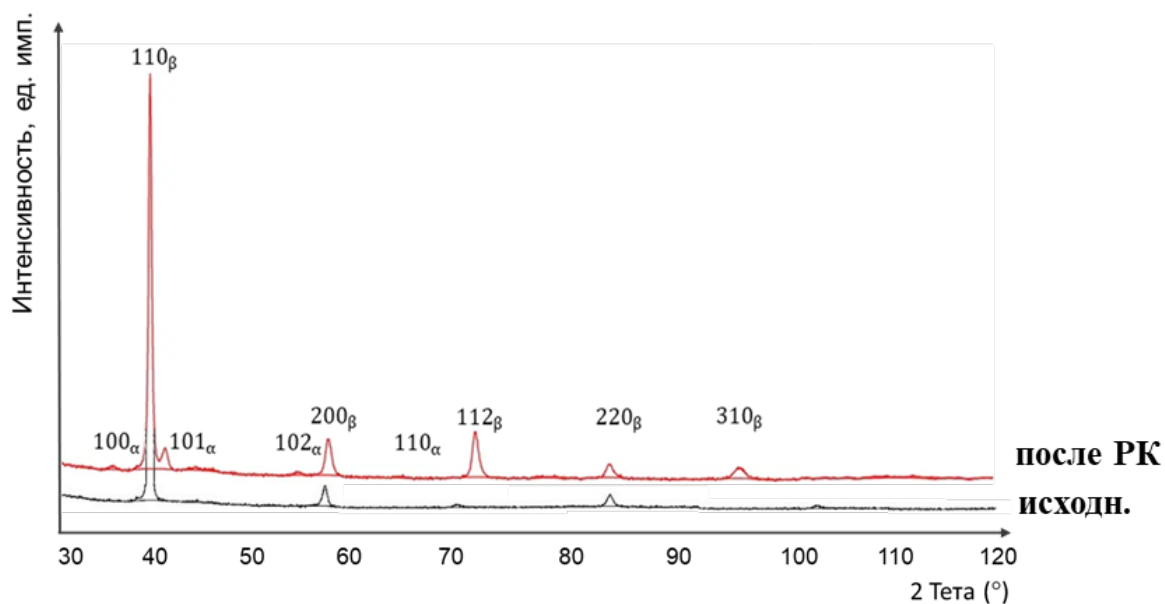


Рисунок 3.18 – Дифрактограмма сплава после РК (красным)

Исходя из вышесказанного, после РК формируется УМЗ-структура с размерами зерен от 0,2 до 1 мкм. Увеличивается плотность дислокаций и дефекты кристаллической решетки. Помимо этого, образуется α -фаза с ГПУ решеткой при распаде β -твердого раствора. Эти факторы напрямую влияют на механические свойства сплава. В следующем параграфе рассмотрено изменение свойств, вызванное структурно-фазовыми изменениями.

3.3 Механические и физические свойства сплава после формирования УМЗ-структуры ротационной ковкой

По результатам испытаний на растяжение в горячекатаном состоянии сплав Ti-39Nb-7Zr характеризуется отличной пластичностью, достигающей почти 25%. Однако предел прочности, полученный из кривой напряжения от деформации, не превышает 560 МПа (рис. 3.19).

После ротационнойковки у сплава Ti-39Nb-7Zr наблюдается значительное упрочнение. Предел текучести повышается до 785 МПа, а предел прочности достигает 830 МПа. Пластичность сплава снижается, но остается в диапазоне высоких значений для титановых сплавов, используемых в медицине и относительное удлинение составляет 15%.

Существуют как минимум две причины, почему удлинение после ротационнойковки меньше, чем после горячей прокатки. Во-первых, из-за более низкой температуры деформации (450°C) при ротационнойковке по сравнению с горячей прокаткой в β -области при температуре выше 600°C . Поэтому процессы динамического восстановления и рекристаллизации в горячекатаном сплаве развиты сильнее, что приводит к меньшей плотности дислокаций по сравнению с ротационнойковкой. Во-вторых, в сплаве после ротационнойковки присутствуют выделения наноразмерной α -фазы, которых нет в горячекатаном состоянии с однофазной β -структурой. Влияние этих частиц дополнительно затрудняет процесс скольжения дислокаций при пластической деформации, что вместе с более высокой плотностью дислокаций способствует снижению удлинения.

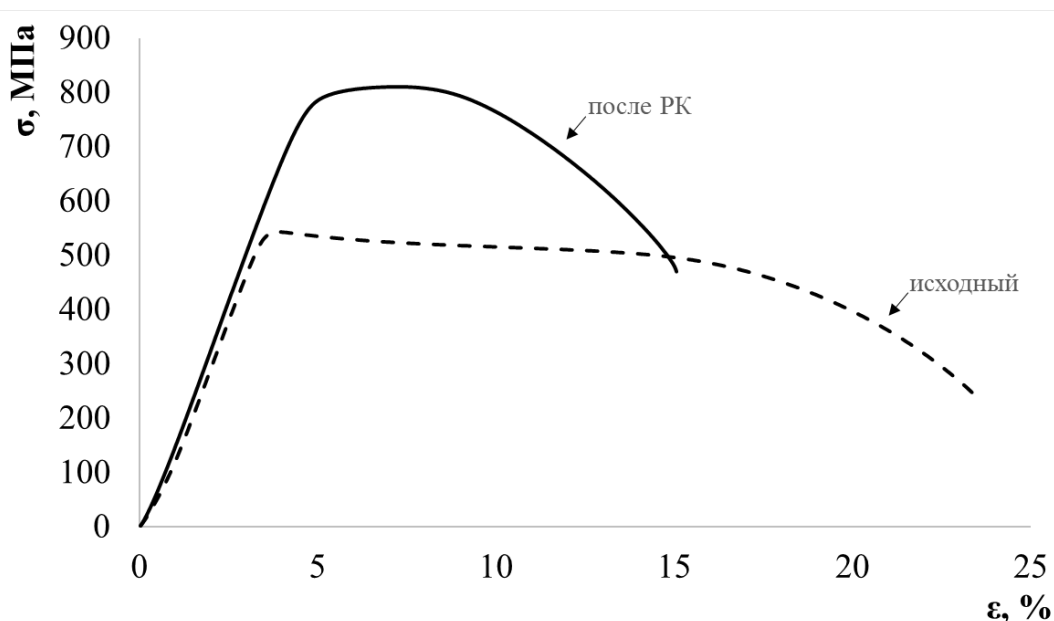


Рисунок 3.19 – Кривые напряжения-деформация в исходном состоянии и после РК

В обоих состояниях кривые напряжение-деформация показывают низкое упрочнение на стадии равномерной деформации, что характерно для β -титановых сплавов.

По результатам микроиндентирования установлено, что в горячекатаном состоянии сплава микротвердость составляет 215 HV. После РК наблюдается

рост микротвердости на 60%. При этом наблюдается изменение микротвердости по продольному сечению (рисунок 3.20) от центра (280 HV) к поверхности (340 HV).

Несмотря на существенное отличие текстуры в центральных и поверхностных слоях, рост значений твердости приповерхностных слоев в первую очередь связан с измельчением структуры в результате протекания процесса динамической рекристаллизации. В свою очередь динамическая рекристаллизация имеет активное протекание на поверхности в связи с наиболее высокой интенсивностью пластической деформации, которая наблюдается по результатам моделирования. Такое различие микроструктуры и твердости имеет практическое значение в связи с тем, что поверхностные слои занимают значительную часть объема материала и во многом определяют такие характеристики как износостойкость и долговечность [40].

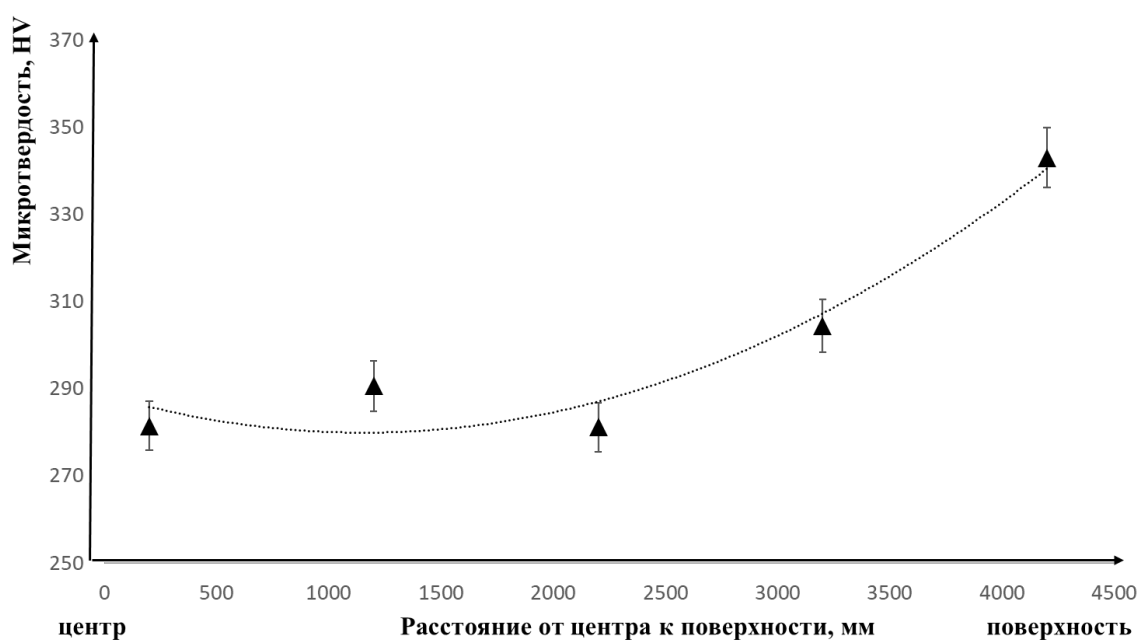


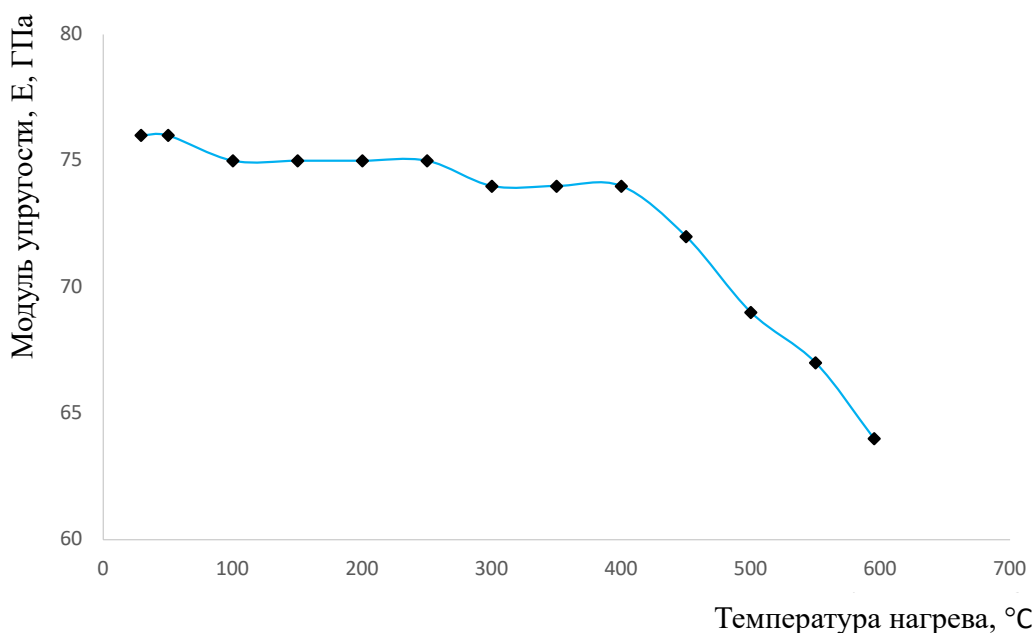
Рисунок 3.20 – Изменение микротвердости вдоль продольного сечения прутка из сплава Ti-39Nb-7Zr после РК

Дополнительно установлено, что при многопроходной ротационной ковке значения модуля упругости по толщине образца остаются практически постоянными. В частности, измерения в центральной и приповерхностной зонах прутка продемонстрировали, что модуль упругости варьируется в пределах 72 ± 3

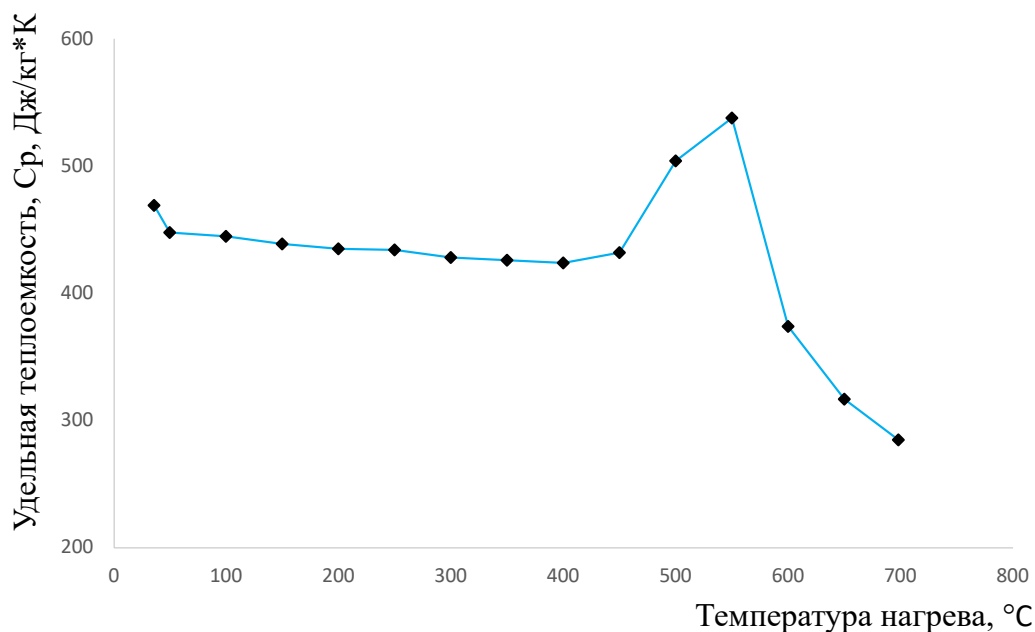
ГПа. Это может быть связано с тем, что модуль упругости β -титановых сплавов преимущественно определяется фазовым составом [61], а влияние размера зерна на него менее значительно.

Полученные свойства сплава после ротационнойковки находятся в пределах характерного диапазона механических свойств медицинского ($\alpha+\beta$)-сплава Ti-6Al-4V Eli в отожженном состоянии [51]. Однако Ti-39Nb-7Zr не содержит химических элементов с ограниченной биосовместимостью и характеризуется модулем упругости, в 1,5 раза меньшим, чем у Ti-6Al-4V Eli.

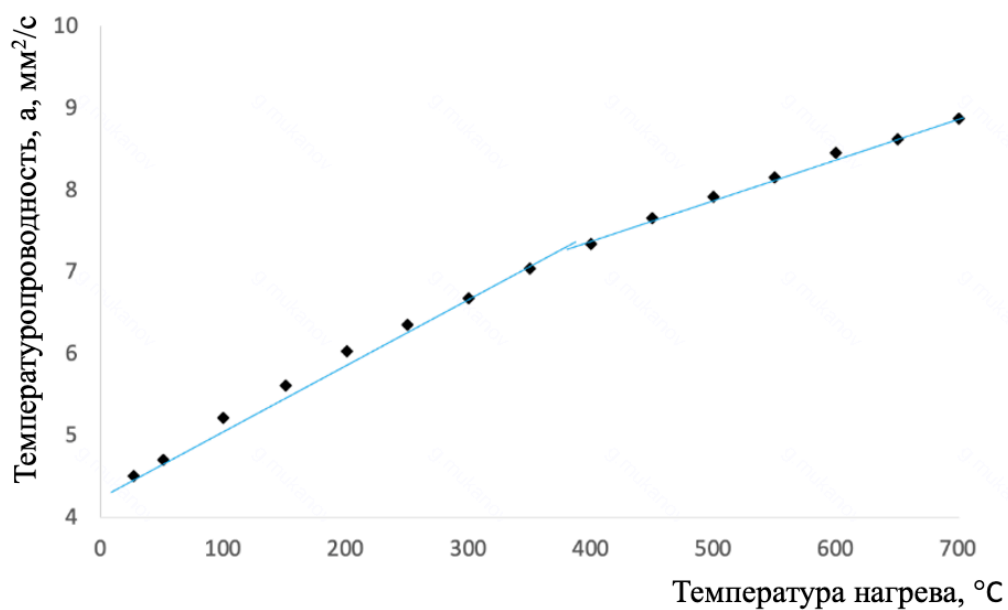
Результаты оценки термической стабильности Ti-39Nb-7Zr после ротационнойковки при нагреве до температур 600–700°C, совмещенные с определением термофизических свойств (удельная теплоемкость, динамический модуль упругости, температуропроводность), представлены на рисунке 3.21.



а



б



в

Рисунок 3.21 – Зависимости динамического модуля упругости (а), удельной теплоёмкости (б) и температуропроводности (в) от температуры нагрева сплава Ti–39Nb–7Zr после РК

Анализ данных ДТА и ДМА показал, что нагрев до температур 400–450°C вызывает незначительные изменения в температурных зависимостях: увеличение модуля упругости на 2 ГПа и снижение удельной теплоемкости на 30 Дж/кг·К. При более высоких температурах нагрева наблюдается падение

модуля упругости на 10 ГПа в диапазоне 450–600°C, а также появление пика на кривой удельной теплоемкости в том же температурном интервале. Это связано с обратным фазовым превращением $\alpha+\beta\rightarrow\beta$. Таким образом, растворение α -фазы, обладающей более высоким модулем упругости, в β -твердом растворе при температурах нагрева выше 400–450°C приводит к резкому снижению модуля упругости в этом диапазоне. Формирование α -фазы во время ротационнойковки, которая имеет более высокий модуль упругости, чем β -твердый раствор, способствует увеличению значений модуля упругости до 72 ± 3 ГПа по сравнению с исходным горячекатаным состоянием (70 ГПа).

Характерной особенностью является увеличение температуропроводности с ростом температуры нагрева. Подобное изменение температуропроводности в зависимости от температуры наблюдалось в биосовместимом β -сплаве Ti-45Nb с ультрамелкозернистой структурой в работе [52]. В данном исследовании скорость роста, то есть угол наклона кривой температуропроводности в зависимости от температуры, снижается выше 450°C. Предполагается, что этот эффект связан с реализацией обратного фазового превращения $\alpha+\beta\rightarrow\beta$. Растворение α -фазы в β -твердом растворе во время превращения должно приводить к уменьшению концентрации легирующих элементов (Nb и Zr) в β -фазе, которые обладают более высокой температуропроводностью, чем титан [53].

Полученные теплофизические свойства показали, что сплав сохраняет хорошую термическую стабильность после ротационнойковки до температур нагрева 400–450°C, выше которых он теряет стабильность из-за развития полиморфного фазового превращения $\alpha+\beta\rightarrow\beta$.

Выводы по главе 3

1. Конечно-элементное моделирование процесса РК горячекатаных прутков сплава Ti-39Nb-7Zr показало, что увеличение числа ударов при ковке с 1 до 12 способствует равномерному распределению пластической деформации по

всему сечению получаемой заготовки с УМЗ-структурой. При этом главные напряжения на поверхности прутка преимущественно сжимающие, в центре – растягивающие. Текстурный анализ позволил установить, что в центральных областях заготовок наблюдаются деформированные зерна с ориентациями $\{100\}$ $\langle 110 \rangle$ и $\{331\}$ $\langle 013 \rangle$, а также рекристаллизованные зерна с ориентациями $\{332\}$ $\langle 110 \rangle$ и $\{111\}$ $\langle 011 \rangle$, что в целом согласуется с установленным при моделировании характером распределения главных напряжений.

2. Структурно-фазовый анализ деформированного сплава выявил, что после РК за 12 проходов в нагретой до 450 °С заготовке длиной более 0,5 м формируется УМЗ-структура, состоящая из волокнистой структуры β -фазы с повышенной плотностью дислокаций и размером зерен от 200 до 1000 нм и дисперсными выделениями α -фазы средним размером 10...30 нм.

3. Определено, что сплав Ti-39Nb-7Zr после РК имеет уровень прочности на 60% выше горячекатаного состояния и характеризуется сбалансированным комплексом физико- механических свойств - $\sigma_{0,2} \geq 785$ МПа, $\sigma_B \geq 830$ МПа, $\delta = 11\%$; $\psi = 65\%$; $E = 72 \pm 3$ ГПа.

4. Анализ теплофизических свойств показал, что сплав сохраняет хорошую термическую стабильность после ротационнойковки до температур нагрева 400–450°С, выше которых он теряет стабильность из-за развития полиморфного фазового превращения $\alpha + \beta \rightarrow \beta$.

ГЛАВА 4 КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ СПЛАВА Ti39Nb7Zr

4.1 Исследование распределения напряжений и деформаций в прутках методом конечно-элементного моделирования

В рамках данной главы выполнено численное моделирование процесса равноканального углового прессования заготовки из сплава Ti-39Nb-7Zr, помещённой в оболочку из технически чистого железа (Армко-железо), с использованием программного комплекса ANSYS Workbench.

Цель моделирования, по аналогии с главой 3, оценка напряжённо-деформированного состояния заготовки в оболочке в процессе РКУП.

Геометрия модели разрабатывалась с учётом фактических размеров экспериментальных образцов. Диаметр заготовки составлял 11,5 мм, длина — 80 мм. Наружный диаметр оболочки — 19,8 мм, длина — 95 мм (с учётом сварной крышки). Каналы пресс-матрицы имели пересекающуюся геометрию с углом $\varphi = 110^\circ$ и углом сопряжения $\psi = 25^\circ$, соответствующими типовой схеме РКУП. Схематическое изображение геометрии модели представлено на рисунке 4.1.

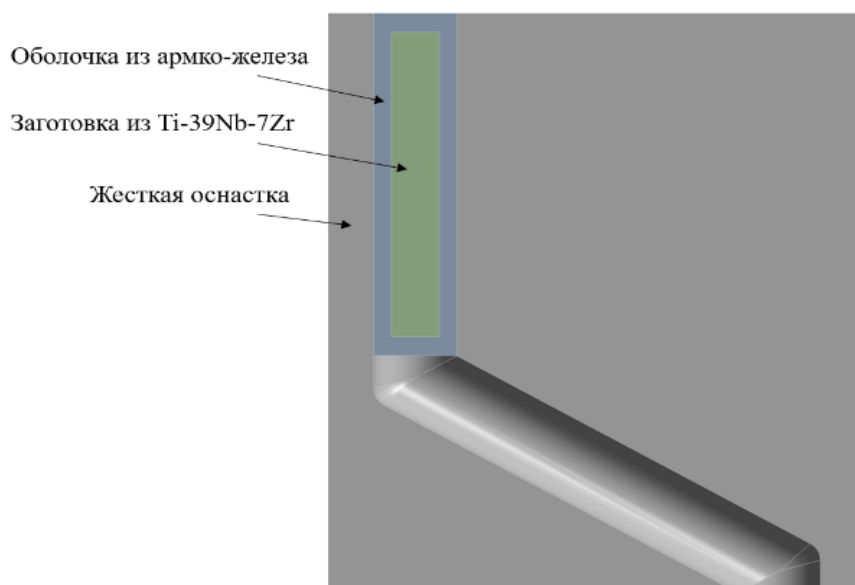


Рисунок 4.1 – КЭ модель РКУП (продольное сечение)

В модели учитывались температурные условия деформирования и соответствующие механические свойства сплава Ti-39Nb-7Zr. Температура, при которой проводилось равноканальное угловое прессование, составляла 450 °С.

Для адекватного отражения теплового режима деформации использовали экспериментальные данные по теплофизическим свойствам сплава, включая удельную теплоёмкость, температуропроводность, полученных в главе 3.

На основании проведённых испытаний было установлено, что при температуре 400–450 °С снижение модуля упругости составляет не более 2 ГПа, в связи с чем для расчётов был принят усреднённый модуль упругости, равный 70 ГПа.

Разбиение тел на конечные элементы осуществлялось с использованием генератора сетки Ansys Meshing, применяя элементы типа SOLID186 — трехмерные 20-узловые элементы с возможностью учета больших деформаций. Для достижения необходимого баланса между точностью и вычислительной нагрузкой был проведён анализ сходимости по размеру сетки: постепенно уменьшался размер ячеек до момента, когда изменение ключевых параметров (напряжений, деформаций, температуры) становилось незначительным (менее 2%).

В наибольшей степени уточнение сетки производилось в области пересечения каналов, где наблюдаются экстремальные градиенты напряжений и деформаций, в то время как в периферийных участках допускался более крупный размер элементов. Минимальный размер элемента в зоне контакта составлял 0,3 мм, а средний размер по модели — около 1,2 мм. Общее количество элементов составило около 150 000 – 200 000, в зависимости от стадии деформации.

Процесс РКУП наиболее нестационарный процесс, в рамках которого возникают потребность использовать расчетные модули явной динамики, более сложные модели сходимости и более точные сеточные элементы. Для расчётов использовался модуль Transient Structural и Explicit Dynamics, что позволило учитывать высокие скорости деформации и нелинейный контакт между заготовкой и канальной матрицей. В качестве схемы интегрирования во времени

применялась явная схема с центральной разностью, обеспечивающая устойчивость при малых временных шагах. Для минимизации затрат времени расчёта и обеспечения стабильности использовался адаптивный шаг интегрирования, автоматически выбираемый решателем на основании оценки критического временного шага.

Контактные взаимодействия между поверхностями модели задавались с использованием плоской контактной модели с учетом трения (Surface-to-Surface), где коэффициент трения, соответствующий графитовой смазке, составлял $\mu = 0,1$. Контакт задавался как асимметричный с возможностью проскальзывания и передачи давления.

Сходимость моделирования обеспечивалась за счёт:

- проведения сеточной независимости, в ходе которого уточнение сетки переставало существенно влиять на результаты;

- мониторинга параметров общей энергии системы, где суммарная энергия оставалась практически постоянной, что свидетельствовало об отсутствии численной неустойчивости;

- контроля временного шага и энергии искажения сетки, значение которой не превышало 3% от общей энергии, что допустимо при моделировании пластической деформации.

В результате численного моделирования процесса равноканального углового прессования заготовки из сплава Ti-39Nb-7Zr в оболочке из технического чистого железа были получены поля напряжений, деформаций в течение каждого прохода прессования. Представленные на рисунках 4.2, 4.3 распределения позволяют проанализировать формирование напряженно-деформированного состояния материала, а также подтвердить эффективность применения оболочки при реализации схемы В с поворотом заготовки на 90° между проходами.

На рисунке 4.2 представлено распределение эквивалентной пластической деформации в заготовке из сплава Ti-39Nb-7Zr после каждого из четырёх последовательных проходов равноканального углового прессования. Цветовая

шкала отражает величину пластической деформации (в мм/мм), где красный цвет соответствует максимальному значению (до ~ 0.66 мм/мм), а синий — минимальному (близкому к нулю).

После первого прохода наблюдается выраженная локализация пластической деформации в области изгиба, вблизи зоны пересечения каналов. Максимальные значения пластической деформации сосредоточены в верхней части сечения, что связано с начальным эффектом сдвига и неравномерностью нагрузки при первом прохождении. Области, удалённые от зоны деформации, сохраняют низкий уровень накопленной деформации, что подтверждается синими и голубыми зонами.

На втором этапе деформация становится более равномерно распределённой вдоль оси заготовки. Благодаря повороту заготовки происходит перераспределение зон максимальной нагрузки. На рисунке 4.2 видно, что высокие значения пластической деформации появляются в ранее менее нагруженных областях, а общий уровень накопленной деформации возрастает. Формируется более объемное вовлечение материала в процесс интенсивной пластической деформации.

После третьего прохода наблюдается дальнейшее нарастание эквивалентной деформации и выравнивание её распределения. Появляются дополнительные зоны пластического сдвига, особенно в центральной и боковых частях заготовки. Является очевидным прогрессирующее разрушение первоначальной неоднородности распределения деформаций. Доминирующими становятся зелёные и жёлтые оттенки на цветовой шкале, свидетельствующие о достигнутой высокой степени деформации по всему объёму.

К четвёртому циклу увеличивается интенсивность степень неравномерности пластической деформации. Изолированные зоны с повышенной или пониженной деформацией сохраняются в основном в центре и на концах заготовки, что может быть связано с фрикционным взаимодействием заготовки с матрицей в области пересечения каналов.

Результаты моделирования подтверждают эффективность применённой схемы РКУП с 4 проходами для достижения высокой степени пластической деформации при сохранении целостности заготовки.

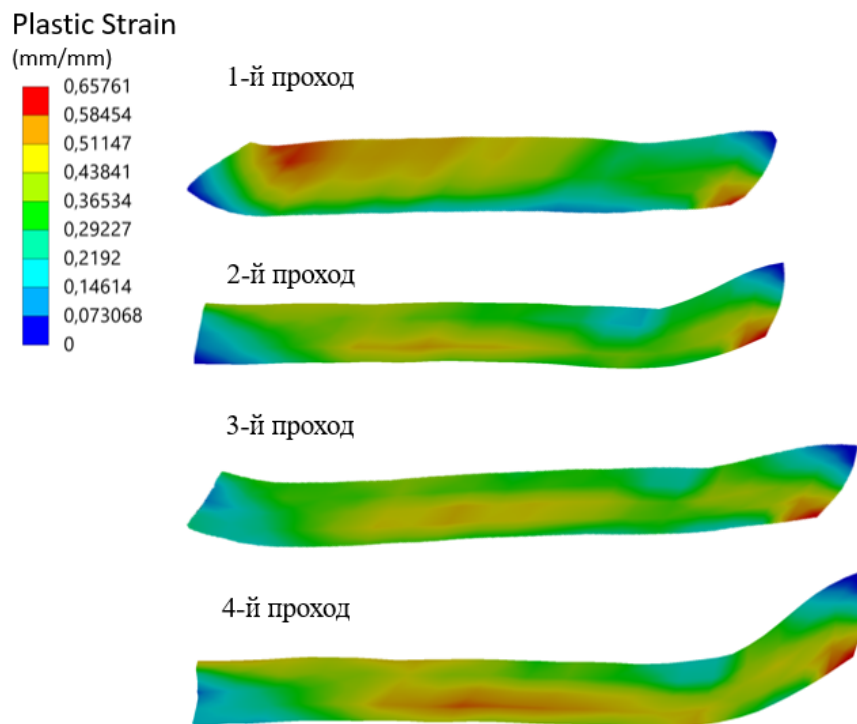


Рисунок 4.2 – Карта распределения пластической деформации по сечению прутка после 4-х проходов РКУП

На рисунке 4.3 представлено распределение касательных напряжений, так как в процессе РКУП первоочередно возникает сдвиговой механизм. Цветовая шкала отображает значения напряжений в диапазоне от 0 (глубокий синий) до 500 МПа (ярко-красный).

На первом проходе наблюдается неравномерное распределение касательных напряжений по объему образца. Наибольшие значения напряжений концентрируются в зоне контакта с внутренней поверхностью канала матрицы, где происходит интенсивное смещение материала. Это связано с первичным входом заготовки в область пересечения каналов, где формируется зона активного сдвига. Максимальные значения напряжений достигают порядка 400–

450 МПа, что указывает на наличие значительной пластической деформации в локальных участках.

Во втором проходе касательные напряжения демонстрируют тенденцию к перераспределению по объему заготовки. Зона повышенных напряжений смещается ближе к выходному каналу, что может быть связано с изменением траектории движения материала в результате повторного прохождения через область пересечения каналов. Наблюдается рост области пластической деформации, при этом значения напряжений в наиболее нагруженных зонах достигают сопоставимых с первым проходом величин, но проявляется большая протяжённость этих участков. Это свидетельствует об увеличении вовлеченного в деформацию объема материала.

Третий проход сопровождается дальнейшим увеличением зоны действия касательных напряжений и расширением области активного сдвига. Хотя распределение напряжений становится более равномерным, максимальные значения начинают возрастать по сравнению с предыдущими проходами, особенно в зонах взаимодействия образца с матрицей. Это связано с накоплением пластической деформации и усилением сопротивления сдвигу со стороны материала, а также с более выраженным эффектом контакта между образцом и пересечением каналов. Область локальных максимумов напряжений смещается ближе к зоне выхода, что указывает на повышенную активность процессов течения в данной области.

На четвёртом проходе фиксируется дальнейший рост касательных напряжений, которые достигают максимальных значений, близких к 500 МПа. Это свидетельствует об усилении сопротивления деформации в результате упрочнения материала, а также о возрастающем влиянии геометрических факторов – в частности, конфигурации пересечения каналов матрицы. Взаимодействие заготовки с острыми углами пересечения приводит к концентрированию деформационных процессов вблизи контактных зон, что сопровождается значительным увеличением напряжённого состояния.

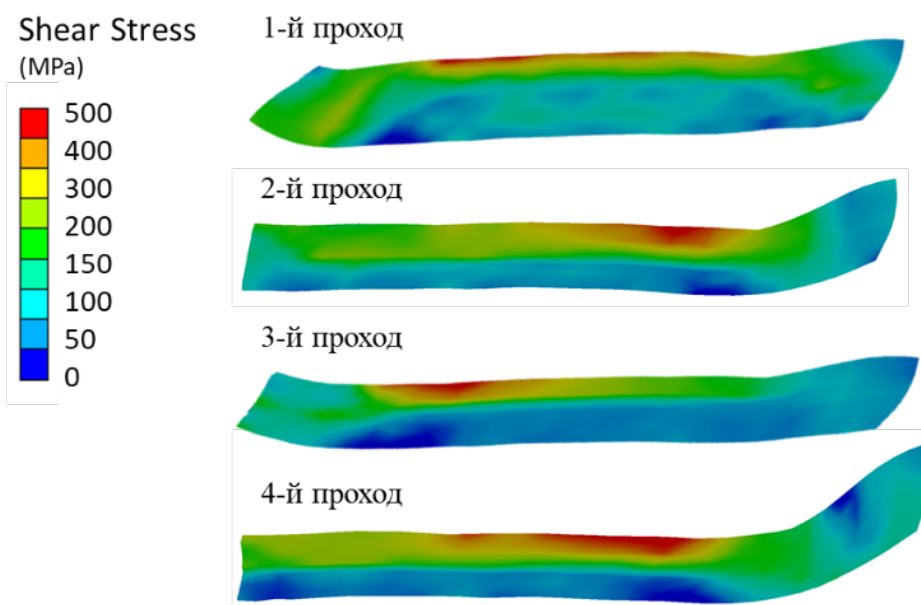


Рисунок 4.3 – Карта распределения главных напряжений по сечению прутка после четырех проходов РКУП

Максимальные значения касательных напряжений, определяемые по результатам численного моделирования, достигают порядка 500 МПа. Наиболее высокая концентрация этих напряжений наблюдается в области пересечения входного и выходного каналов матрицы, то есть в той зоне, где реализуются наиболее интенсивные деформационные взаимодействия между заготовкой и внутренними поверхностями инструмента. Геометрия пересечения каналов при угле $\varphi = 110^\circ$ способствует возникновению сложного напряжённо-деформированного состояния с выраженным преобладанием касательной компоненты напряжений.

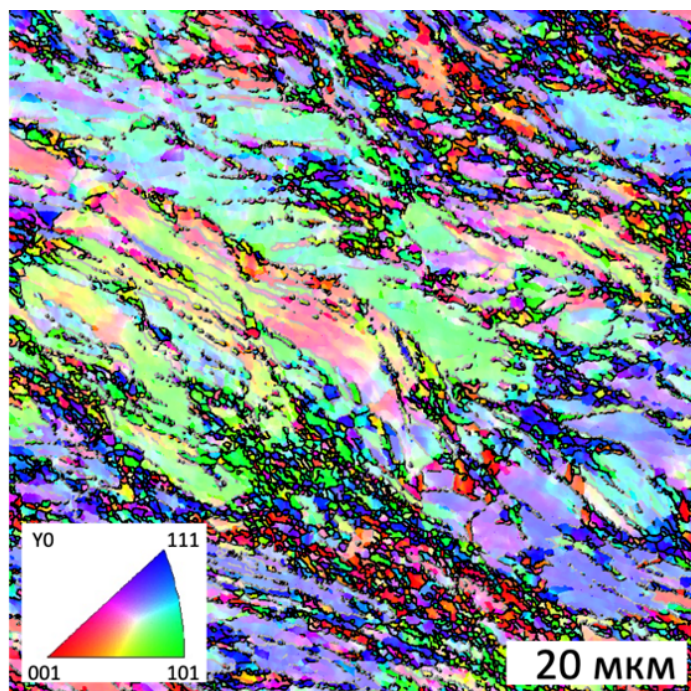
Особое внимание заслуживает угол наклона направления действия касательных напряжений относительно оси заготовки, составляющий около $27,5^\circ$, что соответствует одной четверти угла между входным и выходным каналами матрицы ($\varphi/4$). Это наблюдение не является случайным и подтверждает справедливость теоретической модели, в которой сдвиг при РКУП описывается как простое сдвиговое смещение, реализующееся вдоль плоскости, ориентированной под углом $\varphi/2$ к оси заготовки. При этом максимальная сдвиговая компонента действует под углом $\varphi/4$ к направлению течения, что

согласуется с законами пластического течения в условиях равноканального углового прессования.

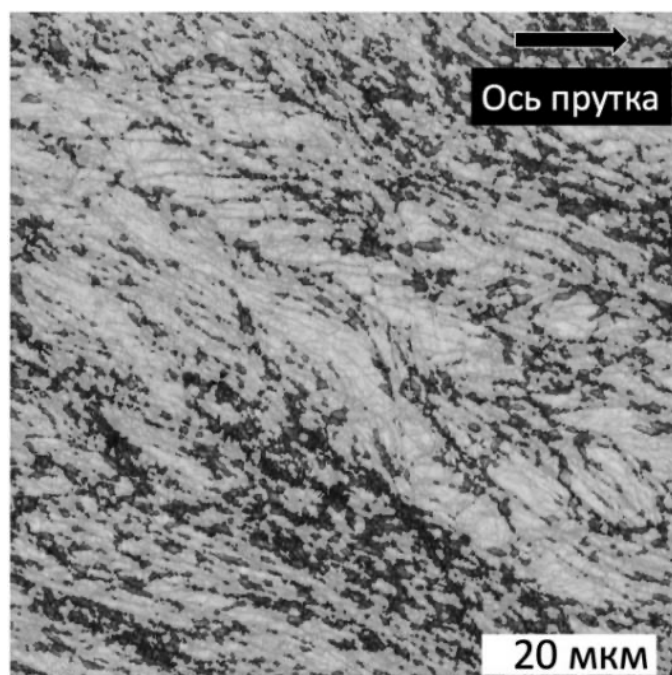
Наличие такого направления действия касательных напряжений напрямую связано с активизацией определённых систем скольжения в решётке сплава, что в свою очередь обуславливает развитие характерной текстуры.

4.2 Текстурно-структурный и фазовый анализ деформируемого сплава

Метод электронной дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) позволил детально изучить микроструктуру сплава Ti-39Nb-7Zr после равноканального углового прессования. Ориентационные карты и микроструктура после РЭМ, представленные на рисунках 4.4 и 4.5, выявили важные морфологические особенности в сплаве.



а



б

Рисунок 4.4 – Ориентационная карта (а), зеренная структура (б) в центральной части прутка из сплава TNZ после РКУП

На основе анализа можно выделить два типа зерен:

1) Крупные вытянутые зерна. Эти зерна сохранили свою форму и ориентацию, близкую к исходной структуре перед деформацией. Их степень вытянутости — примерно 1,9. Вытянутая форма этих зерен связана с действием сдвиговых напряжений в процессе РКУП.

Внутри крупных вытянутых β -зерен наблюдаются признаки повышенной дефектности кристаллической решетки. Это связано с несколькими факторами. В процессе РКУП плотность дислокаций в материале значительно возрастает, что приводит к упрочнению сплава. На ориентационных картах четко видны линейные полосы скольжения и области сбросов, которые являются результатом пластической деформации. Эти дефекты указывают на высокий уровень накопленной деформации.

Кроме того, внутри крупных зерен заметна неоднородная цветовая окраска (рис. 4.5 а), которая свидетельствует о наличии разориентации между

отдельными областями внутри зерна. Такая разориентация объясняется формированием субзеренной структуры, возникающей в результате процессов динамической полигонизации и рекристаллизации. Субзеренная структура характеризуется малыми углами разориентации ($<5^\circ$), которые проявляются на картах как диффузные границы.

2) Мелкие равноосные зерна. Эти зерна появились в результате интенсивного измельчения структуры при многопроходной деформации. Средний размер таких зерен в диапазоне 180...800 нм.

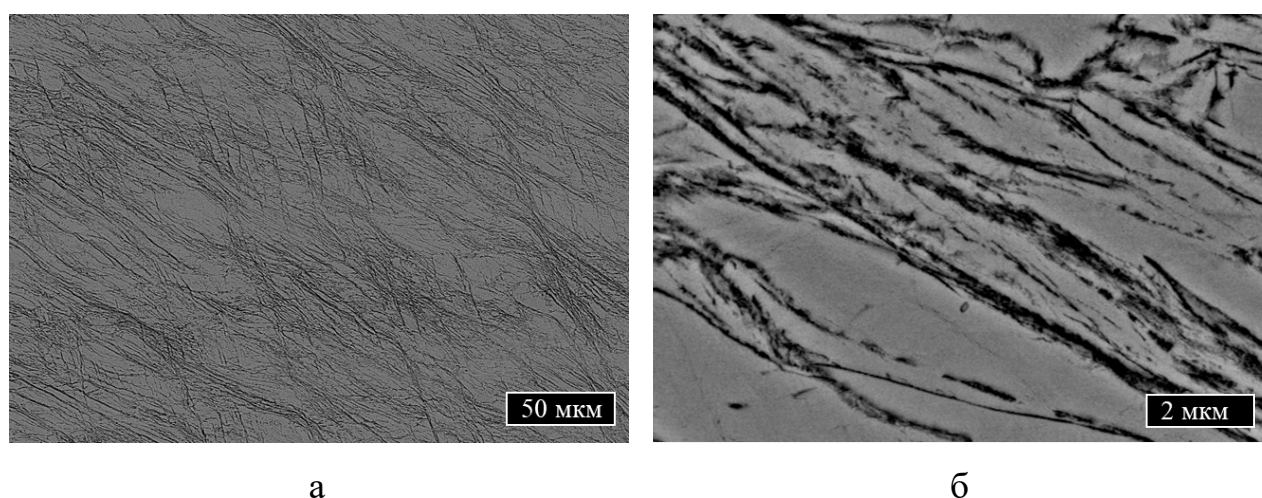


Рисунок 4.5 – Микроструктура после РКУП, РЭМ

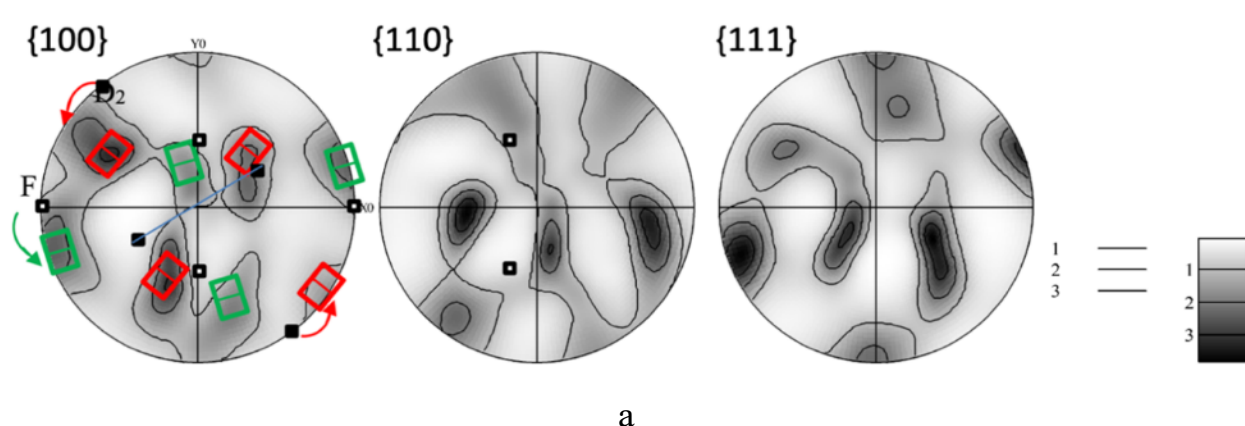
Анализ полюсных фигур, полученных методом EBSD (рис. 4.6), показал, что после РКУП в сплаве формируется двухкомпонентная текстура сдвига: компонента D2: $\{1-21\}<111>$, компонента F: $\{110\}<001>$.

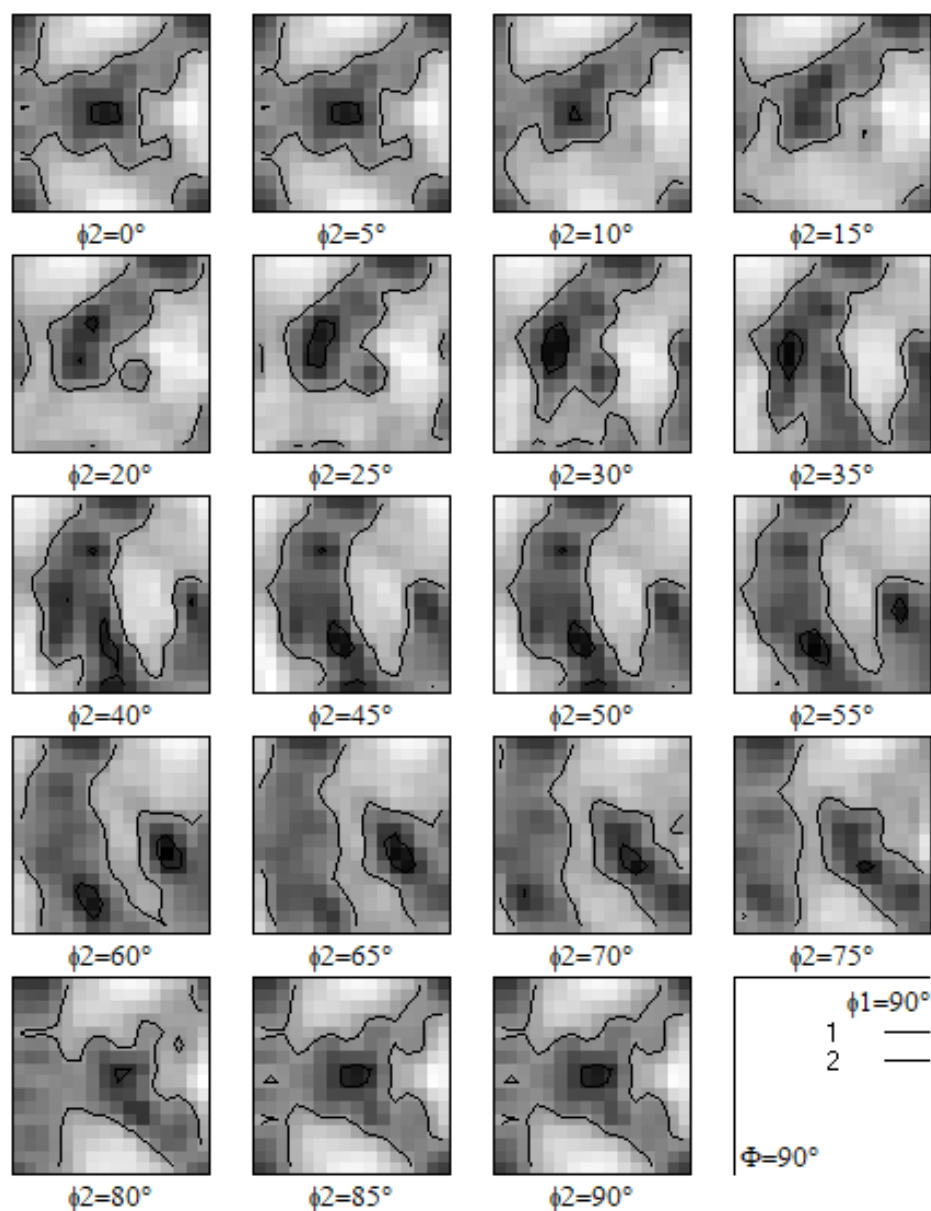
Особенностью этой текстуры является то, что плоскости $\{1-21\}$ и $\{110\}$ совпадают с плоскостью съемки (продольное сечение прутка), а направления $<111>$ и $<001>$ отклонены от оси прутка на угол около 20° . Эти компоненты текстуры были теоретически предсказаны в работе [29] для идеального сдвига, основанного на механике сплошных сред при деформации цилиндрического стержня.

При кручении сдвиговая деформация происходит в поперечной плоскости, перпендикулярной оси прутка, тогда как при РКУП сдвиг реализуется в плоскости, параллельной оси.

Угол пересечения каналов матрицы при РКУП составляет 110° , что приводит к отклонению направления критических касательных напряжений на 20° по сравнению с 90° , характерным для кручения.

На микроструктуре также наблюдается отклонение направления вытяжки зерен от оси прутка на угол около 20° . Это явление связано с особенностями распределения касательных напряжений в процессе РКУП. Отклонение направления вытяжки подтверждает, что механизм деформации при РКУП включает как сдвиговые, так и растягивающие компоненты.





б

Рисунок 4.6 – Данные текстурного анализа: а- ФРО, б - прямые полюсные фигуры с ПН, снятые с продольного сечения прутка: (ХО-ось прокатки, YO - радиальное направление, ZO – тангенциальное направление, где $\{110\}$ – ориентировка отмечена красным, $\{1-21\}$ – ориентировка отмечена зеленым)

Анализ фазового состава и микроструктуры сплава Ti-39Nb-7Zr после интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования был выполнен с использованием рентгеноструктурного фазового

анализа и просвечивающей электронной микроскопии. Полученные результаты представлены на рисунке 4.7.

Согласно данным РСФА (рисунок 4.8), сплав Ti-39Nb-7Zr после РКУП сохраняет однофазное β -состояние, которое характерно для исходного горячекатаного материала. Однако на дифрактограмме наблюдаются заметные изменения в соотношении интенсивностей линий β -фазы. Это свидетельствует о перераспределении внутренних напряжений и развитии текстуры в материале, что является следствием интенсивной пластической деформации.

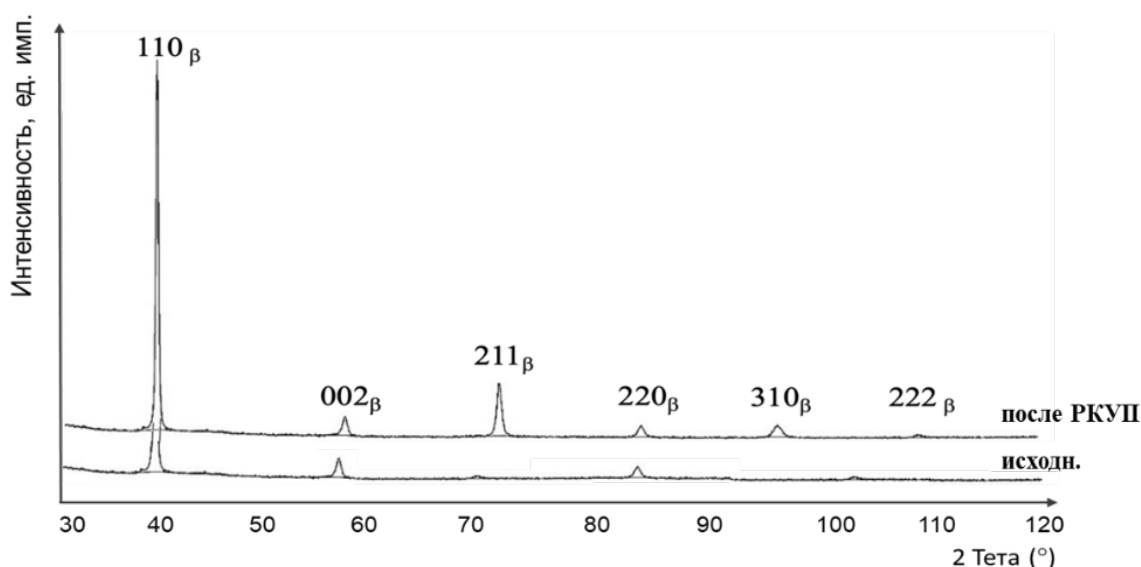


Рисунок 4.7 – Дифрактограммы сплава в горячекатаном состоянии и после РКУП

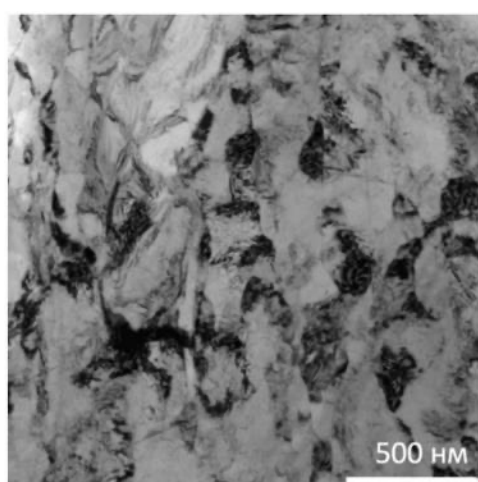
Одним из ключевых наблюдений стало увеличение физического уширения дифракционных линий β -твердого раствора. Данное явление связано с накоплением дефектов кристаллического строения, таких как дислокации, границы субзерен и вакансии, которые возникают в процессе РКУП. Уширение линий также указывает на формирование субструктуры внутри исходных β -зерен.

На основании данных РСФА была проведена количественная оценка плотности дислокаций ρ_d в сплаве Ti-39Nb-7Zr. После горячей прокатки плотность дислокаций составляла $\approx 10^9$ 1/см². В результате проведения РКУП

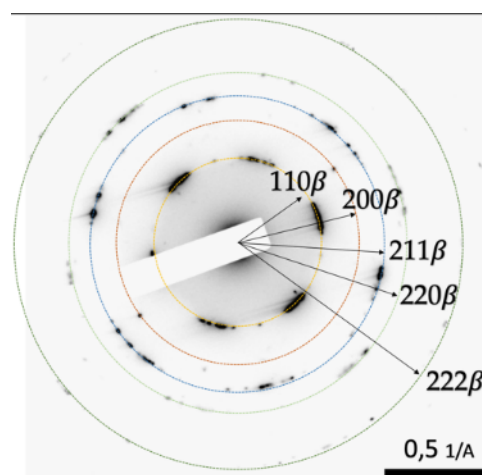
плотность дислокаций значительно увеличилась и достигла значения $1,1 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Это значение практически совпадает с плотностью дислокаций, полученной в аналогичном сплаве при холодной прокатке с высокой степенью деформации (85%) — $1,17 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ [10].

Значительное увеличение плотности дислокаций и физическое уширение линий β -твердого раствора являются прямыми следствиями интенсивной пластической деформации. Эти изменения структуры приводят к формированию ультрамелкозернистой структуры, что существенно влияет на механические свойства материала. Например, повышение плотности дислокаций способствует увеличению прочностных характеристик за счет действия механизма дислокационного упрочнения.

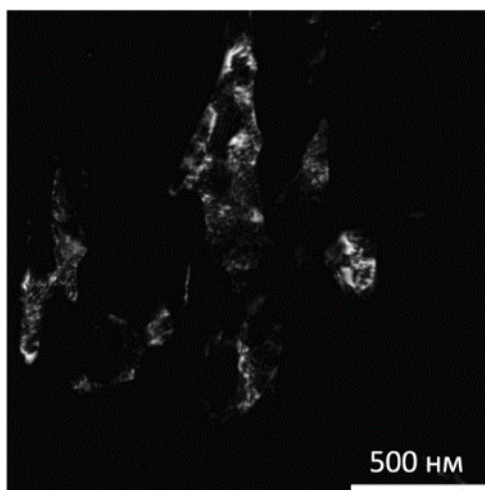
На изображении, полученном методом просвечивающей электронной микроскопии, сплав Ti-39Nb-7Zr после равноканального углового прессования демонстрирует сложный дифракционный контраст, свидетельствующий о формировании неоднородной структуры на наноуровне (рис. 4.8 а). Дифракционный контраст разбивает структуру на отдельные области размером 200–500 нм, что указывает на наличие элементов как высокоугловых границ, так и малоугловых субграниц.



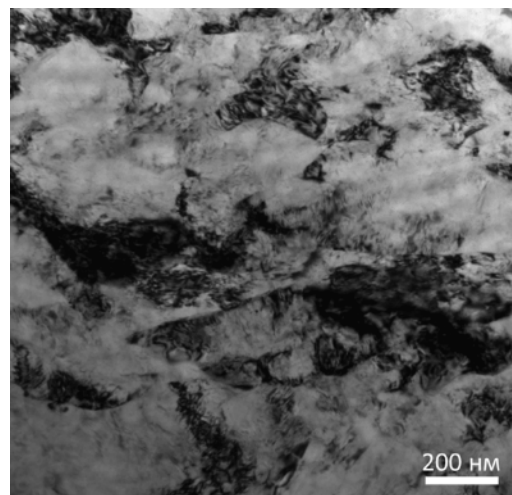
а



б



а



б

Рисунок 4.8 – ПЭМ изображения после РКУП: а, б - светлопольные, в – электроннограмма; в – темнопольное изображение

На электронограмме с анализируемой области наблюдаются множественные рефлекс β -фазы, расположенные по окружностям (рис. 4.8 в). Эти рефлекс представлены двумя типами:

1. Сгруппированные рефлекс в виде дуговых сегментов. Угловая ширина таких сегментов достигает 23° . Рефлекс в центре дуговых комплексов относятся к оси зоны типа $\langle 111 \rangle$. Согласно данным обзора [28], такое расположение рефлексов характерно для смешанной структуры, формирующейся при интенсивной пластической деформации. Эта структура состоит из двух основных компонентов:

- зерна, разделенные высокоугловыми границами ($>15^\circ$), которые дают на электронограмме отдельно стоящие рефлекс.

- зерна, разделенные малоугловыми границами ($<5^\circ$), которые формируют комплексы рефлекс в виде дуговых сегментов. Угловая ширина дуговых сегментов (до 23°) соответствует уровню фрагментации структуры, вызванному накоплением дефектов кристаллического строения в процессе РКУП.

2. Отдельно стоящие рефлекс, которые соответствуют областям с более однородной ориентацией кристаллической решетки внутри отдельных зерен или

крупных фрагментов. Наличие таких рефлексов указывает на сохранение частично рекристаллизованной структуры после РКУП.

Темнопольное изображение в одном из рефлексов β -фазы подтверждает, что в ходе РКУП в структуре формируются отдельные области размером 100–200 нм (рис. 4.8 в). В соответствии с классификацией структурных состояний, рассмотренной в работах [11, 14], такие области характерны для субмикроструктурной структуры. Визуально эти области имеют два основных морфологических типа:

1. Отдельные равноосные зерна. Они образуются в результате процессов динамической рекристаллизации, которая протекает в условиях высокой плотности дефектов кристаллического строения. Размер таких зерен составляет 100–200 нм, что соответствует нижней границе субмикроструктурной структуры.

2. Вытянутые конгломераты. Эти участки формируются за счет сдвиговых деформаций и фрагментации исходных β -зерен. Вытянутая форма конгломератов свидетельствует о наличии остаточных напряжений и металлографической текстуры, сформировавшейся в процессе деформации.

4.3 Механические и физические свойства сплава после формирования УМЗ-структуры равноканальным угловым прессованием

Проведенные механические испытания на растяжение (рис. 4.9) показали, что сплав после РКУП имеет следующий уровень механических свойств: $\sigma_{0,2}=740\pm 15$ МПа; $\sigma_b=760\pm 15$ МПа; $\delta=12\pm 2\%$; $\psi=65\pm 4\%$. Предел прочности выше на 27% по сравнению с горячекатаным состоянием (560 МПа). Снижается пластичность сплава, но остается на высоком уровне, достаточном, для применения сплава в качестве заготовок для имплантатов.

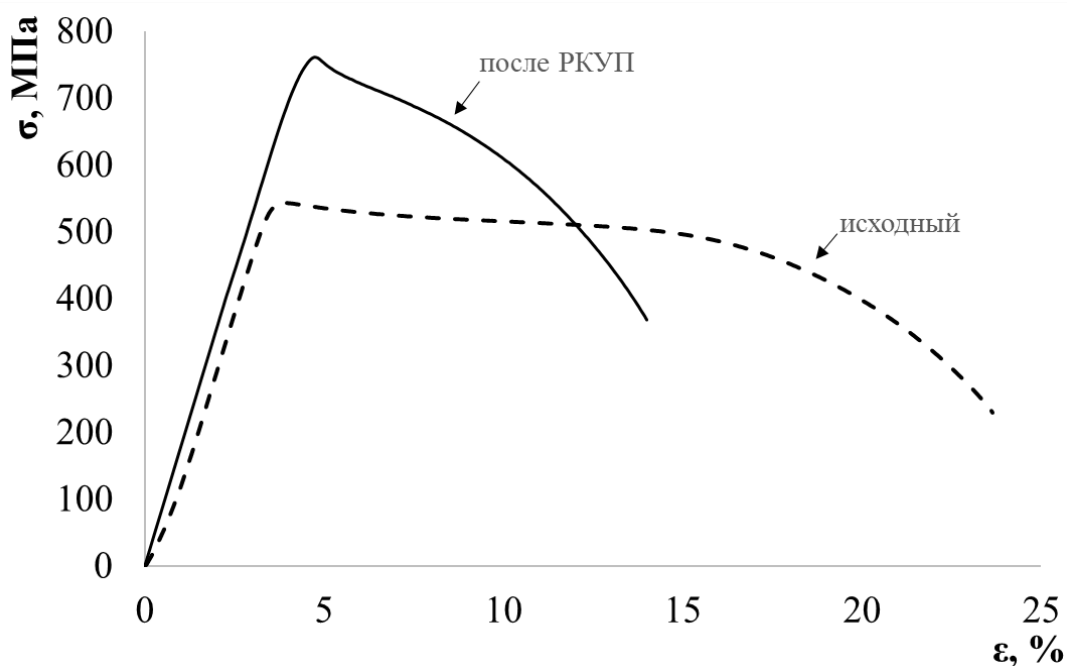


Рисунок 4.9 – Кривые напряжения-деформация в исходном состоянии и после РКУП

Методом микроиндентирования определены значения твердости по Виккерсу сплава, подвергнутого РКУП: 260 ± 5 единиц HV по всему сечению прутка (рисунок 4.11). Полученное среднее значение твердости на 20% выше, чем у сплава в горячекатаном состоянии (215 HV). При этом среднее значение модуля упругости после РКУП остается на уровне горячекатаного состояния (70 ГПа).

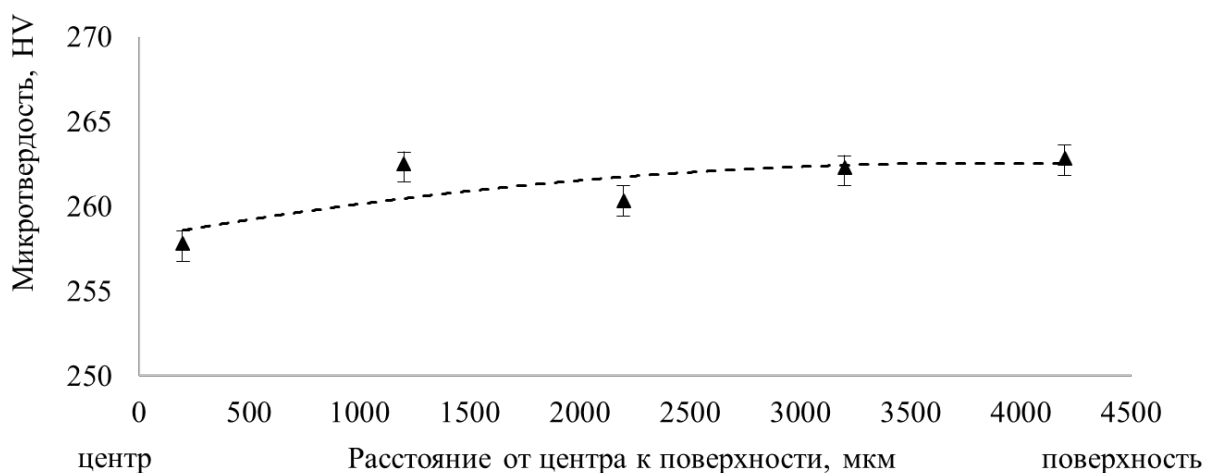


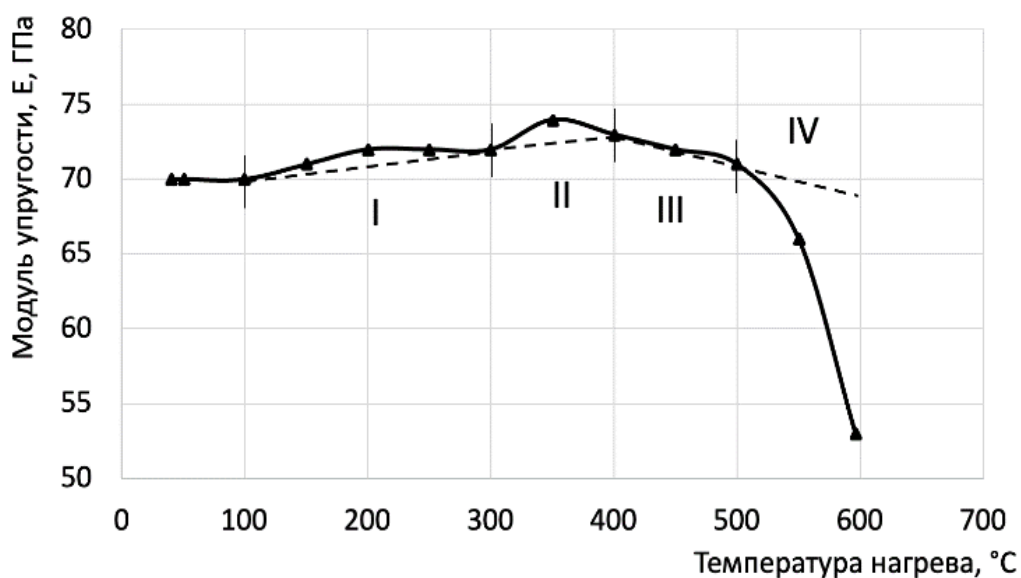
Рисунок 4.10 – Изменение микротвердости по сечению прутка из сплава Ti-39Nb-7Zr после РКУП

После РКУП сплав находится в метастабильном β -состоянии, которое можно упрочнить за счет старения. При выборе температурного интервала старения необходимо знать закономерности распада метастабильного β -твердого раствора при нагреве в широком интервале температур. Для определения температурных интервалов фазовых превращений в β -фазе сплава TNZ изучено изменение его физических свойств - модуля упругости, температуропроводности, удельной теплоемкости, ТКЛР - при нагреве (рис.4.11). На рисунке 4.11 сплошные линии и точки соответствуют экспериментальным данным, пунктирные линии проведены, чтобы выделить характерный температурный интервал на кривой с максимумом или минимумом (рис.4.11 а,б, г), который также ограничен вертикальными линиями, или изменение угла наклона прямой, проведенной по точкам (рис. 4.11 в).

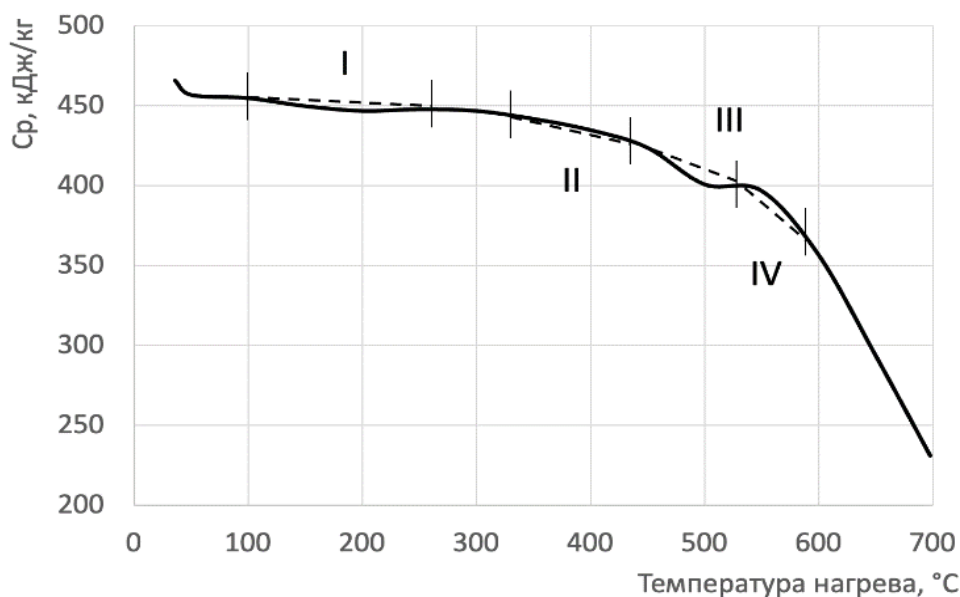
Анализ полученных данных показал, что на зависимостях изменения физических характеристик от температуры наблюдается появление максимумов, минимумов или изменение угла наклона кривой в определенных температурных диапазонах. Всего обнаружено четыре интервала на каждой кривой (условно обозначены I, II, III, IV) с определенными отклонениями, которые имеют диапазон температур достаточно близкий для всех используемых методов исследования (таблица 4.1). Некоторое несовпадение между собой в таблице 4.1 температурных диапазонов отмеченных интервалов, связанных с разными физическим свойствами, объясняется отличием условий проведения эксперимента по отдельным методикам (размеры образцов, скорость нагрева, способ регистрации сигнала, инерционность системы и т.д.). В каждом из четырех выделенных интервалов температур протекает определенное фазовое превращение в сплаве, которое и приводит к наблюдаемому изменению физического свойства.

В I-м, II - м интервале температур нагрева, соответственно, от 100 (150) до 250(300) °C и от 250(325) до 400 (425) °C (конкретная температура начала или конца исследования определяется используемым методом - таблица 4.1) наблюдаются максимумы на кривой ДМА, минимумы на кривых теплоемкости,

ТКЛР и последовательное снижение скорости увеличения температуропроводности. В указанных температурных диапазонах у псевдо- β -сплавов, к которым относится сплав TNZ, для метастабильной β -фазы характерно [30] последовательное протекание $\beta \rightarrow V\omega \rightarrow \omega$ -превращений с образованием в I-м интервале предвыделений ω -фазы ($V\omega$), которые представляют собой области β -твердого раствора с ближним порядком ω -образных смещений [31], а во II-м интервале - изотермической ω -фазы с гексагональной решеткой.



а



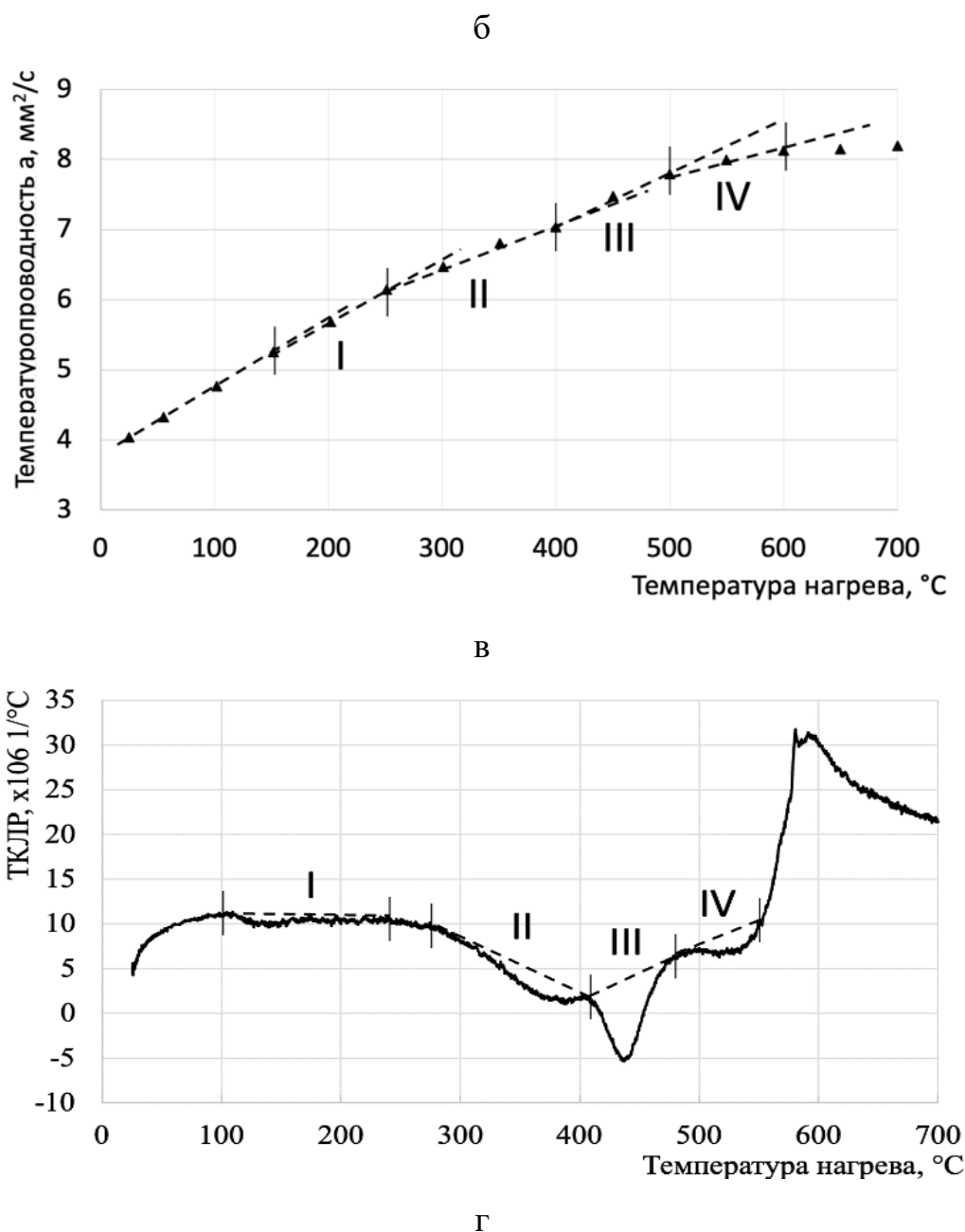


Рисунок 4.11 – Изменение модуля упругости (а), удельной теплоемкости (б), температуропроводности (в), ТКЛР (г) при нагреве сплава TNZ после РКУП

Согласно метастабильной диаграмме Ti-Nb [32] образование ω -фазы в сплавах с (30...45) мас. %Nb происходит в диапазоне температур 300...425°C, в который хорошо укладывается II - й интервал температур нагрева сплава TNZ. В псевдо- β -титановых сплавах появление в структуре предвыделений $V\omega$ и ω -фазы приводит к росту модуля упругости [33,34], фиксации на ДСК-кривых экзотермических эффектов [30] или минимумов на кривых теплоемкости,

уменьшению удлинения [30,35] и, соответственно, к снижению ТКЛР, что и зафиксировано нами на рис. 4.11. Данных о влиянии предвыделений $V\omega$ и ω -фазы на ход температуропроводности не обнаружено, но в работе [36] при исследовании изменения температуропроводности титана, ниобия, циркония с температурой нагрева отмечено, что увеличение количества межзеренных границ с металле приводит к снижению значений температуропроводности за счет рассеяния на них электронов проводимости.

При образовании предвыделений $V\omega$ и ω -фазы в β - фазе увеличивается количество межфазных границ, что может способствовать снижению скорости роста температуропроводности при нагреве, зафиксированное в эксперименте.

В III-м, IV-м интервале температур нагрева, соответственно, от 400 (440) до 480 (530) °С и от 480 (530) до 560 (600) °С наблюдается следующий характер изменения физических свойств (рис. 4.11). В III-м интервале температур нагрева фиксируются значения модуля упругости выше исходного состояния после РКУП, наблюдается минимум на кривой удельной теплоемкости, увеличение скорости роста температуропроводности, ТКЛР дает минимум вплоть до отрицательных значений. В IV-интервале температур нагрева, наоборот, происходит резкое уменьшение модуля упругости ниже уровня значений в состоянии после РКУП, фиксируется максимум на кривой удельной теплоемкости, уменьшение скорости роста температуро-проводности, рост ТКЛР до максимальных значений. Такой характер изменения свойств характерен для протекания при нагреве прямого и обратного фазового превращения, а учитывая, что в температурном диапазоне IV- го интервала находится расчетная T_{III} сплава – 539°С [21], то можно утверждать о реализации в III-м интервале температур нагрева прямого $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения, а в IV-м интервале – обратного $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения. Данное заключение хорошо объясняет и характер изменения физических свойств в III-м и IV-м интервале температур нагрева. Ранее показано [10,21], что выделение α -фазы в β -твердом растворе в сплавах типа TNZ способствует получению более высокого модуля упругости, чем модуль упругости однофазного β -состояния, а уменьшение количества α -фазы в

структуре приводит к снижению модуля упругости. Прямое $\beta \rightarrow \alpha$ -превращение в сплавах титана дает минимум на кривой теплоемкости, а обратное $\alpha \rightarrow \beta$ -превращение – максимум [37].

В работе [21] обосновано, что скорость роста температуропроводности при наличии α -фазы в сплаве TNZ выше, чем в случае ее растворения в β -матрице и аналогичный эффект мы наблюдаем при нагреве в III-м и IV-м интервале температур (рисунок 4.11 в). Согласно имеющимся экспериментальным данным [20,38] ТКЛР α -фазы ниже, чем ТКЛР β -фазы, поэтому прямое $\beta \rightarrow \alpha$ -превращение в сплавах титана дает минимум на кривой ТКЛР, а обратное $\alpha \rightarrow \beta$ -превращение способствует росту ТКЛР выше исходного уровня [38], что мы и наблюдаем (рис. 4.11 г).

Таблица 4.1. Характерные температурные интервалы, выделенные на зависимостях физических свойств

Характерный температурный интервал	Температурные границы интервала для физических свойств, °C			
	Модуль упругости	Удельная теплоемкость	Температуропроводность	ТКЛР
I	100...300	100...280	150...250	100...250
II	300...400	325...425	250...400	275...410
III	400...500	440...530	400...500	410...480
IV	500...600	530...585	500...600	480...560

Из проведенного анализа следует, что при нагреве сплава TNZ после РКУП от комнатной температуры до T_{III} фиксируемый метастабильный β -твердый раствор претерпевает ряд превращений в следующей последовательности: $\beta \rightarrow V\omega \rightarrow \omega \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$. Исходя из температурных интервалов реализации каждого из фазовых превращений, можно заключить, что старение сплава TNZ после РКУП следует проводить при температурах выше образования нежелательной в структуре высокомодульной ω - фазы, охрупчивающей сплав, то есть в диапазоне 400...450°C, когда образуется более равновесная и менее высокомодульная α -фаза. Более высокие температуры старения также менее целесообразны, так как в этом случае она становится достаточно близкой к T_{III} (разница менее 90°C), а это приводит к снижению объемной доли выделений и

росту их размеров, что отрицательно сказывается на дисперсионном упрочнении. Анализ литературных данных [39,40] подтвердил, что для биосовместимых деформированных сплавов на базе системы Ti-Nb именно старение в диапазоне температур 400...450°C обеспечивает распад метастабильного β -твердого раствора с выделением α -фазы и эффективное дисперсионное упрочнение при умеренном росте модуля упругости сплавов.

Выводы по главе 4

1. Моделирование процесса РКУП и текстурный анализ позволили установить закономерности локализации деформации в зоне изгиба и пересечения каналов и формирования двухкомпонентной сдвиговой текстуры $\{1-21\}\langle 111 \rangle$ и $\{110\}\langle 001 \rangle$, отклоненной от оси прутка примерно на 20°, что связано с одновременным действием сдвиговых и растягивающих компонентов деформации. Распределение главных напряжений предполагает формирование неравномерной пластической деформации по длине полученной 100 мм заготовки с УМЗ-структурой.

2. Структурно-фазовый анализ модифицированного сплава выявил, что РКУП сплава Ti-39Nb-7Zr в 4 прохода с предварительным подогревом на 450°C, 30 мин обеспечивает формирование УМЗ-структуры со средним размером зерен ≈ 500 нм и наличием фрагментации β -зерен вплоть до образования областей размером ≈ 100 нм.

3. Деформационное и зернограницное упрочнение сплава в результате РКУП способствуют повышению предела прочности на 27% и повышению твердости по Виккерсу на 20% (до 260 ед.HV) по сравнению с исходным горячекатаным состоянием с сохранением величины модуля упругости (70 ± 3 ГПа) не выше исходного уровня. Получен комплекс механических свойств $\sigma_{0,2} = 740$ МПа; $\sigma_b = 760$ МПа; $\delta = 12\%$; $\psi = 65\%$.

4. Обоснован, исходя из установленных методами термического анализа температурных интервалов образования промежуточных и равновесных фаз

(V ω , ω , α , β) при нагреве сплава после РКУП, диапазон температур старения (400...450°C), который может быть использован для дополнительного упрочнения сплава с УМЗ-структурой

ГЛАВА 5 СРАВНЕНИЕ ПРОЦЕССОВ РК И РКУП ПО КРИТЕРИЯМ ТЕХНОЛОГИЧНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА, МИКРОСТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ЗАГОТОВОК МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ

5.1 Обоснование целесообразности внедрения технологии ротационнойковки при производстве медицинских имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой.

В рамках настоящей работы для формирования ультрамелкозернистой структуры в сплаве Ti-39Nb-7Zr, обладающей необходимыми механическими и функциональными свойствами для медицинских имплантатов, были реализованы два метода интенсивной пластической деформации: ротационная ковка и равноканальное угловое прессование. Каждый из методов имеет свои технологические особенности (таблица 5.1), преимущества и ограничения, которые необходимо учитывать при выборе материала и способа обработки.

Таблица 5.1 Сравнение технологичности, структурного состояния и механических свойств заготовок после РК и РКУП

Параметр	Ротационная ковка	Равноканальное угловое прессование
Технологичность изготовления		
Начальный диаметр заготовки	18,2 мм	11,5 мм (в оболочке Ø 19,8 мм)
Оборудование	Двухбойковая машина	Пресс с матрицей $\varphi=110^\circ$, $\psi=25^\circ$
Температура обработки	450 °С	450 °С
Время нагрева	20 мин	30 мин
Смазка	Не применялась	Графитовая суспензия
Число проходов	12	4
Степень деформации (ε)	1,14	3,2
Диаметр после обработки	10,3 мм	10,7 мм
Структурное состояние		
Макроструктура	β-структура, выделения α-фазы	β-структура
Размер зерна β-фазы	~200...1000 нм	~100...1000 нм
Механические свойства		
Модуль упругости (E)	~72 ГПа	~70 ГПа
Предел текучести (σ_{0.2})	785 МПа	740 МПа
Предел прочности (σ_в)	830 МПа	760 МПа
Относительное удлинение (δ)	11%	12%
Относительное сужение (ψ)	65%	65%

Неоднородность остаточных напряжений	Низкая	Высокая
---	--------	---------

На основе сравнения ротационнойковки и равноканального углового прессования установлено, что оба метода обеспечивают значительное упрочнение β -титанового сплава Ti–39Nb–7Zr. Однако ротационнаяковка обладает рядом преимуществ, которые делают её более перспективной для применения в производстве медицинских имплантатов.

Ротационнаяковка реализует комбинированную деформацию — ковку и растяжение, способствуя формированию более однородной микроструктуры с выделением дисперсной α -фазы в β -матрице. Сдвиговая составляющая процесса вызывает меньшую неоднородность в сплаве по сравнению с РКУП.

Прочностные свойства сплава в заготовках после ротационнойковки выше, чем после обработки РКУП, при сопоставимых пластических характеристиках (таблица 5.1).

Одним из ключевых преимуществ РК являются технологические свойства получаемых заготовок. После РКУП длина заготовки не превышает 80 мм, что вызывает большие сложности при изготовлении имплантатов методом механической обработки. Заготовки после РК имеют длину до 600 мм и более высокую геометрическую точность. Эти преимущества делают ротационнуюковку легко адаптируемой под серийное производство имплантатов.

Таким образом, ротационнаяковка обеспечивает оптимальное сочетание механических свойств, однородности микроструктуры, технологичности. В этой связи заготовки с УМЗ-структурой после РК были использованы для производства опытных образцов имплантатов.

5.2 Изготовление опытных образцов имплантата

Для изготовления имплантатов из прутковых заготовок с УМЗ-структурой после РК вначале был проведен эксперимент по определению оптимального сочетания режимов течения прутка на основе метода ортогональных матриц и

аддитивной модели совокупного влияния входных контролируемых параметров на выходную характеристику процесса (отклик). В качестве выходной характеристики был принят параметр шероховатости поверхности после точения R_a . Входными, т.е. контролируемыми, параметрами являлись скорость резания V_c мм/мин и подача f мм/об. Каждый параметр имел 3 дискретных значения (уровня). Контролируемые параметры процесса и числовые значения уровней приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Параметры точения и их уровни

Параметр		Уровни		
		1	2	3
A	Скорость резания V_c , мм/мин	20	40	80
B	Подача f , мм/об	0,025	0,05	0,075

В соответствии с числом контролируемых параметров и их уровнями была выбрана ортогональная матрица Тагучи L9. Формализованное представление матрицы L9 и план эксперимента представлены в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Ортогональная матрица Тагучи L9 и план эксперимента.

Номер эксперимента	Ортогональная матрица Тагучи L9		Параметры эксперимента	
	A	B	V_c , мм/мин	f , мм/об
1	1	1	20	0,025
2	1	2	20	0,05
3	1	3	20	0,075
4	2	1	40	0,025
5	2	2	40	0,05
6	2	3	40	0,075
7	3	1	80	0,025

8	3	2	80	0,05
9	3	3	80	0,075

Анализ результатов эксперимента и ранжирование технологических параметров по степени их влияния на выходную характеристику процесса выполнены в программном комплексе MiniTab 19. Поскольку целью эксперимента был поиск оптимального сочетания технологических параметров процесса для достижения минимального значения выходной характеристики процесса, расчет отношения сигнал/шум в i -м эксперименте SN_i проводился по формуле (5.1):

$$SN_i = -10 \log \left[\sum_{n=1}^{N_i} \frac{y_n^2}{N_i} \right] \quad (5.1)$$

где i – порядковый номер эксперимента,
 n – порядковый номер измерения в эксперименте,
 N_i – количество измерений в i -том эксперименте,
 y_n – среднее значение измеренной выходной величины в i -том эксперименте.

Для определения параметров шероховатости поверхности использовался оптический 3D-профилометр WYKO NT-100.

Для определения оптимального режима точения было проведено по пять измерений шероховатости Ra обработанной поверхности в каждом эксперименте после обработки девяти образцов заготовок из исследуемого сплава с УМЗ-структурой с различными комбинациями скорости резания V_c и подачи f в соответствии с ортогональным массивом L9 (Таблица 5.3). Среднее значение шероховатости и отношение сигнал/шум SN , рассчитанное по формуле (1) для каждого эксперимента, приведены в таблицах 5.4.

Таблица 5.4 – Средние значения шероховатости поверхности Ra и расчетные значения отношения сигнал/шум SN

Номер эксперимента	Параметры эксперимента		Шероховатость Ra , мкм					Среднее Ra , мкм	SN
	V_c , мм/мин	f , мм/об	1	2	3	4	5		
1	30	0,025	2,2	2,04	1,96	1,87	2,52	2,118	-6,568
2	30	0,05	2,2	2,39	1,39	2,07	2,72	2,154	-6,842
3	30	0,075	1,34	1,17	1,35	1,24	1,64	1,348	-2,654
4	60	0,025	2,28	3,2	3,35	2,49	2,22	2,708	-8,784
5	60	0,05	1,74	1,76	1,8	1,64	1,89	1,766	-4,949
6	60	0,075	1,38	1,19	1,51	1,72	1	1,36	-2,814
7	90	0,025	1,55	1,53	1,33	1,34	1,51	1,452	-3,258
8	90	0,05	0,94	0,98	0,97	0,997	1,02	0,9814	0,159
9	90	0,075	0,776	0,74	0,825	0,84	0,64	0,7642	2,297

Ранжирование параметров процесса по значению отношения сигнал/шум SN выполнено в программе MiniTab 19 и показано в таблице 5.5, где Δ – разность между максимальным и минимальным значением отношения SN в столбце. Значения Δ , показывают, что наиболее значимым фактором, влияющим на качество обработанной поверхности при точении сплава, является скорость резания V_c , вторым по значимости фактором является подача f .

Таблица 5.5. Ранжирование параметров эксперимента

Уровень	Параметры эксперимента	
	V_c , м/мин	f , мм/об
1	-5,355	-6,203
2	-5,515	-3,877
3	-0,266	-1,057
Δ	5,248	5,146
Ранг	1	2

На рис. 5.1 представлены графики изменения отношения сигнал/шум SN для каждого из параметров точения, построенные в программном комплексе MiniTab. Оптимальное сочетание технологических параметров процесса можно определить, выбрав для каждого параметра номер уровня, имеющий максимальное значение отношения сигнал/шум. Из данных таблицы 5.5 и

графиков, представленных на рисунке 5.1, оптимальное сочетание параметров V_c (2), f (3) по критерию минимизации шероховатости поверхности. Оптимальным будет являться сочетание скорости резания $V_c = 80$ м/мин и подачи $f = 0,075$ мм/об.

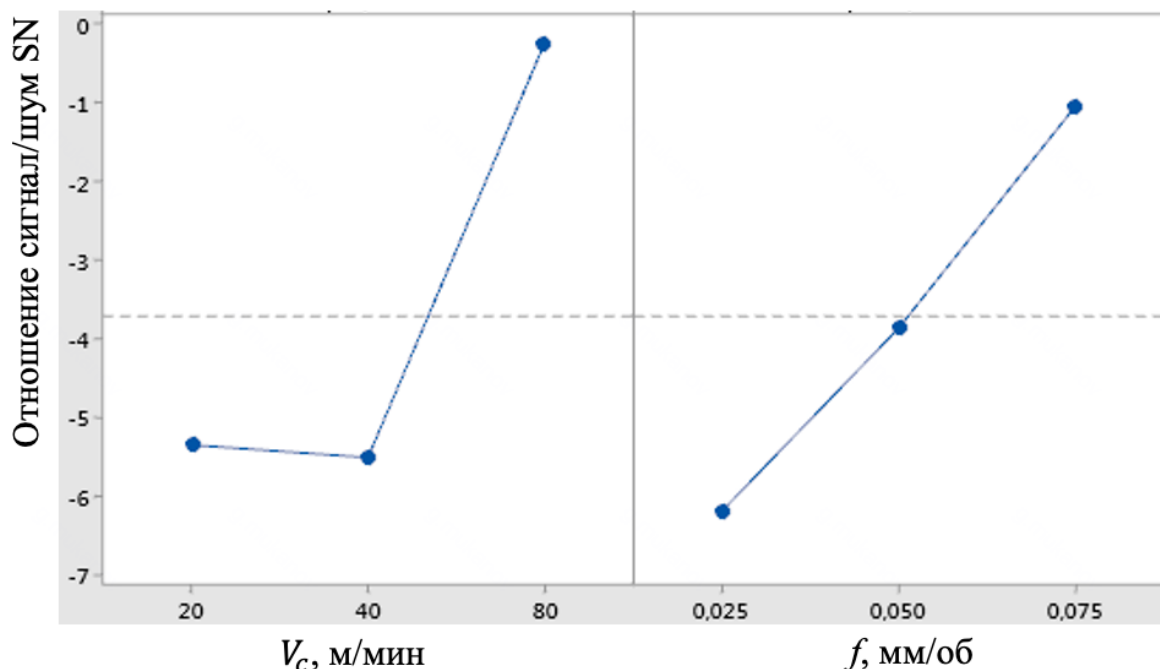


Рисунок 5.1 – Оценка влияния параметров процесса на выходную характеристику Ra путем анализа отношения сигнал/шум SN для исследуемого сплава

В работе проведено ранжирование параметров процесса обработки точением и определены оптимальные режимы точения сплава с УМЗ-структурой критерию минимизации шероховатости поверхности: скорость $V_c = 80$ м/мин и подача $f = 0,075$ мм/об.

С применением установленного режима точения на токарном продольном автомате Hanwha XP12S (Корея) из заготовки сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой был изготовлен разработанный имплантат для остеointеграционного протезирования (рис. 5.2).



а



б

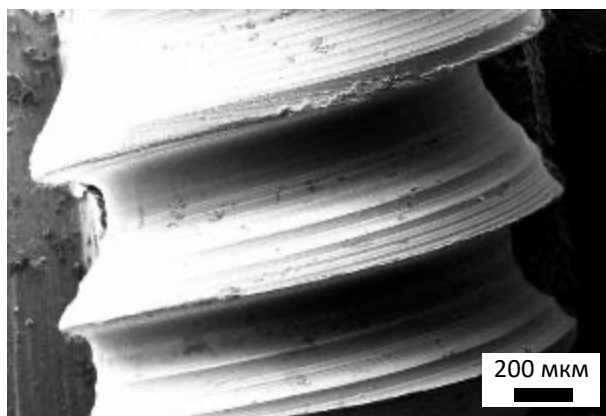
Рисунок 5.2 – Обработка на станке (а) и внешний вид (б) готового имплантата для остеointеграционного протезирования

Результаты контроля качества показали, что имплантат, полностью соответствующий всем технологическим требованиям.

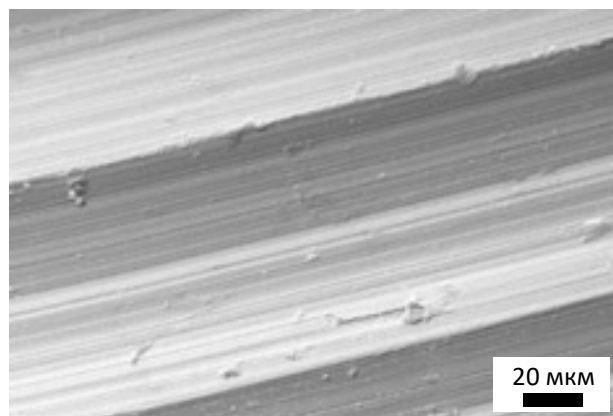
5.3 Доклинические испытания имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой

Для проведения гистологического исследования после эвтаназии животного культю большеберцовой кости с интегрированным в нее имплантатом фиксировали 7-10 дней в 10% растворе нейтрального формалина. Затем распиливали в продольном направлении по касательной к имплантату части. Одну половину распила (без имплантата) декальцинировали с меси растворов соляной и муравьиной кислот, дегидратировали и заливали в целлоидин.

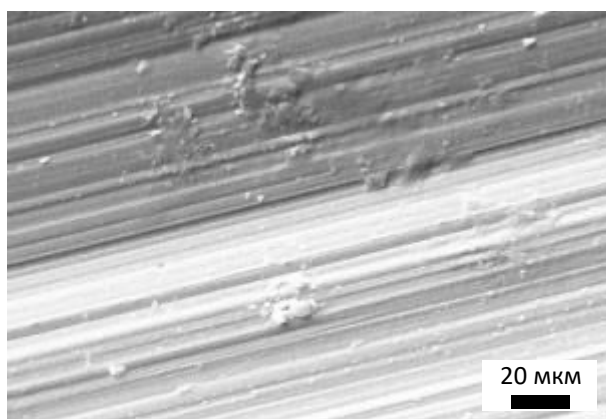
При исследовании методом сканирующей электронной микроскопии при различных увеличениях внутрикостного имплантата резьбового типа выявлено, что резьбовые части имплантата имели структурированную поверхность в виде многочисленных ребер и бороздок различного порядка от макро- до микро уровня (рис. 5.3 а,б). Самые тонкие бороздки и ребровидные возвышения имели ширину менее 1 мкм (рис.5.3 в).



а



б



в

Рисунок 5.3 – Электронные изображения структурированной поверхности внутрикостного имплантата резьбового типа. СЭМ. а – увеличение -54х; б – увеличение -558х; в-2100х.

На анатомических препаратах распилов костно-имплантационных блоков через 90 суток эксперимента наблюдалась полная интеграция имплантированного изделия в структуры костной ткани на всем его протяжении (рис. 5.4). Выраженных очагов воспаления, кистозных образований, резорбционных полостей не выявляли. Имплантат имел плотное соприкосновение со структурами компактной пластинки в дистальном и среднем участках костно-имплантационного блока, а с латеральной поверхности в верхней трети срединного участка и проксимальном участке культи между

имплантатом и компактной пластинкой визуализировалась костная ткань трабекулярного строения.

На гистотопографических срезах культи большеберцовой кости отмечена плотная компактная пластинка без признаков резорбционных изменений на всем протяжении области взаимодействия с поверхностью имплантата. Очагов воспалительного инфильтрата не выявлено ни в одном из участков гистотопографических срезов. В ниже-средней и дистальной части культи в проекции костномозгового канала обнаружено формирование костной ткани, локализующейся в участках между резьбовыми ребрами имплантируемого изделия. В средней и проксимальной части гистологического среза культи между имплантатом и компактной пластинкой наряду с костными структурами выявляли участки гемопоэтически-жирового и жирового костного мозга.

В проксимальной части костно-имплантационного блока на анатомических препаратах распилов культи большеберцовой кости в апикальной части обнаруживался плотный контакт со структурами губчатой кости мета-эпизарной части (рис. 5.4 в,г).



а



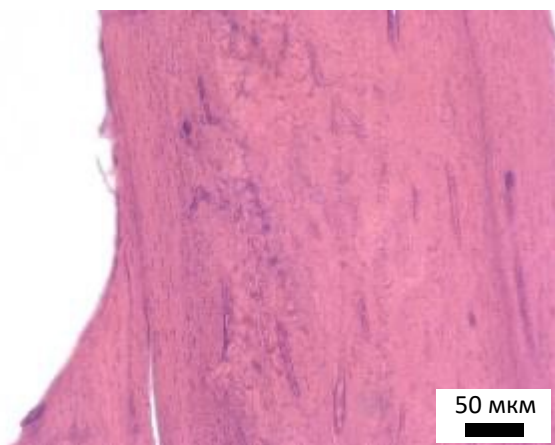
б



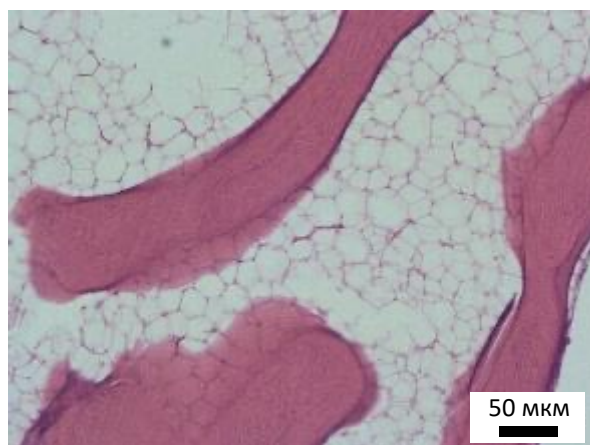
В



Г



Д

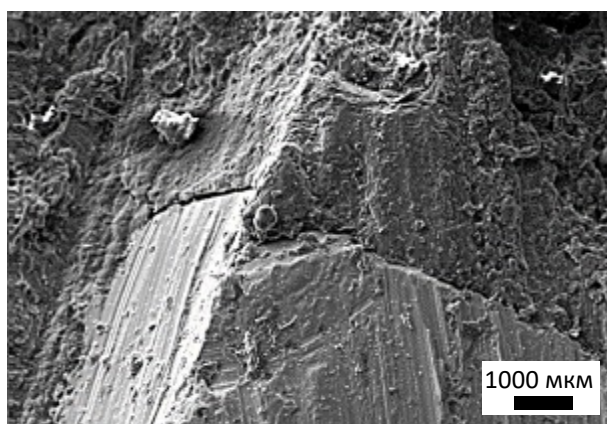


Е

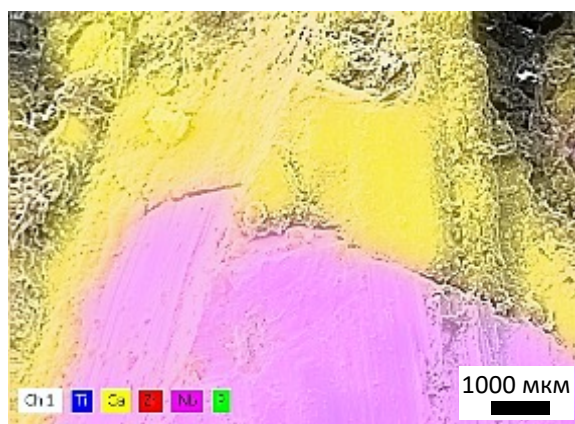
Рисунок 5.4 – Особенности формирования костно-имплантационного блока в проксимальной части культи большеберцовой кости через 90 суток наблюдения. а- анатомический препарат распила культи большеберцовой кости с имплантированным изделием; б – гистотопограмма; в, г – зона контакта проксимальной части имплантата с структурами костной ткани; д – костная ткань компактной пластинки и кости, сформированной в межребровых пространствах имплантата с медиальной поверхности; е – трабекулярная кость эпиметафизарной зоны; а,в,г – фото различных участков распила большеберцовой кости; б,в,г – изображения гистологических срезов культи большеберцовой кости. Окраска гематоксилином и эозином

На электронных изображениях полученных методом сканирующей электронной микроскопии и элементных картах, полученных методом энергодисперсионного микроанализа также обнаруживалась полная остеоинтеграция с

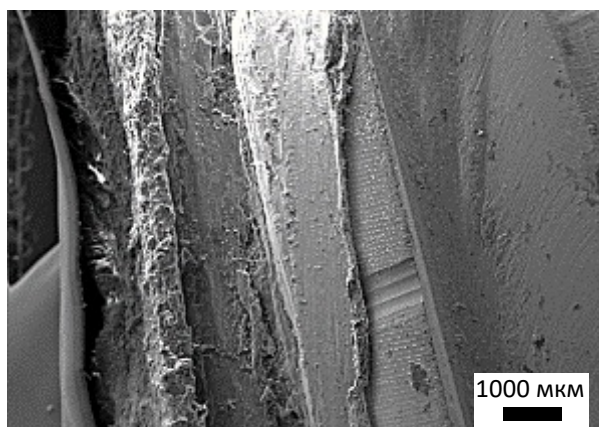
поверхностью имплантата (рис. 5.5 а,б). Между резьбовой частью и компактной пластинкой медиальной поверхности в межреберных пространствах имплантата наблюдали формирование костной ткани пластинчатого строения (рис 5.5 д). В этих участках имплантат плотно прилегал к компактной пластинке. Об этом свидетельствуют и данные СЭМ и полученные элементные карты (рис. 5.5 в-е). С латеральной поверхности в межреберных промежутках формировалась ячеистая или трабекулярная кость с жировым костным мозгом в межтрабекулярных полостях. При этом эти структуры также плотно взаимодействовали с поверхностью имплантата, что подтверждается данными СЭМ и рентгеновского энерго-дисперсионного микроанализа (рис. 5.5 ж,з). При этом компактная пластинка в этой зоне была достаточно хорошо васкуляризирована, имела компактное строение. Гаверсовы каналы имели типическое для нормы строение (рис. 5.5д). Костная ткань проксимального метаэпифиза имела трабекулярное строение (рис. 5.5 е). Между трабекулярными промежутками визуализировали жировой костный мозг. Т.е. костная ткань, не взаимодействующая напрямую с имплантатом, не имела визуальных признаков изменений и была приближена по структуре к интактной кости.



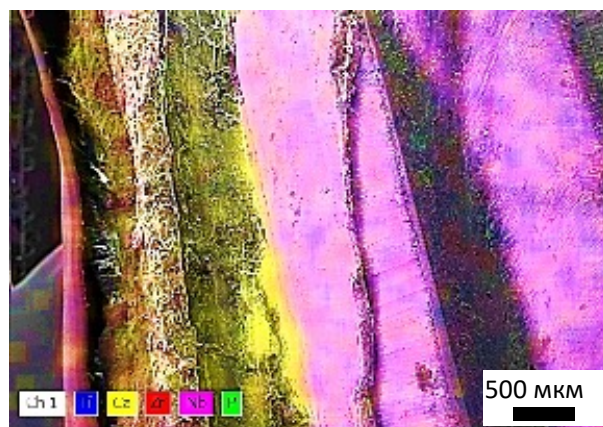
а



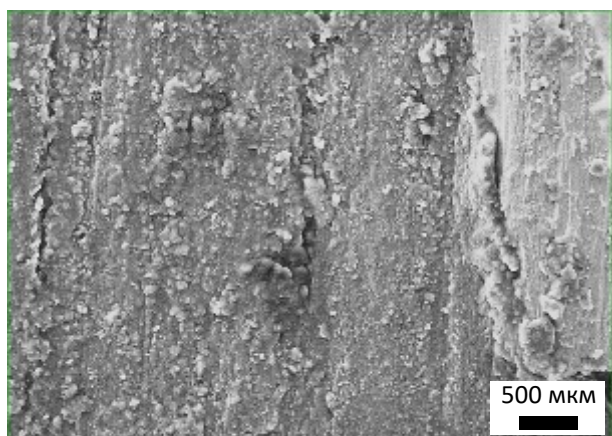
б



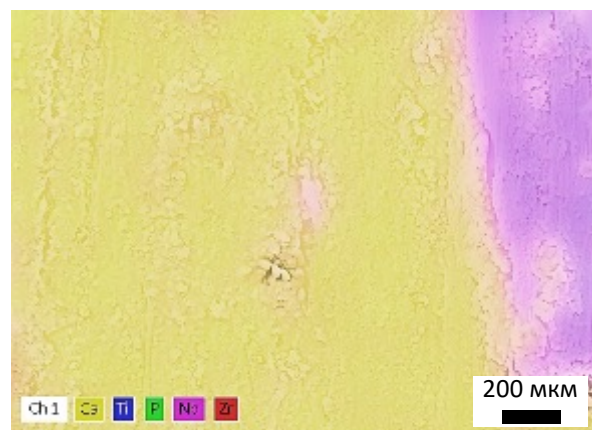
В



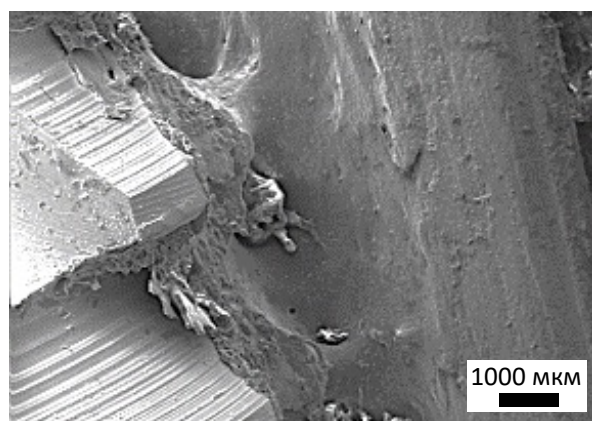
Г



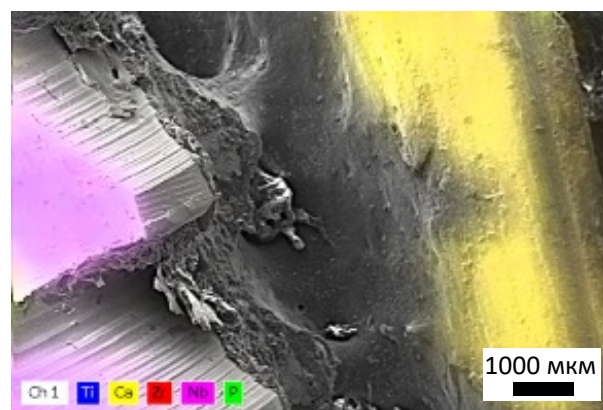
Д



Е



Ж



З

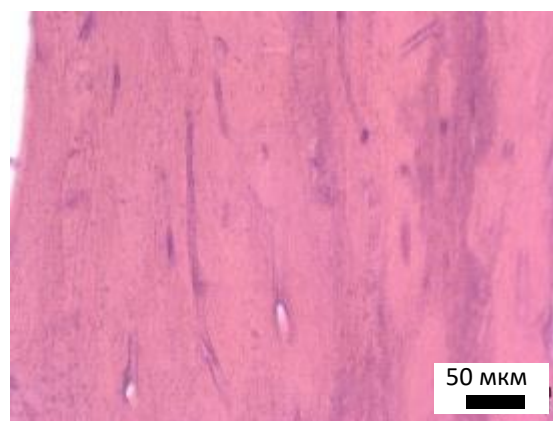
Рисунок 5.5 – Адгезия костной ткани на поверхности проксимальной части интегрированного в культю большеберцовой кости имплантата резьбового типа через 90 суток эксперимента; а, б –остеоинтеграция на поверхности апикальной части имплантата, в,г,д,е – остеоинтеграция резьбовой части проксимального участка имплантата с медиальной стороны, ж,з – с медиальной стороны. Левый столбец изображений- СЭМ, правый- суммарные

элементные карты. Са-желтый, Ti- синий, Р- зеленый, Nb-розовый, Zr-красный

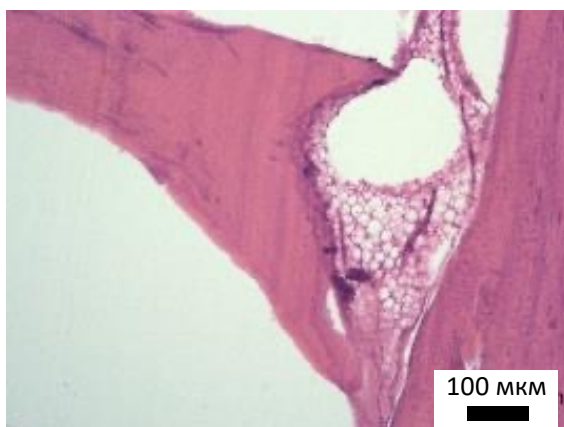
В срединной части костно-имплантационного блока наблюдалась полная интеграция имплантата в костную ткань с медиальной стороны на всем протяжении этой зоны (рис.5.6 а). Отмечено формирование пластинчатой костной ткани в межрезьбовых углублениях. С латеральной поверхности в участках, приближенных к проксимальной зоне, между имплантатом и компактной пластинкой в межрезьбовых углублениях кроме костной ткани пластинчатого строения формировались участки гемопоэтически-жирового костного мозга с расширенными микрососудами (рис.5.6 а, в). Некоторые гаверсовы каналы компактной пластинки были незначительно расширены. Наблюдалось типичное кровоснабжение компактной пластинки сосудами преимущественно микроциркуляторного кровеносного русла (рис. 5.6 б). В некоторых участках новообразованного костного матрикса в межрезьбовых пространствах обнаруживались признаки незначительной имбибиции имплантационного материала в виде скопления частиц микроскопического размера (менее 1 мкм) (рис.5.6 г).



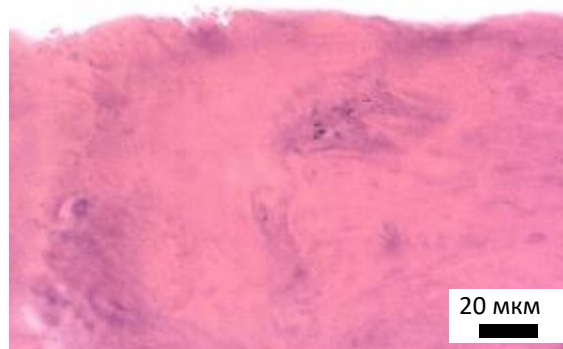
а



б



В



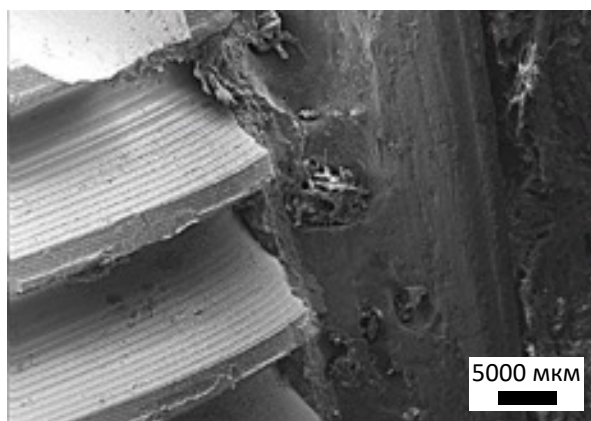
Г

Рисунок 5.6 – Особенности формирования костно-имплантационного блока в срединной части культи большеберцовой кости через 90 суток наблюдения:

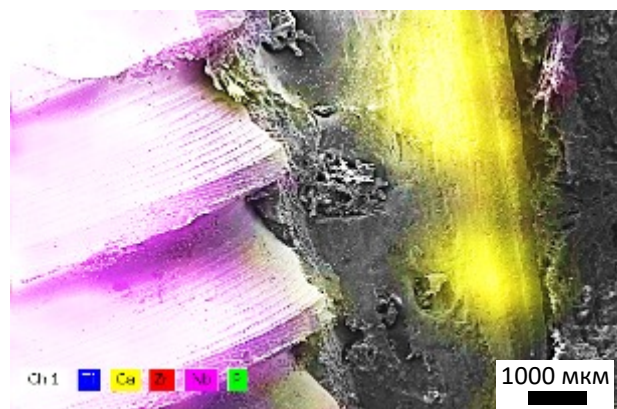
а- фото срединной части анатомического препарата распила культи большеберцовой кости с имплантированным изделием; б- структурная организация компактной пластинки; в — костная ткань в межрезьбовых пространствах имплантата; е –признаки незначительной имбибиции в структурах новообразованной костной ткани в межрезьбовых пространствах.

а – фото участка распила большеберцовой кости; б,в,г – изображения гистологических срезов культи большеберцовой кости. Окраска гематоксилином и эозином

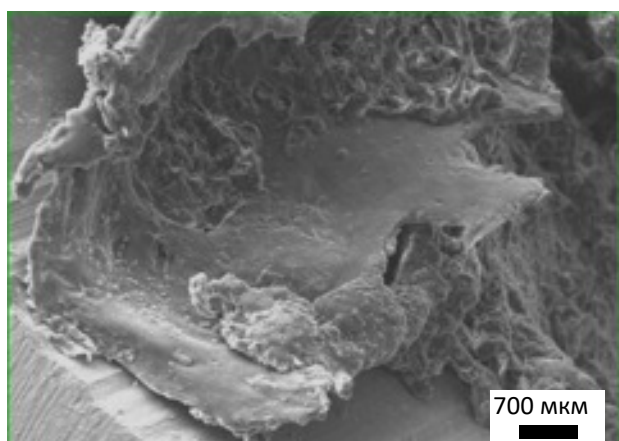
Сканирующая электронная микроскопия и энерго-дисперсионный анализ в виде построения карт распределения элементов в образце подтвердили данные световой микроскопии. Между компактной пластинкой и имплантатом формировалась костная ткань (рис.5.7 а,б), в некоторых участках - с содержанием костного мозга (рис. 5.7 в, г). Тканевой субстрат (преимущественно костная ткань) плотно прилегал к структурированной поверхности имплантата.



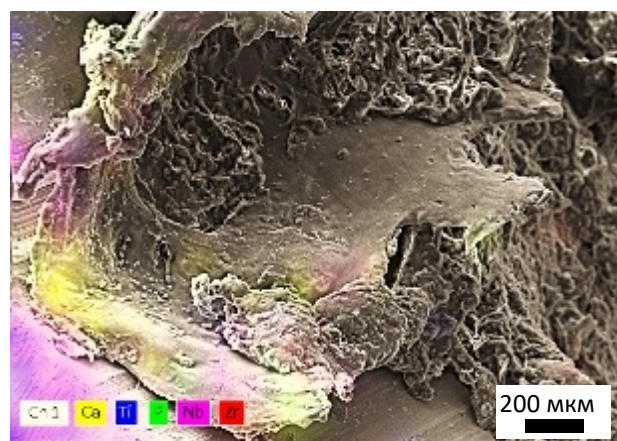
а



б



в

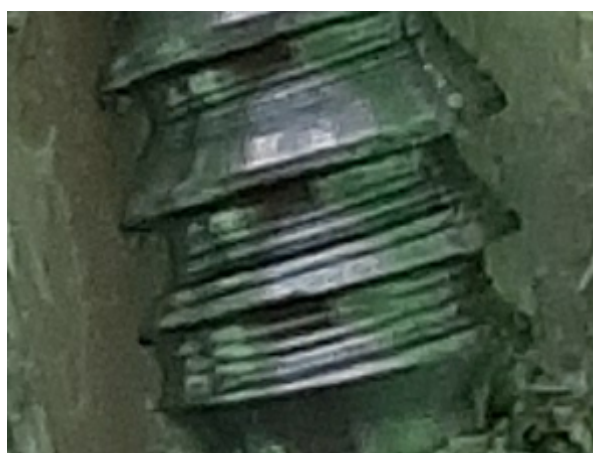


г

Рисунок 5.7 – Адгезия костной ткани на поверхности средней части интегрированного в культю большеберцовой кости имплантата резбового типа через 90 суток эксперимента: а, б – остеоинтеграция на поверхности срединной резбовой части имплантата с медиальной стороны, в,г– остеоинтеграция в межрезбовых промежутках с латеральной стороны, на поверхности имплантата. Костные трабекулы с костным мозгом в межтрабекулярных пространствах. Левый столбец изображений- СЭМ, правый- суммарные элементные карты. Са-желтый, Ti- синий, Р- зеленый, Nb-розовый, Zr- красный

В дистальной части резбовой имплантируемой конструкции межрезбовые промежутки были интегрированы в структуру компактной пластинки по всей окружности (рис.5.8а). Между поверхностью кости и костной тканью наблюдали плотный контакт (рис. 5.8б). В компактной пластинке этой

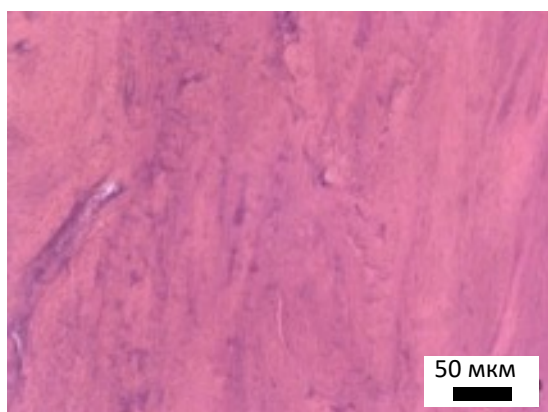
зоны отсутствовали признаки выраженной порозности, отмечалось лишь незначительное расширение некоторых гаверсовых и фолькмановых каналов (рис.5.8в). В межрезьбовых пространствах на всем протяжении дистальной части формировалась пластинчатая костная ткань. Наличие воспалительных инфильтратов или резорбция кости не выявлены (ри.5.8 г). В некоторых единичных участках обнаруживались следы с содержанием скоплений мелаллических частиц микроскопического размера, менее 1 мкм в диаметре (рис.5.8е).



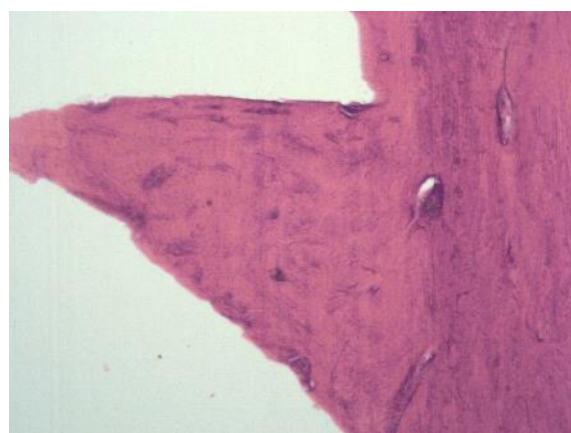
а



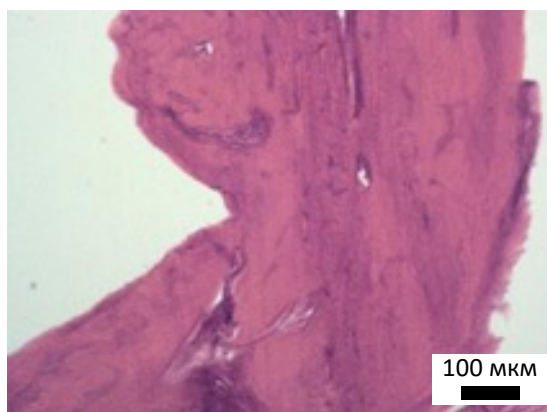
б



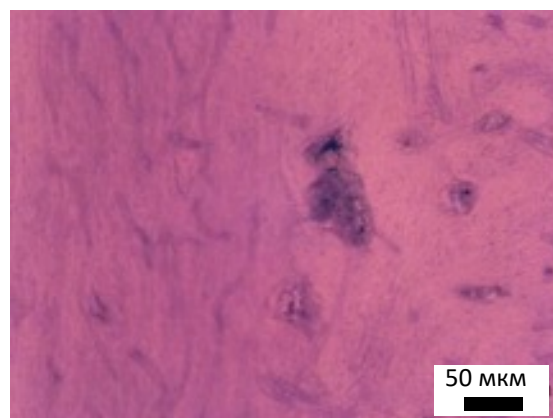
в



г



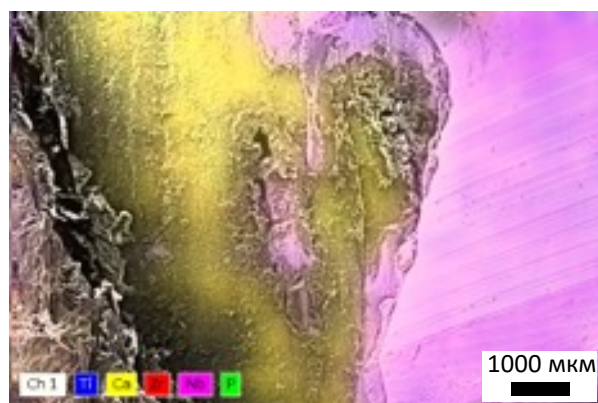
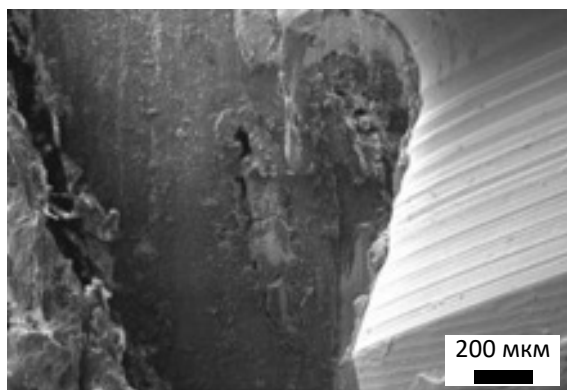
д



е

Рисунок 5.8 – Особенности формирования костно-имплантационного блока в дистальной части культы большеберцовой кости через 90 суток наблюдения: а, б- плотное прилегание кости к имплантированному изделию; в– костная ткань компактной пластинки; г- костная ткань в межребровых пространствах имплантата; д –костная ткань в пазах имплантата у основания культы; е- окраска гематоксилином и эозином. Увеличение:а-1,5х; д,е -100х; е –признаки имбибиции в структурах новообразованной костной ткани в межребровых пространствах.. а,б – фото участка распила большеберцовой кости. б-е – изображения гистологических срезов культы большеберцовой кости. Окраска гематоксилином и эозином

Методом сканирующей электронной микроскопии подтверждено плотное прилегание кости к поверхности имплантата (рис. 5.9а,б). Наблюдали адгезию костных клеток к поверхности имплантата (рис. 5.9 в,г).



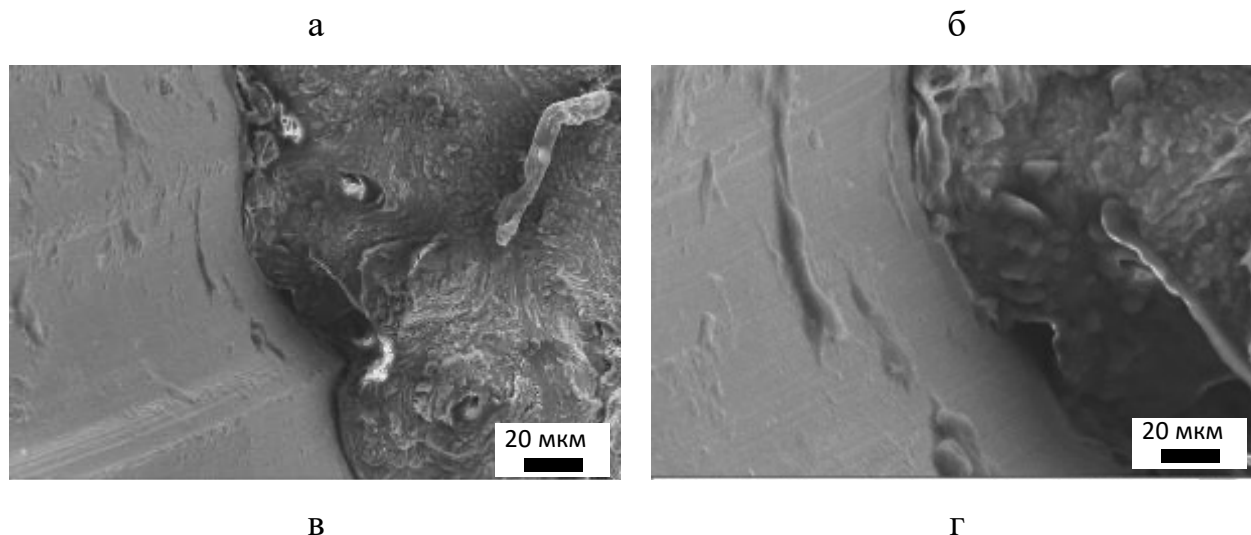


Рисунок 5.9 – Адгезия костной ткани на поверхности дистальной части интегрированного в культю большеберцовой кости имплантата резбового типа через 90 суток эксперимента: а, б – остеоинтеграция на поверхности имплантата, в,г– Плотное прилегание новообразованной костной ткани к поверхности имплантата. Адгезия остеогенных клеток на структурированной поверхности имплантата. а,в,г- СЭМ, Б - элементная карта. Са-желтый, Ti-синий, Р- зеленый, Nb-розовый, Zr- красный

Количественное определение содержания остеотропных элементов показало отсутствие оттока Са и Р из компактной пластинки во всех зонах костно-имплантационного блока (таблица 5.6). Значимой разницы между проксимальной, средней и дистальной частями культи большеберцовой кости с интегрированным внутрикостным имплантатом по этим параметрам не выявлено ($p \geq 0,05$). Соотношение Са/Р во всех зонах было приближено к 3. В новообразованной костной ткани на поверхности имплантата содержание Са было ниже, чем в компактной пластинке почти вдвое, а Р – в среднем, в 1,5 раза. Соотношение Са/Р при этом в проксимальной и средней зонах составляло 2,4, что свидетельствовало о не полной зрелости вновь сформированной костной ткани в этих зонах. В проксимальной и средней части содержание Са и Р не имело достоверных различий ($p \geq 0,05$), а в дистальной – содержание Са превышали таковые в обозначенных зонах на 15% ($p < 0,05$). При этом

содержание Р во всех анализируемых зонах не имело достоверных отличий ($p \geq 0,05$). Отношение Са/Р в дистальной зоне составило 2,7, что характеризовала большую зрелость новообразованной кости в данной зоне.

Таблица 5.6 Содержание остеотропных элементов в различных участках костно-имплантационного блока.

Область исследования	W, % $M \pm \sigma$			
	Компактная пластинка		На поверхности имплантата	
	Са	Р	Са	Р
Проксимальная часть	26,24 $\pm$ 0,57	7,94 $\pm$ 0,25	12,91 $\pm$ 0,4	5,89 $\pm$ 0,27
Средняя часть	24,66 $\pm$ 0,54	8,06 $\pm$ 0,28	12,18 $\pm$ 0,38	5,15 $\pm$ 0,18
Дистальная часть	26,07 $\pm$ 0,65	8,56 $\pm$ 0,28	14,11 $\pm$ 0,52*	5,18 $\pm$ 0,26

* $p < 0,05$ – различия относительно других зон достоверны

Выводы по главе 5

1. Сравнительный анализ методов РК и РКУП показал, что ротационная ковка обеспечивает оптимальное сочетание механических свойств, однородности микроструктуры, технологичности. В этой связи заготовки с УМЗ-структурой после РК были использованы для производства опытных образцов имплантатов.

2. Ранжирование параметров процесса обработки точением, проведенное экспериментальными методами, позволили определить оптимальные режимы точения сплава с УМЗ-структурой критерию минимизации шероховатости поверхности: скорость $V_c = 80$ м/мин и подача $f = 0,075$ мм/об. На основании подобранного режима были изготовлены опытные образцы имплантатов.

3. Проведенные доклинические исследования имплантатов из модифицированного сплава Ti–39Nb–7Zr с УМЗ-структурой показали их высокую биосовместимость и способность к полной интеграции в костную ткань. Гистологический анализ через 90 суток не выявил воспалительных реакций, резорбции или кистозных образований. Имплантаты плотно контактировали как с компактной, так и с трабекулярной костью.

Анализ элементного состава показал отсутствие локальной деминерализации (кальций и фосфор сохранялись), соотношение Са/Р находилось в физиологическом диапазоне (2,4–2,7).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках работы проведено комплексное исследование структуры, свойств и биосовместимости сплава Ti–39Nb–7Zr после термомеханических обработок методами ротационнойковки и равноканального углового прессования.

Для оценки деформированного состояния и свойств в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформацией предложен параметр однородности ее распределения по сечению заготовки $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}}$, который может быть определен методом конечно-элементного моделирования процессов. Конечно-элементное моделирование процесса РК горячекатаных прутков сплава Ti-39Nb-7Zr показало, что после 12-ти циклов пластическая деформация распределяется равномерно по всему сечению получаемой заготовки с УМЗ-структурой, $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 0,2$.

Структурно-фазовый анализ сплава Ti-39Nb-7Zr выявил, что метод РК способствует образованию УМЗ-структуры. После РК за 12 проходов с нагревом до 450 °С в заготовке длиной более 0,5 м формируется волокнистая структура β -фазы с повышенной плотностью дислокаций со средним размером зерен 440 нм. и дисперсными выделениями α -фазы в диапазоне 10...30 нм.

Моделирование процесса РКУП и текстурный анализ позволили установить закономерности локализации деформации в зоне изгиба и пересечения каналов и формирование двухкомпонентной сдвиговой текстуры $\{1-21\}\langle 111 \rangle$ и $\{110\}\langle 001 \rangle$, отклоненной от оси прутка примерно на 20° вследствие одновременного действия сдвиговых и растягивающих компонент деформации. Рассчитанное распределение главных напряжений указывает на неоднородность пластической деформации по длине полученной 100 мм заготовки с УМЗ-структурой.

РКУП сплава Ti39Nb7Zr за 4 прохода с предварительным подогревом при 450 °С, 30 минут обеспечивает образование ультрамелкозернистой структуры со средним размером зерен ≈ 500 нм., однако наблюдается высокая степень неоднородности по сечению заготовки, что приводит к анизотропии свойств.

Предложен, исходя из установленных методами термического анализа температурных интервалов образования промежуточных и равновесных фаз ($V\omega$, ω , α , β) при нагреве псевдо- β -титанового сплаве Ti-39Nb-7Zr сплава после ИПД и литературных данных, диапазон температур старения (400...450°C), который может быть использован для дополнительного упрочнения сплава с УМЗ-структурой без окручивающей ω -фазы.

При сравнительном анализе использования методов РК и РКУП для сплава Ti-39Nb-7Zr показано, что при РК формируется более высокий комплекс свойств ($\sigma_b=830$ МПа, $\sigma_{0,2}=785$ МПа, $d=11\%$ $s=65\%$ $E=72$ ГПа, твердость 340 HV), в сравнении со свойствами при РКУП ($\sigma_b=760$ МПа, $\sigma_{0,2}=740$ МПа, $d=11\%$ $s=65\%$ $E=70$ ГПа, твердость 250 HV), более высокая однородность деформаций ($\Delta\epsilon/\epsilon_{ср} = 0,2$) по сечению заготовки, в сравнении с РКУП ($\Delta\epsilon/\epsilon_{ср} = 1,8$), а также лучшей технологичностью для серийного производства медицинских имплантатов (длина прутка $L=600$ мм после РК, $L=80$ мм после РКУП).

Доклинические испытания опытных образцов имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой обеспечивают активный остеоинтеграционный процесс новообразование костной ткани по всей длине поверхности имплантата. Содержание Са находится в диапазоне от $12,18\pm 0,38$ до $14,11\pm 0,52$, фосфора Р в пределах от $5,15\pm 0,18$ до $5,89\pm 0,27$. Таким образом, отношение Са/Р в дистальной зоне достигло величину 2,7, что характеризует большую зрелость новообразованной кости. Величина данного отношения в компактной пластине трабекулярной кости кролика во всех зонах исследования (проксимальной, средней и дистальной части) было приближено к 2,9...3. Отличие составляет не более 11 %.

Результаты исследования, полученные в работе, были практически использованы для изготовления медицинских имплантатов ортопедического назначения на ООО «Предприятие «Сенсор» и прошли успешное апробирование при доклинических испытаниях на кроликах породы «шиншилла» в НМИЦ ТО имени академика Г. А. Илизарова, что подтверждено актом использования.

Направления дальнейших исследований.

Перспективным направлением исследований является дальнейшая оптимизация режимов ротационнойковки и равноканального углового прессования. Изучение влияния температуры, скорости деформации и числа проходов позволит повысить однородность структуры и уточнить технологические параметры, обеспечивающие формирование ультрамелкозернистого состояния с заданными свойствами.

Важным направлением является оценка стабильности структуры и свойств при эксплуатации. Изучение поведения сплава в условиях термических воздействий и циклических нагрузок позволит определить долговечность ультрамелкозернистого состояния, его устойчивость к релаксации напряжений, а также усталостную прочность и коррозионную стойкость в биологических средах.

Немаловажным является направление развития технологии ротационнойковки в части повышения степени накопленной деформации и получения прямолинейных заготовок с УМЗ-структурой длиной более 1,5 м с высокой геометрической точностью для серийного изготовления имплантатов на продольных автоматах с ЧПУ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Santos R. F. M., Reis C. N., Afonso C. R. M. Influence of Zr content in Ti–40Nb–xZr alloys on the microstructure, elastic modulus and microhardness // *Materials Research*. — 2023. — T. 26. — C. e20220592.
2. Gatina S. A., et al. Microstructure and mechanical properties of β -titanium Ti–15Mo alloy produced by combined processing including ECAP-conform and drawing // *Materials*. — 2022. — T. 15. — № 23. — C. 8666.
3. Popov A. A., et al. Effect of zirconium alloying on the structure and properties of alloys of the Ti–40% Nb system // *Metal Science and Heat Treatment*. — 2023. — T. 64. — № 9. — C. 516–521.
4. Han X. et al. Microstructure and mechanical property evolution mechanisms of 15Cr14Co12Mo5Ni2WA aviation gear steel during cold rotary forging // *Journal of Materials Research and Technology*. — 2023. — T. 24. — C. 3005-3022.
5. Krishnamurthy B. et al. On the specifics of modelling of rotary forging processes // *Computer Methods in Materials Science*. — 2017. — T. 17. — №. 1. — C. 22-29.
6. Sheremetyev V. et al. Effect of ECAP and annealing on structure and mechanical properties of metastable beta Ti-18Zr-15Nb (at.%) alloy // *Materials Letters*. — 2021. — T. 305. — C. 130760.
7. Rogachev S. O. et al. Rotary forging to improve the strength properties of the Zr–2.5% Nb alloy // *Physics of Metals and Metallography*. — 2022. — T. 123. — №. 9. — C. 939-944.
8. Lukashevich K. et al. Comparative Study of Mechanical and Functional Properties of Age-Hardened Superelastic Ti–Zr–Nb Alloy with Different Initial Microstructures // *Shape Memory and Superelasticity*. — 2024. — C. 1-15.
9. Korenev A. A., Illarionov A. G. The effect of cold deformation on the structure, texture, elastic and microdurometric properties of biocompatible beta-titanium alloys based on Ti–Nb–Zr system // *Physics of Metals and Metallography*. — 2023. — T. 124. — №. 6. — C. 575-582.

10. Коренев А.А. Влияние легирования и термомеханической обработки на структурно-фазовое состояние и свойства биосовместимых β -сплавов титана на базе системы Ti-Nb-Zr: дис. канд. техн. наук: спец. 2.6.1 / Коренев А.А. – Екатеринбург, 2024. – 136 с.
11. The Williams dictionary of biomaterials. — Liverpool: Liverpool University Press, 1999. — 343 p.
12. Va Vasilev K., Cook J., Griesser H. J. Antibacterial surfaces for biomedical devices // Expert Review of Medical Devices. — 2009. — Т. 6. — № 5. — С. 553–567.
13. Parida P., Behera A., Mishra S. C. Classification of biomaterials used in medicine // International Journal of Advances in Applied Sciences (IJAAS). — 2012. — Т. 1. — № 3. — С. 31–35.
14. Wancket L. M., Schuh J. A. C. L., Drevon-Gaillot E. Biomedical materials and devices // Haschek and Rousseaux's Handbook of Toxicologic Pathology. — Amsterdam: Academic Press, 2023. — С. 427–466.
15. Li Y. et al. In vitro degradation and biocompatibility evaluation of typical biodegradable metals (Mg/Zn/Fe) for the application of tracheobronchial stenosis //Bioactive materials. – 2019. – Т. 4. – С. 114-119.
16. Zhang E. et al. Microstructure, mechanical and corrosion properties and biocompatibility of Mg–Zn–Mn alloys for biomedical application //Materials Science and Engineering: C. – 2009. – Т. 29. – №. 3. – С. 987-993.
17. Chong E. T. J., Ng J. W., Lee P. C. Classification and medical applications of biomaterials: a mini review // Bio Integration. — 2023. — Т. 4. — № 2. — С. 54.
18. Gupta P. K. Sources, classification, synthesis, and biomedical applications //Nanotoxicology in Nanobiomedicine. – Cham : Springer International Publishing, 2023. – С. 23-36.
19. Qiu Y. et al. Introduction of materials genome technology and its applications in the field of biomedical materials //Materials. – 2023. – Т. 16. – №. 5. – С. 1906.

20. Virtanen S. Corrosion of biomedical implant materials //Corrosion Reviews. – 2008. – T. 26. – №. 2-3. – C. 147-171.
21. Panin S. et al. Mechanical and tribotechnical characteristics of nanocomposites based on mixture of ultrahigh molecular weight polyethylene and polypropylene //Advanced Materials Research. – 2014. – T. 872. – C. 36-44.
22. Anselme K., Bigerelle M. Role of materials surface topography on mammalian cell response //International Materials Reviews. – 2011. – T. 56. – №. 4. – C. 243-266.
23. Jamshidi P. et al. Selective laser melting of Ti-6Al-4V: the impact of post-processing on the tensile, fatigue and biological properties for medical implant applications //Materials. – 2020. – T. 13. – №. 12. – C. 2813.
24. Saitova L. R. et al. Cyclic deformation behavior and fatigue lives of ultrafine-grained Ti-6Al-4V ELI alloy for medical use //International Journal of Fatigue. – 2009. – T. 31. – №. 2. – C. 322-331.
25. Жеребцов С. В. Структурные изменения в ходе большой пластической деформации и развитие методов получения ультрамелкозернистой структуры в полуфабрикатах из сплавов на основе титана: дис. ... д-ра техн. наук: 05.16.01. – Екатеринбург, 2013. – 315 с.
26. Kral, P., Dvorak, J., Zhherebtsov, S., Salishchev, G., Kvapilova, M., & Sklenicka, V. Effect of severe plastic deformation on creep behaviour of a Ti–6Al–4V alloy // Journal of Materials Science. – 2013. – T. 48. – № 13. – C. 4789–4795.
27. Ozerov M., Sokolovsky V., Yurchenko N., Astakhov I., Povolyaeva E., Plekhov O., Tagirov D., Stepanov N., Zhherebtsov S. Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of a cast TiNbZr-based composite reinforced with borides // Metals. – 2024. – T. 14. – C. 104.
28. Valiev R. Z. et al. Functional and Multifunctional Properties of UFG Metallic Materials //Ultrafine-Grained Materials. – Cham : Springer International Publishing, 2024. – C. 61-94.

29. Valiev R. Z. et al. Innovations and Commercialization of UFG Materials //Ultrafine-Grained Materials. – Cham : Springer International Publishing, 2024. – C. 141-165.
30. Mao Q., Liu Y., Zhao Y. A review on mechanical properties and microstructure of ultrafine grained metals and alloys processed by rotary swaging //Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – T. 896. – C. 163122.
31. Chuvil'deev V. N. et al. Corrosion–Fatigue Fracture of the Ultrafine-Grained PT-7M Titanium Alloy Fabricated by Rotary Forging //Russian Metallurgy (Metally). – 2020. – T. 2020. – №. 7. – C. 767-778.
32. Rogachev S. O. et al. Structure, mechanical and physical properties of Cu/Al–10% La composite produced by rotary forging //Metals. – 2022. – T. 12. – №. 10. – C. 1755.
33. Miura H. et al. An approach for room-temperature multi-directional forging of pure titanium for strengthening //Materials Science and Engineering: A. – 2018. – T. 731. – C. 603-608.
34. Marty B. et al. Recrystallization and work-hardening prediction during forging process of Inconel 718 //Superalloys. – 1997. – T. 718. – C. 625-706.
35. Liu J. et al. Effect of cold forging and static recrystallization on microstructure and mechanical property of magnesium alloy AZ31 //Materials transactions. – 2010. – T. 51. – №. 2. – C. 341-346.
36. Pérez M. et al. Impact of forging direction on the recrystallization behaviour of nickel base superalloy AD730 billet material at subsolvus temperatures //Materials Characterization. – 2018. – T. 146. – C. 169-181.
37. Petrik J. et al. CrystalMind: A surrogate model for predicting 3D models with recrystallization in open-die hot forging including an optimization framework //Mechanics of Materials. – 2024. – T. 189. – C. 104875.
38. Li H., Huang Y., Liu Y. Dynamic recrystallization mechanisms of as-forged Al–Zn–Mg–(Cu) aluminum alloy during hot compression deformation //Materials Science and Engineering: A. – 2023. – T. 878. – C. 145236.

39. Rodriguez J. S. et al. Effect of Aluminum Content on the Dynamic Recrystallization of Fe18Mn x Al0. 74C Steels During Hot-Forging Treatments //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2022. – Т. 53. – №. 8. – С. 2961-2976.
40. Wang K. L. et al. Study of the dynamic recrystallization of Ti–6.5 Al–3.5 Mo–1.5 Zr–0.3 Si alloy in β -forging process via Finite Element Method modeling and microstructure characterization //Materials & Design. – 2011. – Т. 32. – №. 3. – С. 1283-1291.
41. Huang S. et al. Forging Treatment Realized the Isotropic Microstructure and Properties of Selective Laser Melting GH3536 //Journal of Manufacturing and Materials Processing. – 2023. – Т. 7. – №. 6. – С. 213.
42. Hawryluk M. et al. Improvement of the technology of precision forging of connecting rod-type forgings in a multiple system, in the aspect of the possibilities of process robotization by means of numerical modeling //Materials. – 2024. – Т. 17. – №. 5. – С. 1087.
43. Stolyarov V. V. et al. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti //Materials Science and Engineering: A. – 2001. – Т. 299. – №. 1-2. – С. 59-67.
44. Djavanroodi F. et al. Designing of ECAP parameters based on strain distribution uniformity //Progress in natural science: Materials international. – 2012. – Т. 22. – №. 5. – С. 452-460.
45. Raab G. J. et al. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform //Materials Science and Engineering: A. – 2004. – Т. 382. – №. 1-2. – С. 30-34.
46. Рааб, Г. И. Развитие научных основ технологий интенсивной пластической деформации и создание оборудования по схеме равноканального углового прессования для получения ультрамелкозернистых металлических полуфабрикатов: автореферат диссертации на соискание ученой степени д-ра техн. наук: 05.03.05 / Г. И. Рааб. - Уфа, 2009. - 36 с.

47. Wagner S. et al. Effect of ECAP and heat treatment on microstructure and mechanical properties of a SiC reinforced Al-Cu alloy //Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. – 2010. – T. 41. – №. 9. – С. 704-710.

48. Illgen C. et al. Evolution of grain refinement in AA5083 sheet metal processed by ECAP //Light Metals 2020. – Cham : Springer International Publishing, 2020. – С. 362-369.

49. Gruber M. et al. Establishing Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) for sheet metals by using backpressure: manufacturing of high-strength aluminum AA5083 sheets //The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2023. – T. 127. – №. 7. – С. 3481-3495.

50. Berndt N., Reiser N. A., Wagner M. F. X. Evolution of plastic deformation during multi-pass ECAP of an AA6060 aluminum alloy–An experimental flow line analysis //Journal of Materials Research and Technology. – 2025. – T. 34. – С. 359-371.

51. Hajizadeh K., Farhad H., Kurzydowski K. J. Effect of ECAP processing routes on the microstructural characteristics of commercial purity titanium //Applied Physics A. – 2023. – T. 129. – №. 8. – С. 583.

52. Zharebtsov S., Salishchev G., Łojkowski W. Strengthening of a Ti–6Al–4V titanium alloy by means of hydrostatic extrusion and other methods // Materials Science and Engineering: A. – 2009. – T. 515, № 1–2. – С. 43–48.

53. Wroński M. et al. Microstructure, texture and mechanical properties of titanium grade 2 processed by ECAP (route C) //Metals and Materials International. – 2018. – T. 24. – №. 4. – С. 802-814.

54. Raab G. I. et al. The formation of a high-strength state in martensitic Ti Grade 4 by ECAP //Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – T. 922. – С. 166205.

55. Lin Z. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti–35Nb–3Zr–2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP) //Materials Science and Engineering: C. – 2013. – T. 33. – №. 8. – С. 4551-4561.

56. Шереметьев В. А. и др. Получение длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti–Zr–Nb с памятью формы для костных имплантатов

методами комбинированной термомеханической обработки // Перспективные материалы и технологии. — 2021. — С. 310–311.

57. Жеребцов, С.В. Эффективность упрочнения титана и титановых сплавов различного класса при формировании ультрамелкозернистой структуры большой пластической деформацией / С.В. Жеребцов // Металлы. - 2012. - №6 С.63-69.

58. Santos R. F. M., Ricci V. P., Afonso C. R. M. Influence of swaging on microstructure, elastic modulus and vickers microhardness of β Ti-40Nb Alloy for implants //Journal of Materials Engineering and Performance. – 2021. – Т. 30. – №. 5. – С. 3363-3369.

59. А. Ю. Смолин, Г. М. Аникеева, Е. В. Шилько, С. Г. Псахье, “Моделирование деформации наноструктурных покрытий на титановой подложке при наноиндентировании”, Вестн. Томск. гос. ун-та. Матем. и мех., 2013, № 4(24), 111–125.

60. Zimina V. A., Smolin I. Y. Stochastic modeling of mechanical behavior of materials with heterogeneous structure // Russian Physics Journal. — 2025. — Т. 68. — С. 570–577.

61. Akhmetshin L., Iokhim K., Kazantseva E., Smolin I. Influence of Topological Defects on the Mechanical Response of Unit Cells of the Tetrachiral Mechanical Metamaterial // Designs. — 2023. — Т. 7. — № 6. — С. 129.

62. Knyazeva A. G., Akhmetshin L. R., Smolin I. Yu. Solution of the plane thermoelasticity problems based on a new set of equations // Applied Mathematical Modelling. — 2025. — Vol. 137, Part A. — Article 115652.

63. Kuznetsov V., Smolin I., Skorobogatov A., Akhmetov A. Finite element simulation and experimental investigation of nanostructuring burnishing AISI 52100 steel using an inclined flat cylindrical tool // Applied Sciences. – 2023. – Vol. 13. – Article 5324.

64. Sulkowski B. et al. Evolution of strength and structure during SPD processing of Ti–45Nb alloys: experiments and simulations //Journal of Materials Science. – 2014. – Т. 49. – №. 19. – С. 6648-6655.

65. Zhang D. et al. Numerical and physical simulation of new SPD method combining extrusion and equal channel angular pressing for AZ31 magnesium alloy //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2010. – T. 20. – №. 3. – С. 478-483.
66. Skryabina N. et al. Microstructure optimization of Mg-alloys by the ECAP process including numerical simulation, SPD treatments, characterization, and hydrogen sorption properties //Molecules. – 2018. – T. 24. – №. 1. – С. 89.
67. Zhilyaev A. P., Gimazov A. A., Langdon T. G. Recent developments in modelling of microhardness saturation during SPD processing of metals and alloys //Journal of Materials Science. – 2013. – T. 48. – №. 13. – С. 4461-4466.
68. Segal V. Review: modes and processes of severe plastic deformation (SPD) // Materials. — 2018. — T. 11. — С. 1175.
69. Darki S., Raskatov E. Y. Analysis of the hot radial forging process according to the finite element method //The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2020. – T. 110. – №. 3. – С. 1061-1070.
70. Таупек И. М., Лисовский А. В. Влияние технологических параметров на напряжённо-деформированное состояние осевой зоны заготовки при ковке на радиально-ковочных машинах //Моделирование и развитие процессов ОМД. – 2018. – №. 24. – С. 80-88.
71. Bryła K., Horky J. Magnesium alloys processed by severe plastic deformation (SPD) for biomedical applications: an overview //Materials Transactions. – 2023. – T. 64. – №. 8. – С. 1709-1723.
72. Смолин А. Ю., Смолин И. Ю. Методы частиц для решения задач механики и физики деформируемого твёрдого тела : учеб.-метод. пособие. — Томск : Изд-во Томского гос. ун-та, 2024. — 60 с.
73. Akhmetshin L. R., Smolin I. Yu., Buyakova S. P. Numerical study of hard-metal powder compaction // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2021. – Vol. 1093. – P. 012002.

74. Abd El Aal M. I. Prediction of hardness distribution during SPD process based on FEM simulations: case study of ECAP and HPT processes //Materials Research Express. – 2021. – T. 8. – №. 8. – C. 086521.

75. Jabłońska M. B. et al. Dual rolls equal channel extrusion as unconventional SPD process of the ultralow-carbon steel: finite element simulation, experimental investigations and microstructural analysis //Archives of Civil and Mechanical Engineering. – 2021. – T. 21. – №. 1. – C. 25.

76. Abd El Aal M. I. 3D FEM simulations and experimental validation of plastic deformation of pure aluminum deformed by ECAP and combination of ECAP and direct extrusion //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2017. – T. 27. – №. 6. – C. 1338-1352.

77. Ghosh A., Ghosh M. 3D FEM simulation of Al-Zn-Mg-Cu alloy during multi-pass ECAP with varying processing routes //Materials Today Communications. – 2021. – T. 26. – C. 102112.

78. Alateyah A. I. et al. Optimizing the ECAP processing parameters of pure Cu through experimental, finite element, and response surface approaches //Reviews on Advanced Materials Science. – 2023. – T. 62. – №. 1. – C. 20220297.

79. Hawryluk M., Jakubik J. Analysis of forging defects for selected industrial die forging processes //Engineering Failure Analysis. – 2016. – T. 59. – C. 396-409.

80. Fan L., Wang Z., Wang H. 3D finite element modeling and analysis of radial forging processes //Journal of Manufacturing Processes. – 2014. – T. 16. – №. 2. – C. 329-334.

81. Mi Z. R., et al. Problem of stress shielding and improvement to the hip implant designs: a review // J. Med. Sci. — 2007. — T. 7. — № 3. — C. 460–467.

82. Sumner D. R., Galante J. O. Determinants of stress shielding: design versus materials versus interface // Clinical Orthopaedics and Related Research. — 1992. — T. 274. — C. 202–212.

83. Savio D., Bagno A. When the total hip replacement fails: A review on the stress-shielding effect //Processes. – 2022. – T. 10. – №. 3. – C. 612.

84. Sumner D. R. Long-term implant fixation and stress-shielding in total hip replacement //Journal of biomechanics. – 2015. – T. 48. – №. 5. – C. 797-800.
85. Shahzamanian M. M. et al. Analysis of stress shielding reduction in bone fracture fixation implant using functionally graded materials //Composite Structures. – 2023. – T. 321. – C. 117262.
86. Zhang L. et al. A topology strategy to reduce stress shielding of additively manufactured porous metallic biomaterials //International Journal of Mechanical Sciences. – 2021. – T. 197. – C. 106331.
87. Denard P. J. et al. Stress shielding of the humerus in press-fit anatomic shoulder arthroplasty: review and recommendations for evaluation //Journal of shoulder and elbow surgery. – 2018. – T. 27. – №. 6. – C. 1139-1147.
88. Chmielewska A., Dean D. The role of stiffness-matching in avoiding stress shielding-induced bone loss and stress concentration-induced skeletal reconstruction device failure //Acta biomaterialia. – 2024. – T. 173. – C. 51-65.
89. Fini M. et al. Osteoporosis and biomaterial osteointegration //Biomedicine & pharmacotherapy. – 2004. – T. 58. – №. 9. – C. 487-493.
90. Albrektsson T., Johansson C. Osteoinduction, osteoconduction and osseointegration //European spine journal. – 2001. – T. 10. – №. Suppl 2. – C. S96-S101.
91. Walter N. et al. Evolution of implants and advancements for osseointegration: A narrative review //Injury. – 2022. – T. 53. – C. S69-S73.
92. Stich T. et al. Implant-bone-interface: Reviewing the impact of titanium surface modifications on osteogenic processes in vitro and in vivo //Bioengineering & translational medicine. – 2022. – T. 7. – №. 1. – C. e10239.
93. Sartori M. et al. Collagen type I coating stimulates bone regeneration and osteointegration of titanium implants in the osteopenic rat //International orthopaedics. – 2015. – T. 39. – №. 10. – C. 2041-2052.
94. Zhu Y. et al. Regulation of macrophage polarization through surface topography design to facilitate implant-to-bone osteointegration //Science advances. – 2021. – T. 7. – №. 14. – C. eabf6654.

95. Xu D. et al. Enhancing titanium-osteointegration: antimicrobial, anti-inflammatory and osteogenic properties of multifunctional coatings through layer-by-layer self-assembly // *Applied Surface Science*. – 2025. – T. 686. – C. 162149.
96. Wu Y. et al. Fracture strength and osseointegration of an ultrafine-grained titanium mini dental implant after macromorphology optimization // *ACS Biomaterials Science & Engineering*. – 2019. – T. 5. – №. 8. – C. 4122-4130.
97. Kuffner B. H. B. et al. Production and characterization of a 316L stainless steel/ β -TCP biocomposite using the functionally graded materials (FGMs) technique for dental and orthopedic applications // *Metals*. – 2021. – T. 11. – №. 12. – C. 1923.
98. Pippenger B. E. et al. Surface modification of ultrafine-grained titanium: Influence on mechanical properties, cytocompatibility, and osseointegration potential // *Clinical oral implants research*. – 2019. – T. 30. – №. 1. – C. 99-110.
99. Lowe T. C., Reiss R. A. Understanding the biological responses of nanostructured metals and surfaces // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing, 2014. – T. 63. – №. 1. – C. 012172.
100. Martynenko N. et al. Structure, biodegradation, and in vitro bioactivity of Zn–1% Mg alloy strengthened by high-pressure torsion // *Materials*. – 2022. – T. 15. – №. 24. – C. 9073.
101. Jung B. A. et al. Does thread design influence relative bone-to-implant contact rate of palatal implants? // *Journal of Orofacial Orthopedics*. – 2011. – T. 72. – C. 204-213.
102. Kielbassa A. M. et al. Randomized controlled trial comparing a variable-thread novel tapered and a standard tapered implant: interim one-year results // *The Journal of Prosthetic Dentistry*. – 2009. – T. 101. – №. 5. – C. 293-305.
103. Ishizaki T. et al. Effects of thread design on soft and hard tissue healing around implants in lipopolysaccharide-induced peri-implantitis-like lesions in rat maxillae // *Journal of Oral Biosciences*. – 2025. – T. 67. – №. 1. – C. 100620.
104. Fanali S. et al. The effect of threads geometry on insertion torque (IT) and periotest implant primary stability: a high-density polyurethane simulation for the anterior mandible // *Crystals*. – 2021. – T. 11. – №. 3. – C. 308.

105. Koutouzis T., Gadalla H., Lundgren T. Bacterial Colonization of the Implant-Abutment Interface (IAI) of Dental Implants with a Sloped Marginal Design: An in-vitro Study //Clinical implant dentistry and related research. – 2016. – T. 18. – №. 1. – C. 161-167.
106. Tonin B. S. H. et al. Effects of tightening torque on screw stress and formation of implant-abutment microgaps: A finite element analysis //The Journal of Prosthetic Dentistry. – 2022. – T. 127. – №. 6. – C. 882-889.
107. Arciola C. R., Campoccia D., Montanaro L. Implant infections: adhesion, biofilm formation and immune evasion //Nature reviews microbiology. – 2018. – T. 16. – №. 7. – C. 397-409.
108. Pešková V. et al. The influence of implant surface properties on cell adhesion and proliferation //Journal of Materials Science: Materials in Medicine. – 2007. – T. 18. – №. 3. – C. 465-473.
109. Filipović U. et al. Bacterial adhesion on orthopedic implants //Advances in Colloid and Interface Science. – 2020. – T. 283. – C. 102228.
110. Levy H. A. et al. Impact of surface roughness and bulk porosity on spinal interbody implants //Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials. – 2023. – T. 111. – №. 2. – C. 478-489.
111. Stich T. et al. Implant-bone-interface: Reviewing the impact of titanium surface modifications on osteogenic processes in vitro and in vivo //Bioengineering & translational medicine. – 2022. – T. 7. – №. 1. – C. e10239.
112. Gehrke S. A. et al. New implant macrogeometry to improve and accelerate the osseointegration: an in vivo experimental study //Applied Sciences. – 2019. – T. 9. – №. 15. – C. 3181.
113. Gehrke S. A. et al. Can changes in implant macrogeometry accelerate the osseointegration process?: An in vivo experimental biomechanical and histological evaluations //PLoS One. – 2020. – T. 15. – №. 5. – C. e0233304.
114. Lin L. et al. Enhanced osseointegration of medical titanium implant with surface modifications in micro/nanoscale structures //Journal of Orthopaedic Translation. – 2014. – T. 2. – №. 1. – C. 35-42.

115. Kononovich N. A. et al. Kinetics of calcium and phosphate release from the surface of implants coated using different techniques //Biomedical Engineering. – 2019. – Т. 53. – №. 3. – С. 190-193.
116. Maxian S. H., Zawadsky J. P., Dunn M. G. Effect of Ca/P coating resorption and surgical fit on the bone/implant interface //Journal of biomedical materials research. – 1994. – Т. 28. – №. 11. – С. 1311-1319.
117. Mehjabeen A., Xu W., Qiu D., Qian M. Redefining the β -Phase Stability in Ti-Nb-Zr Alloys for Alloy Design and Microstructural Prediction // JOM. – 2018. – Т. 70. – № 10. – С. 2254-2259.
118. Федотов С. Г., Белоусов О.К. Упругие свойства многокомпонентных сплавов титана с молибденом, ванадием и ниобием. Доклады Академии наук СССР. 1964. Т.155. №6. С. 1387–1390.
119. Илларионов А. Г., Гриб С. В., Илларионова С. М., Попов А. А. Взаимосвязь между структурой, фазовым составом и физико-механическими свойствами у закалённых Ti–Nb сплавах // Физика металлов и металловедение. — 2019. — Т. 120. — № 2. — С. 150–156.
120. De Fontaine D. Mechanical instabilities in the bcc lattice and the beta to omega phase transformation //Acta metallurgica. – 1970. – Т. 18. – №. 2. – С. 275-279.
121. Batista K. E. A., Da Silva J. L. F., Piotrowski M. J. Ab Initio Investigation of the Role of Atomic Radius in the Structural Formation of Pt n TM55–n (TM= Y, Zr, Nb, Mo, and Tc) Nanoclusters //The Journal of Physical Chemistry C. – 2018. – Т. 122. – №. 13. – С. 7444-7454.
122. Santos R. F. M., Ricci V. P., Afonso C. R. M. Influence of swaging on microstructure, elastic modulus and vickers microhardness of β Ti-40Nb Alloy for implants //Journal of Materials Engineering and Performance. – 2021. – Т. 30. – №. 5. – С. 3363-3369.
123. Wang B., Wang X., Li J. Formation and microstructure of ultrafine-grained titanium processed by multi-directional forging //Journal of Materials Engineering and Performance. – 2016. – Т. 25. – С. 2521-2527.

124. Lin Z. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti–35Nb–3Zr–2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP) //Materials Science and Engineering: C. – 2013. – Т. 33. – №. 8. – С. 4551-4561.
125. Song J. et al. Effects of ECAP and Aging on Mechanical and Superelastic Behaviors of Ti-Mo-Based and Ti-25at.% Nb SMAs //Journal of materials engineering and performance. – 2012. – Т. 21. – №. 12. – С. 2546-2552.
126. Yan W., Pun C. L., Simon G. P. Conditions of applying Oliver–Pharr method to the nanoindentation of particles in composites //Composites Science and Technology. – 2012. – Т. 72. – №. 10. – С. 1147-1152.
127. Коренев А. А. Влияние легирования и термомеханической обработки на структурно-фазовое состояние и свойства биосовместимых β -сплавов титана на базе системы Ti-Nb-Zr: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук: 2.6. 1 : дис. – б. и., 2024.
128. Guo Y. et al. On the mechanical properties of TiNb based alloys //Journal of alloys and compounds. – 2013. – Т. 571. – С. 25-30.
129. Guo S. et al. Uniaxial tensile deformation behavior of a sandwich-like structural TiNb-NiTi composite for biomedical applications //Rare Metals. – 2021. – Т. 40. – №. 12. – С. 3627-3634.
130. Liu X. et al. State-of-the-Art Review of the Simulation of Dynamic Recrystallization //Metals. – 2024. – Т. 14. – №. 11. – С. 1230.
131. Lavrentev F. F. The type of dislocation interaction as the factor determining work hardening //Materials Science and Engineering. – 1980. – Т. 46. – №. 2. – С. 191-208.
132. Gražulis S. et al. Crystallography Open Database—an open-access collection of crystal structures //Applied Crystallography. – 2009. – Т. 42. – №. 4. – С. 726-729.

Приложение

Основные публикации по теме

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК и Аттестационным советом УрФУ:

1. Mukanov G. Zh., Kuznetsov V. P. The effect of the stress-strain state during rotary forging on the microstructure and properties of the Ti–39Nb–7Zr titanium alloy // *Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures*. — 2024. — Iss. 6. — P. 91–106.

2. Mukanov G. Z., et al. Finite element simulation of frictional surface hardening by a rotary tool during the hardening of the faces of fixation holes for washers // *Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures*. — 2023. — Iss. 5. — P. 53–68.

3. Illarionov A., Mukanov G., Stepanov S., Kuznetsov V., Karelin R., Andreev V., Korelin A. Microstructure and physico-mechanical properties of biocompatible titanium alloy Ti–39Nb–7Zr after rotary forging // *Metals*. — 2024. — T. 14. — № 5. — С. 497.

4. Eroshenko A. Y., Legostaeva E. V., Uvarkin P. V., Tolmachev A. I., Khimich M. A., Kuznetsov V. P., Mukanov G. Zh., Sharkeev Y. P. Evolution of microstructure and mechanical properties of Ti–Nb–Zr and Ti–Nb–Zr–Ta–Sn alloys in severe plastic deformation // *Materials Letters*. — 2025. — T. 382. — С. 137805.

Другие публикации:

5. Илларионов А. Г., Кузнецов В. П., Муканов Г. Ж., Степанов С. И., Коренев А. А., Карелин Р. Д. Структура и свойства биоинертного титанового сплава Ti–39Nb–7Zr, подвергнутого равноканальному угловому прессованию // *Физика металлов и металловедение*. — 2025. — Т. 126. — № 1. — С. 46–57.

6. Кузнецов В. П., Муканов Г. Ж. Анализ структуры биосовместимого титанового сплава Ti–39Nb–7Zr после ротационнойковки // *XXIII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых учёных*. — Екатеринбург, 2025. — С. 49–53.

7. Кузнецов В. П., Карелин Р. Д., Жиялков А. Ю., Муканов Г. Ж. Влияние химического состава сплавов системы Ti–Nb–Zr на изменение модуля Юнга и теплофизических свойств при нагреве после термомеханической обработки методом РКУП // XXII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов-молодых учёных. — Екатеринбург, 2023. — С. 64–69.

8. Кузнецов В. П., Муканов Г. Ж., Карелин Р. Д. Формирование ультрамелкозернистой структуры в сплаве Ti–40Nb–7Zr методом ротационнойковки: свойства и применение // Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении (ИТММ-2024): материалы VIII Всероссийской научно-практической конференции с международным участием. — Пермь, 2024. — С. 139–143.

9. Муканов Г. Ж. Разработка конструкции титанового экзо-имплантата с использованием численного анализа // XXI Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов-молодых учёных. — Екатеринбург, 2022. — С. 474–478.

10. Loginov Y. N., Koptug A., Popov V. V. Jr., Belikov S. V., Mukanov G., Golodnov A. I., Stepanov S. I. Compression deformation and fracture behavior of additively manufactured Ti–6Al–4V cellular structures // International Journal of Lightweight Materials and Manufacture. — 2022. — T. 5. — С. 126–135.

Акт Предприятие «Сенсор»



ПРЕДПРИЯТИЕ
«СЕНСОР»

общество с ограниченной ответственностью

Россия, 640027, г. Курган,
ул. Омская, 78А
тел./факс: (3522) 54-52-37
<http://www.sensor45.ru>
E-mail: priem-sensor@mail.ru

ВОЛГОГРАДСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ №8621
ПАО СБЕРБАНК Г. ВОЛГОГРАД
р/с 40702810632000103101, к/с 301018101000000000647
БИК 041806647 ИНН 4501005800
ОКОНХ 71110 ОКПО 22986183

АКТ

о практическом применении результатов диссертационной работы
Муканова Галымжана Жанатовича
на тему «Формирование ультрамелкозернистой структуры и повышение
свойств биоинертного псевдо-β-сплава Ti-39Nb-7Zr ротационной ковкой и
равноканальным угловым прессованием»
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Настоящим актом удостоверяется, что результаты диссертационной работы Муканова Галымжана Жанатовича имеют практическое значение для развития технологической базы производства имплантатов из заготовок биоинертного сплава Ti-39Nb-7Zr с ультрамелкозернистой структурой, полученных методами интенсивной пластической деформации, для остеointеграционного протезирования в ФГБУ «НМИЦ ТО имени академика Г.А. Илизарова» Минздрава России и других медицинских учреждениях травматологии и ортопедии.

Заместитель директора
ООО «Предприятие «Сенсор»
по научной работе, к.т.н.



В.Г. Горгоц

05.08.2025

Акт ФГБУ «НМИЦ ТО имени академика Г. А. Илизарова» Минздрава России



МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное учреждение
«Национальный медицинский исследовательский центр травматологии и ортопедии
имени академика Г.А. Илизарова»
Министерства здравоохранения Российской Федерации
ФГБУ «НМИЦ ТО имени академика Г.А. Илизарова» Минздрава России
6, ул. М. Ульяновой, Бокс № 36, г. Курган, 640021, Россия
Тел. (352 2) 45-47-47, факс (3522) 45-40-60, 45-45-05
E-mail: office@ilizarov.ru Internet: www.ilizarov.ru

06.08.2025 № 16193
на № от

АКТ

о практическом применении результатов диссертационной работы
Муканова Галымжана Жанатовича
на тему «Формирование ультрамелкозернистой структуры и повышение свойств
биоинертного псевдо-β-сплава Ti-39Nb-7Zr ротационной ковкой и равноканальным
угловым прессованием», представленной на соискание ученой степени кандидата
технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение

Настоящим актом удостоверяется, что в экспериментальной лаборатории ФГБУ «НМИЦ ТО имени академика Г.А. Илизарова» Минздрава России с применением сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского энергодисперсионного микроанализа был проведен комплекс исследований адгезии костной ткани на поверхности имплантатов из биоинертного сплава Ti-39Nb-7Zr с ультрамелкозернистой структурой, интегрированных в костномозговой канал культи большеберцовой кости пяти кроликов породы «шиншилла».

Подтверждено плотное прилегание и адгезия клеток костной ткани к поверхности имплантата по всей длине после 90 суток наблюдения. Установлено, что отношение Ca/P в дистальной зоне имело величину 2.7, что характеризует большую зрелость новообразованной кости. Гистологический анализ через 90 суток эксперимента не выявил воспалительных реакций, резорбции или кистозных образований. Анализ элементного состава показал отсутствие локальной деминерализации (кальций и фосфор сохранились).

Результаты испытаний показали, что химический состав сплава, механические свойства и структурированность поверхности представленных имплантатов обеспечивает высокие остеointegrативные и остеокондуктивные свойства, а также отсутствие резорбции и воспалительных процессов.

Представленные имплантаты имеют перспективы для остеointegrационного протезирования. Планируются дальнейшие исследования данных вкручиваемых имплантатов с нанесением на поверхность цинксодержащего кальций-фосфатного покрытия.

Заместитель директора
по научной работе, к.б.н.



Е.Н. Овчинников



Система менеджмента качества сертифицирована на соответствие ISO 9001:2015