

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи

Муканов Г.

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

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург - 2025

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов Института новых материалов и технологий ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор,
КУЗНЕЦОВ Виктор Павлович

Официальные оппоненты: **ГЛАДКОВСКИЙ Сергей Викторович**, доктор технических наук, доцент, ФГБУН Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, заведующий лабораторией деформирования и разрушения;

ЖЕРЕБЦОВ Сергей Валерьевич, доктор технических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный морской технический университет», заведующий кафедрой «Материаловедение и технологии материалов»;

СМОЛИН Игорь Юрьевич, доктор физико-математических наук, профессор, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск, главный научный сотрудник лаборатории нелинейной механики метаматериалов и многоуровневых систем;

Защита диссертации состоится «20» ноября 2025 г. в 14:00 часов на заседании диссертационного совета УрФУ 2.6.01.04 по адресу: 620062, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
<https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=7548>

Автореферат разослан «__» _____ 2025 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Ольга Владимировна Селиванова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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 и на основе развития новых методов хирургического вмешательства. Особое внимание уделяется титановым сплавам, обладающим высокой биомеханической и биохимической совместимостью и коррозионной стойкостью.

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 и остеointеграционной способности к образованию костной ткани, предъявляемым к медицинским имплантатам.

Одним из эффективных путей повышения механических свойств металлов и сплавов при сохранении и снижении модуля упругости является формирование ультрамелкозернистой структуры (УМЗ) методами 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 свойств. Особенно активно исследуются сплавы Ti–6Al–4V, Ti–13Nb–13Zr, Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr, Ti–15Mo и др. 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. Молибден стабилизирует β -фазу, но является дорогим легирующим элементом [2] с ограниченной биосовместимостью.

Для сплава Ti–39Nb–7Zr с высокой биосовместимостью и пониженным модулем упругости (70 ГПа), разработанного в УрФУ [3], исследований, посвящённых измельчению структуры методами ИПД, практически нет. В этой связи существует проблема научного обоснования закономерностей формирования УМЗ-структуры, текстуры, и обеспечения высоких механических свойств с их однородным распределением в заготовках сплава Ti–39Nb–7Zr для производства медицинских имплантатов. Решение данной проблемы актуально как с научной, так и с точки зрения практического применения.

Степень разработанности проблемы исследования.

Проведенные ранее исследования влияния РК и РКУП на структуру сталей и цветных металлов показали эффективность процесса при измельчении зерна и формирования вторых фаз в титановых сплавах и сталях [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 методов РК и РКУП для измельчения структуры 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.

Комплекс научных работ, выполненных на кафедре ТОиФМ УрФУ под руководством А.А. Попова [3, 9, 10], позволил обосновать режимы термической обработки при изготовлении горячекатаных прутков 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 свойств с однородным распределением по сечению для серийного производства имплантатов, применяемых при остеointеграционном протезировании.

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, применяемых при остеointеграционном протезировании. В работе поставлены следующие **задачи**:

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

Научная новизна

1. Для управления формированием УМЗ-структуры в материалах интенсивной пластической деформацией предложен параметр однородности ее распределения по сечению заготовки $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{cp}$, 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 $\varepsilon_n = 1,14$ за 12 циклов обжата заготовки обеспечивает более однородное распределение пластической деформации по сечению прутка $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{cp} = 0,2$ и предел прочности $\sigma_b = 830$ МПа, чем после РКУП с накопленной деформацией $\varepsilon_n = 3,2$, однако высокой неоднородностью $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{cp} = 1,8$ 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 $\text{Ca/P} = 2,7$ при величине этого параметра в трабекулярной кости $2,9 \dots 3$, благодаря повышению активной площади контакта с костью, способствующих адгезии и регенерации клеток.

Теоретическая и практическая 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 $400 \dots 480^\circ\text{C}$ 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°C , полученных экспериментальными измерениями.

3. Получены новые знания о влиянии измельчения структуры титановых сплавов системы Ti-Nb-Zr на остеоинтеграцию 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) было приближено к 3 .

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 актами применения результатов диссертационной работы.

Методология и методы диссертационного исследования.

Методологической основой исследования формирования УМЗ-структуры в титановых сплавах ИПД послужили работы ведущих российских и зарубежных учёных Валиева Р.З., Сегала В.М., Добаткина С.В., Шаркеева Ю.П., Найденкина Е.В., Рааба 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: моделирование методом конечных элементов, оптическая, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, метод дифракции обратно рассеянных электронов, рентгеноструктурный фазовый анализ, микродюрометрия, испытания 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 горячекатаных прутков до температуры 450°C после 12-ти цикловковки с достижением истинной степени деформации не менее $1,12$ и величиной параметра однородности $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 0,2$.

2. Формирование УМЗ структуры в псевдо- β -титановом сплаве Ti-39Nb-7Zr может быть достигнуто методом РКУП при температуре предварительного нагрева заготовки из горячекатаного прутка в оболочке из чистого железа до температуры 400°C после 4-х циклов прессования с достижением истинной степени деформации не менее $3,2$ и величиной параметра однородности $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{\text{ср}} = 1,8$.

3. Выявлена целесообразность внедрения технологии ротационнойковки при производстве медицинских имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой с механическими свойствами, аналогичными сплаву Ti-6Al-4V Eli, отсутствием токсичных легирующих элементов и модулем упругости в $1,5$ раза меньше.

Степень достоверности результатов.

В работе применены аттестованные приборы и оборудование, в том числе ThermoScientific Scios 2 LoVac (США) и Jeol JEM200C (Япония) с приставкой Oxford Instrument Symmetry для растровой (РЭМ), просвечивающей (ПЭМ) и ориентационной (EBSD) микроскопии, 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 теплофизических характеристик. Исследование количественного содержания кальция и фосфора проводилось методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (Zeiss EVO MA18, Германия). Гистологические гистотопографические срезы готовили при помощи санного микротомы «Reichard» (Германия). Изготовление имплантатов осуществлялось на токарном обрабатывающем центре Hanwha XP12S (Корея). В качестве режущей части инструмента использовалась сменная многогранная пластина CNMG 120408-VP2 (Корея). Для конечно-элементного моделирования исследуемых процессов применялось сертифицированное программное обеспечение Ansys Mechanical 2024 R2 (США).

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

Апробация результатов работы.

Основные материалы работы доложены на международных и всероссийских научно-технических конференциях: XX Международная научно-техническая уральская школа-семинар металлургов – 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 металлургов – молодых ученых, Екатеринбург-2023; Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении – ИТММ-2024, Пермь; XXIII международная конференция «Уральская школа-семинар металлургов - молодых ученых», Екатеринбург-2025.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 10 научных работ, включая 4 статьи в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом, в том числе 2 статьи, в изданиях, индексируемых в базах данных Scopus и WoS.

Работа выполнена 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.

Структура и объём диссертации.

Диссертация изложена на 154 страницах, содержит 13 таблиц, 68 рисунков, 2 формулы. Работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов, списка литературы из 132 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертационного исследования, сформулированы цели и задачи работы, а также положения, выносимые на защиту. Излагается мнение автора о научной новизне и практическом значении полученных результатов.

В первой главе представлен обзор научных публикаций по теме исследования. Рассматриваются современные биосовместимые титановые сплавы для производства медицинских имплантатов. Анализируются методы интенсивной пластической деформации для получения УМЗ структуры и влияние их режимов на фазовый состав и механические свойства титановых сплавов. Проведен анализ литературы по применению моделирования методом конечных элементов процессов РКУП и РК и оценке напряженно-деформированного состояния прутковых заготовок титановых сплавов. Рассмотрены литературные источники по вопросам влияния УМЗ структуры имплантатов на их остеоинтеграцию. Сформулированы цель и задачи работы.

Во второй главе представлено описание материала, методов его обработки и исследования. Материалом исследования служили горячедеформированные прутковые полуфабрикаты диаметром 20 мм из опытного сплава титана на основе β -твердого раствора системы Ti–Nb–Zr. В таблице 1 приведен химический состав сплава.

Таблица 1 – Химический состав (в мас. %) исследуемого сплава

Маркировка	Ti	Nb	Zr	Fe
Ti-39Nb-7Zr	53,25	39,6	7,12	0,03

В качестве основы исследуемого сплава взят двухкомпонентный Ti–26 ат. %Nb (Ti–40,5мас.%Nb), имеющий самый низкий модуль упругости среди всех двойных титановых сплавов системы Ti–Nb в однофазном β -состоянии [3]. В целях повышения прочностных характеристик и сохранения низкого модуля упругости сплав дополнительно легировали 7% циркония. Для сохранения стабильности β -твердого раствора в тройном сплаве содержание ниобия было снижено до 39,6 %.

Для формирования ультрамелкозернистой структуры использовали методы ротационнойковки и равноканального углового прессования.

Перед РК исходный горячекатаный пруток подвергли токарной обработке до диаметра 18,2 мм для удаления поверхностного газонасыщенного слоя, образовавшегося при горячей прокатке. В процессе многопроходной ротационнойковки исходный пруток был утонен до конечного диаметра 10,3 мм на модернизированной двухбойковой машине В2129.01 производства ОАО «Прессмаш» в лаборатории ИМЕТ РАН им. Байкова (рисунок 1).

Перед каждым проходом прутки нагревали до 450 °С — в течение 20 минут перед первым проходом и по 5 минут между последующими. Согласно анализу работ [11, 12] при ротационнойковке прутковых заготовок титановых сплавов диаметром 10...20 мм для достижения высокой однородности деформации и формирования УМЗ-структуры по всему объему прутка необходимо проводить не менее 10 проходов.

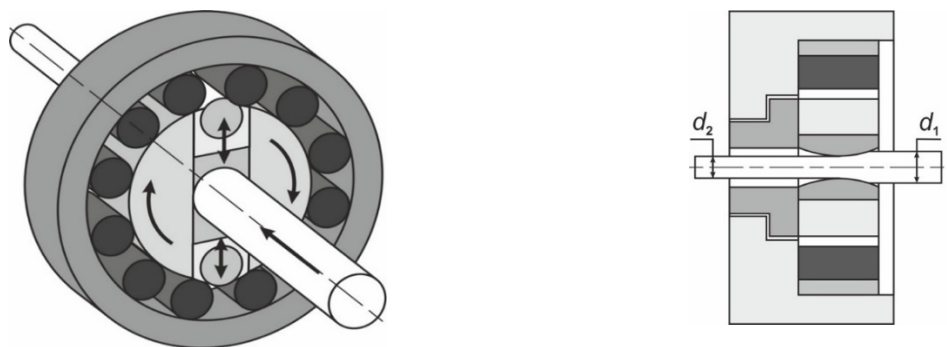


Рис. 1 Схематичное изображение ротационно-ковочного узла рабочей машины (здесь d_1 – исходный диаметр заготовки равный 12,3 мм; d_2 – диаметр прутка после многопроходного утонения)

Равноканальное угловое прессование сплава Ti-39Nb-7Zr проводилось также в ИМЕТ РАН им. Байкова на прутках диаметром 11,5 мм и длиной 80 мм. Для обеспечения герметичности и защиты поверхности материала заготовки прутков помещали в оболочку из технически чистого железа марки «Армко», с последующей заваркой крышки. Внешние размеры оболочки составляли: диаметр — 19,8 мм, длина — 90 мм; перед прессованием длина оболочки увеличивалась до 95 мм за счет технологического припуска.

Перед деформацией образцы нагревались до 450 °С в течение 30 минут. Для снижения сил трения в контакте заготовки со стенками канала матрицы использовали смазку на основе графитовой суспензии в масле. Обработка проводилась по схеме с двумя каналами, пересекающимися под углом $\varphi = 110^\circ$, с углом сопряжения $\psi = 25^\circ$ (рисунок 2). Согласно исследованиям работ по другим β -титановым сплавам [13, 14], эффективное измельчение зерна до размеров 300...1000 нм и повышение прочностных характеристик достигаются после 4 проходов РКУП без разрушения образца. Усилие прессования контролировалось через давление в гидросистеме пресса и не превышало 70 бар. Накопленная деформация за 4 прохода заготовки составляет $\varepsilon_n = 3,2$.

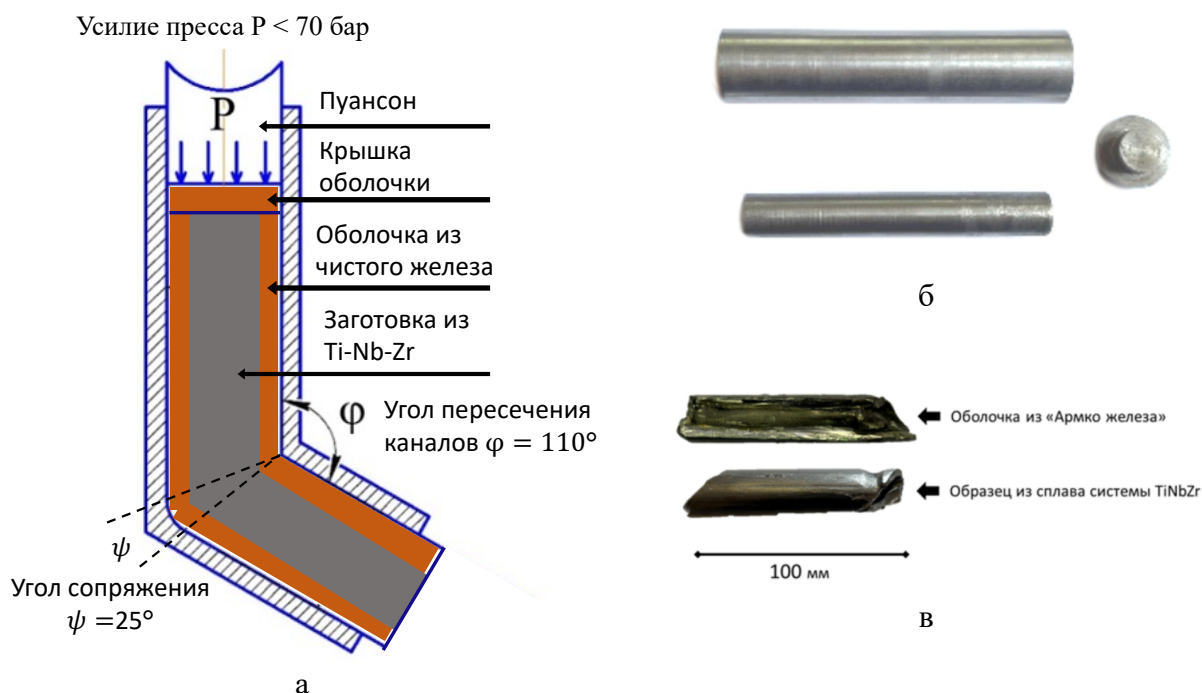


Рис. 2 Равноканальное угловое прессование прутка из сплава Ti-39Nb-7Zr: схема оснастки для проведения РКУП (а), вид оболочки и заготовки перед (б) и после (в) деформации

Исследование микроструктуры сплава проводилось с использованием растровой и просвечивающей электронной микроскопии Jeol JEM200C (Япония). Ориентационная микроскопия методом EBSD выполнена на установке ThermoScientific Scios 2 LoVac (США) с приставкой Oxford Instrument Symmetry. Съемка проводилась с продольного сечения прутка с шагом 0,2 мкм, обработка данных осуществлялась в программе HKL Channel 5.

Фазовый состав определен методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Bruker D8 Advance (США) в медном $K\alpha$ -излучении (диапазон $2\theta = 33-120^\circ$), данные обрабатывались программой Topas.

Механические свойства оценивались при испытаниях на растяжение по ГОСТ 1497 на разрывной машине Instron 3382 (США) со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин при комнатной температуре. Образцы имели диаметр 3,1 мм и длину 15,5 мм.

Микротвердость и контактный модуль упругости сплава определялась методом микроиндентирования по методике Оливера и Фарра с применением прибора CSM ConScan (США).

Фазовые превращения в сплаве при нагреве исследовались методом дилатометрии на установке Linseis L78VD1600C (Германия). Тепловые параметры образцов сплава после обработки ИПД определялись с применением установок дифференциального термического анализа Netzsch STA 449 C Jupiter (Германия), динамического механического анализа DMA 242C NETZSCH (Германия) и лазерной вспышки Netzsch LFA 457 MicroFlash.

Исследование количественного определения содержания Са и Р (W, в весовых%) в различных участках костно-имплантационных блоков выполняли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии с использованием сканирующего микроскопа Zeiss EVO MA18 Carl Zeiss Group (Германия). Гистологические гистотопографические срезы готовили при помощи санного микротомы «Reichard» (Германия). Изготовление имплантатов осуществлялось на токарном обрабатывающем центре Hanwha XP12S (Корея). В качестве режущей части инструмента использовалась сменная многогранная пластина CNMG 120408-VP2 (Корея).

Полученные данные позволяют всесторонне охарактеризовать структурные особенности, фазовые превращения и физико-механические свойства сплава после РК и РКУП.

Для моделирования процессов РК, РКУП исследуемого сплава был использован прикладной программный комплекс Ansys Mechanical 2024 R2 (США).

Третья глава посвящена конечно-элементному анализу процесса ротационнойковки и экспериментальному исследованию фазового состава, формирования УМЗ-структуры и комплекса свойств прутков из сплава Ti-39Nb-7Zr после РК.

Для исследования напряжённо-деформированного состояния прутка сплава Ti-39Nb-7Zr была разработана трёхмерная конечно-элементная модель процесса с использованием программного комплекса Ansys Mechanical. Реализация численного моделирования процесса позволила установить характер распределения и локализации пластической деформации и главных напряжений в продольном сечении прутковой заготовки, определить их взаимосвязь с количеством проходов и текстурно-структурным состоянием после РК.

Анализ результатов моделирования показал, что на начальном этапе процесса РК, после первого удара, деформация концентрируется в приповерхностных слоях заготовки, величина эквивалентной пластической деформации достигает $\varepsilon=0,07$. При этом центральные области сечения прутка практически не подвержены пластическому течению (рисунок 3, а).

После шести проходов наблюдается существенное изменение характера деформации: зоны с повышенными значениями эквивалентной деформации $\varepsilon = 0,3-0,35$ смещаются ближе к центральным слоям в области оси заготовки (рисунок 3, б).

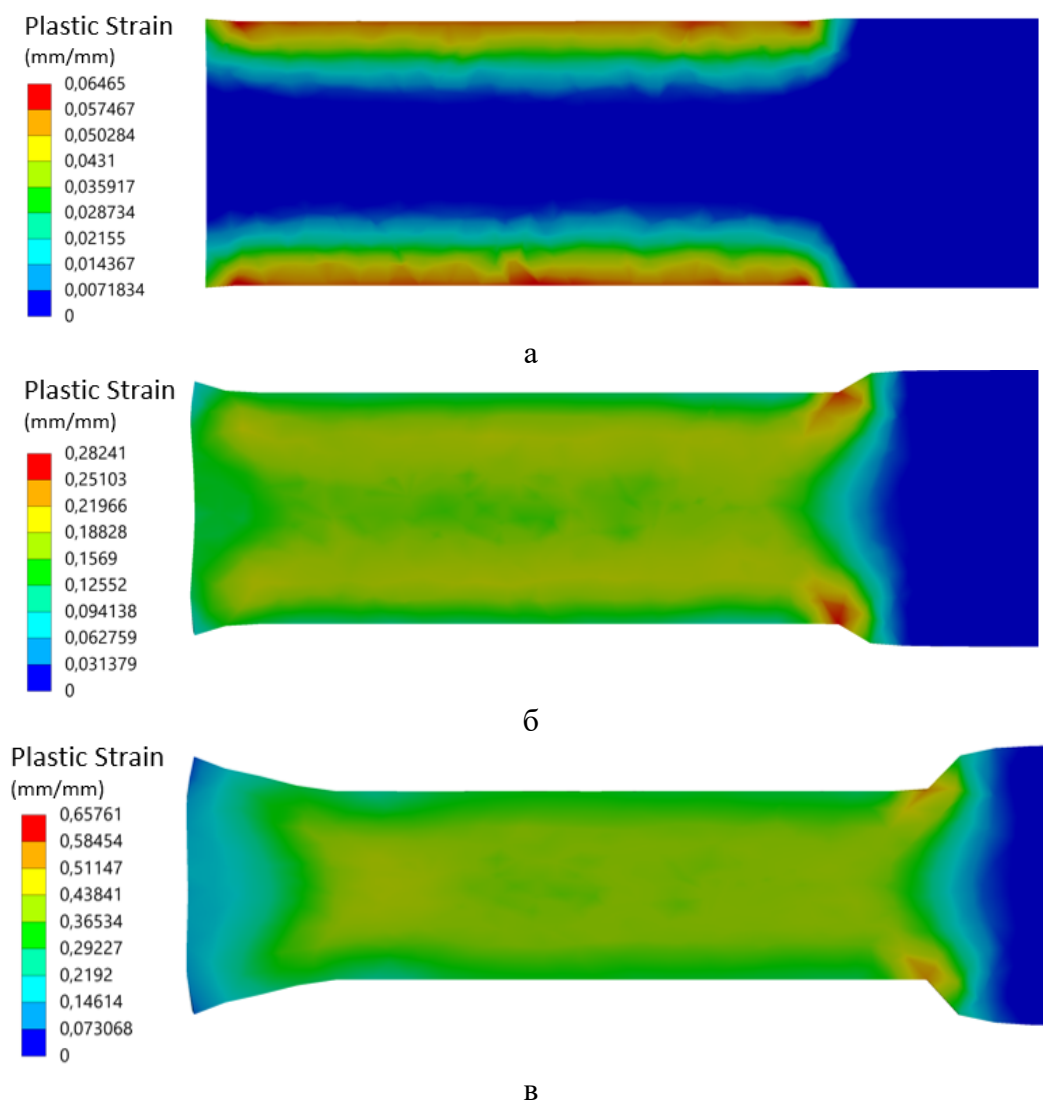


Рис. 3 Карта распределения пластической деформации по сечению прутка после ротационнойковки с количеством ударов: а – один, б – шесть, в – двенадцать

Выравнивание деформационного поля с формированием равномерного распределения пластической деформации по сечению заготовки достигается только после двенадцати ударов (рисунок 3, в). В этом режиме эквивалентная деформация достигает величины $\epsilon = 0,43 \dots 0,51$, что свидетельствует о глубоком вовлечении материала в интенсивное пластическое деформирование. Многократное циклическое воздействие способствует постепенному сглаживанию локализованных зон деформации, что также наблюдалось в работах [11, 12].

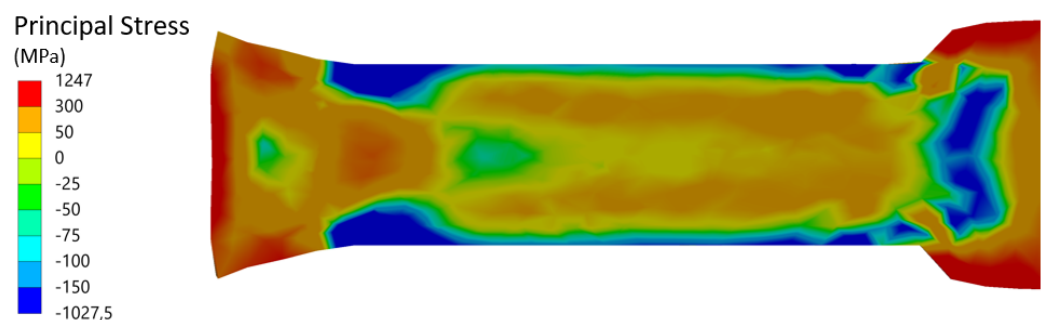


Рис. 4 Карта распределения главных напряжений по сечению прутка после 12 ударов ротационнойковки

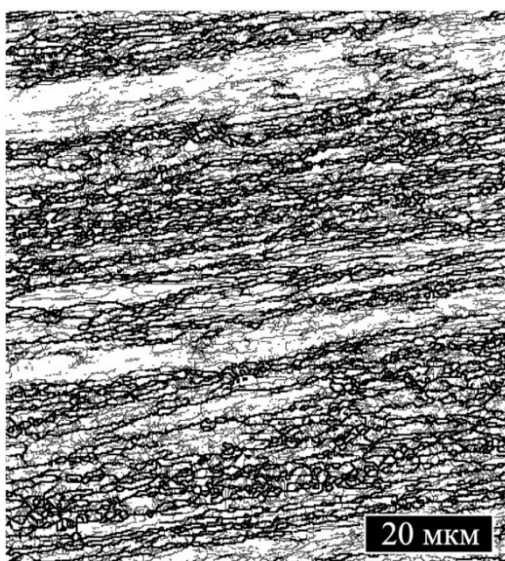
Результаты моделирования в совокупности с анализом работ [11, 12] позволили определить оптимальное количество проходов при проведении РК, равное 12.

К двенадцатому проходу ротационнойковки пластическая деформация становится практически равномерной по всему сечению заготовки. При этом характер напряжений по сечению заготовки различается. В центральной части преобладают растягивающие напряжения, направленные вдоль оси прутка, тогда как на поверхности наблюдаются сжимающие напряжения, связанные с радиальным обжатием при контакте с инструментом (рисунок 4). Такое распределение напряжений способствует активации разных механизмов деформации в центральной части сечения заготовки и приповерхностных слоях.

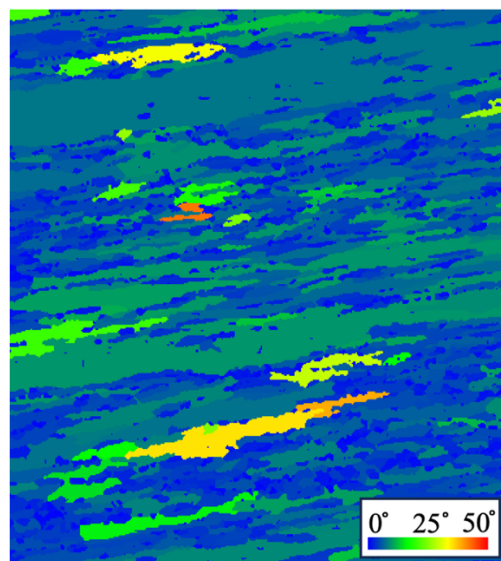
Более полное влияние характера деформации по сечению заготовки было получено методом ориентационной микроскопии (EBSD) (рисунок 5) и текстурного анализа. По результатам анализа в центральных частях заготовки выделено два типа областей:

- вытянутые деформированные зерна, (области 1 и 3), с малыми углами разориентации внутри зерна, указывающие на формирование субзеренной структуры. Разориентация между фрагментами достигает 20° , что характерно для сильно деформированных ОЦК-металлов. Эти зерна представлены ориентациями $\{001\}$ $\langle 110 \rangle$ и $\{331\}$ $\langle 013 \rangle$. Наблюдаемая текстура связана с растягивающими напряжениями, зафиксированными моделированием.

- мелкие рекристаллизованные зерна (области 2 и 4) с разориентацией до $40\text{--}60^\circ$, соответствующие высокоугловым границам. Текстура этих зон представлена ориентациями $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ и $\{111\}$ $\langle 011 \rangle$.



а



б

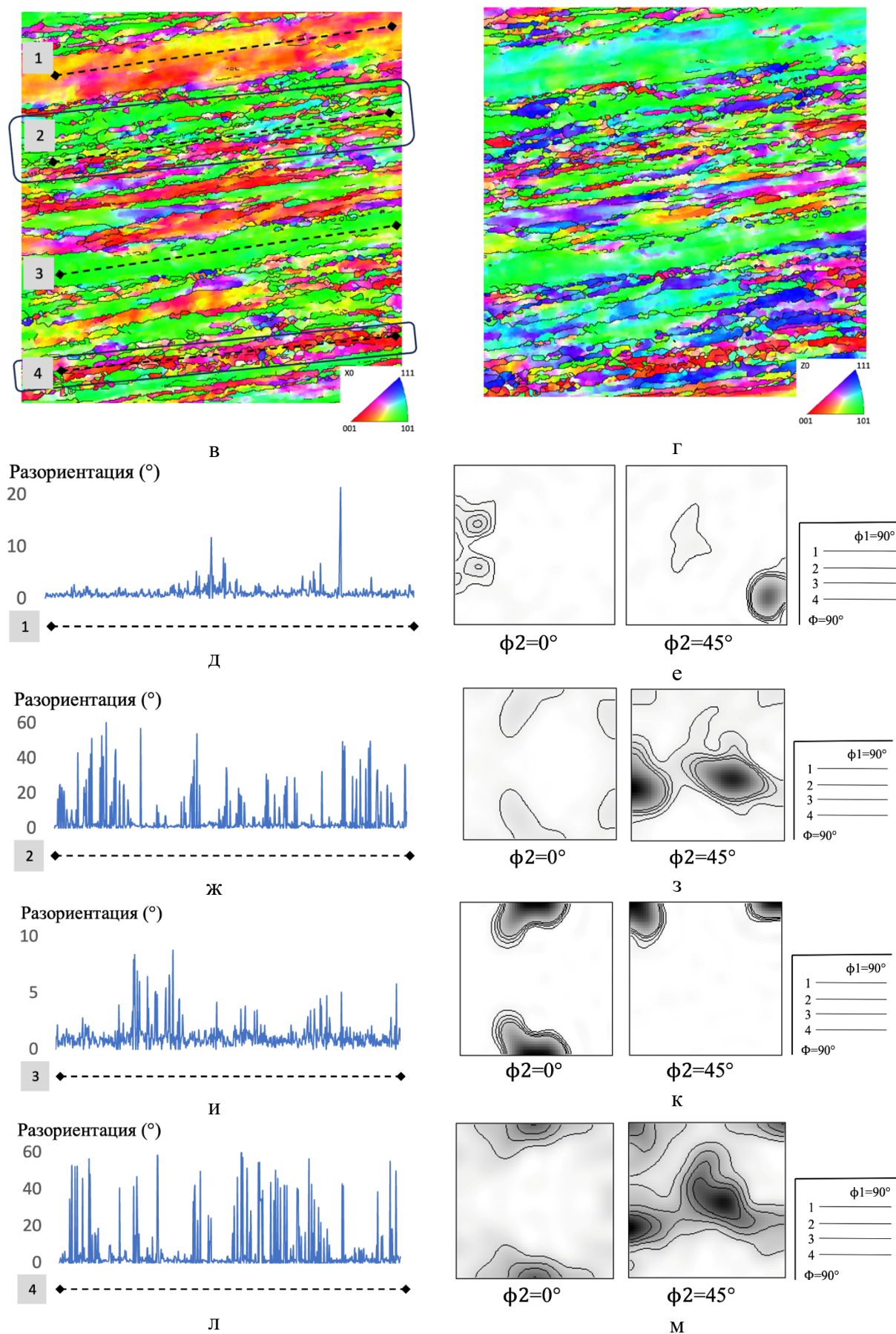


Рис. 5 Данные EBSD анализа для центральных слоев прутка Ti-39Nb-7Zr после ротационнойковки: а – границы зерен, б – карта распределения ориентации зерен, в, г –

карты обратных полюсных фигур в направленииковки и тангенциальном направлении соответственно, д, ж, и, л – разориентация областей 1-4, е, з, к, м – ФРО областей 1-4

Анализ микроструктуры сплава Ti–39Nb–7Zr после ротационнойковки методом растровой электронной микроскопии выявил значительные изменения морфологии β -зерен и их внутренней структуры (рисунок 6). На малых увеличениях зафиксировано вытягивание зерен вдоль оси прутка с одновременным сплющиванием в поперечном направлении — характерный признак горячей деформации. Поперечные размеры зерен уменьшились по сравнению зернами в горячекатаном состоянии, что должно повлечь упрочнение материала благодаря увеличению межзеренных границ.

При больших увеличениях наблюдаются полосы скольжения, ориентированные преимущественно под углом 45° к направлению деформации, что указывает на активное развитие дислокационного скольжения и накопление пластической деформации. Внутри β -зерен сформировалась субзеренная структура, представленная малоугловыми границами с разориентацией менее 5° и шириной субзерен 0,2–0,5 мкм, обусловленная фрагментацией исходной структуры под действием интенсивной деформации.

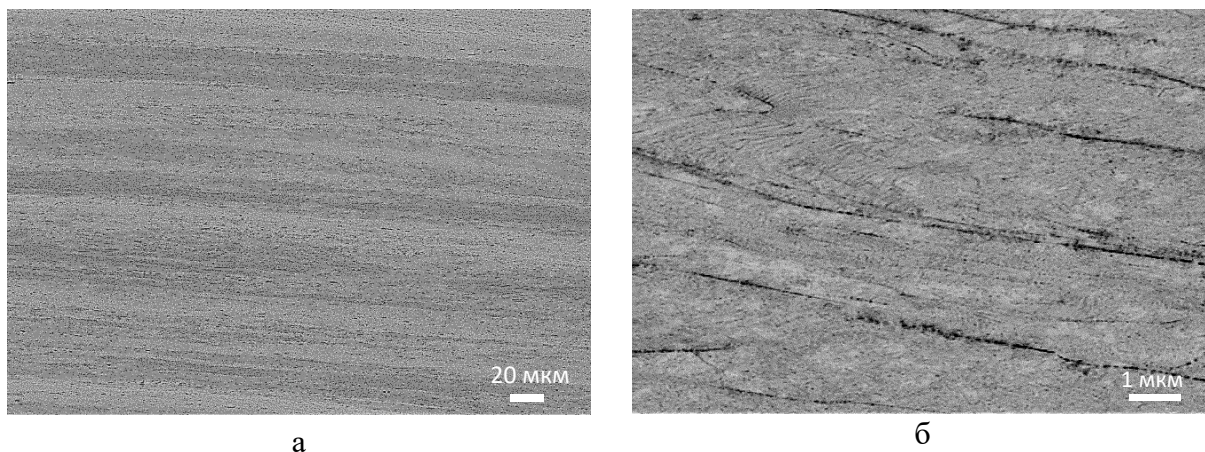


Рис. 6 Микроструктура сплава в образце после РК, полученная методом РЭМ

Анализ микроструктуры сплава Ti–39Nb–7Zr методом просвечивающей электронной микроскопии (рисунок 7) показал значительное увеличение плотности дислокаций, формирующих скопления и несовершенную субструктуру внутри вытянутых β -зерен. На границах и в объеме зерен наблюдаются наноразмерные выделения второй фазы (10–30 нм), ориентированные вдоль направления деформации. Эти выделения образовались при температуре 450°C — на стадии нагрева или в процессековки, так как отсутствовали в исходном состоянии. Исходя из расчета электронограмм, выделения представляют собой α -фазу с ГПУ решеткой, которая является характерным продуктом распада метастабильного β -твердого раствора при 450°C в сплавах системы Ti-Nb-Zr. Количественный рентгеноструктурный фазовый анализ методом Ритвельда показал содержание β -фазы на уровне 97%, α -фазы — около 3%.

По данным рентгеноструктурного анализа расчет плотности дислокаций в сплаве методом Вильямсона–Холла в горячекатаном состоянии и после РК показал их увеличение более чем в 16 раз с $\approx 1,1 \times 10^9$ до $\approx 1,6 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

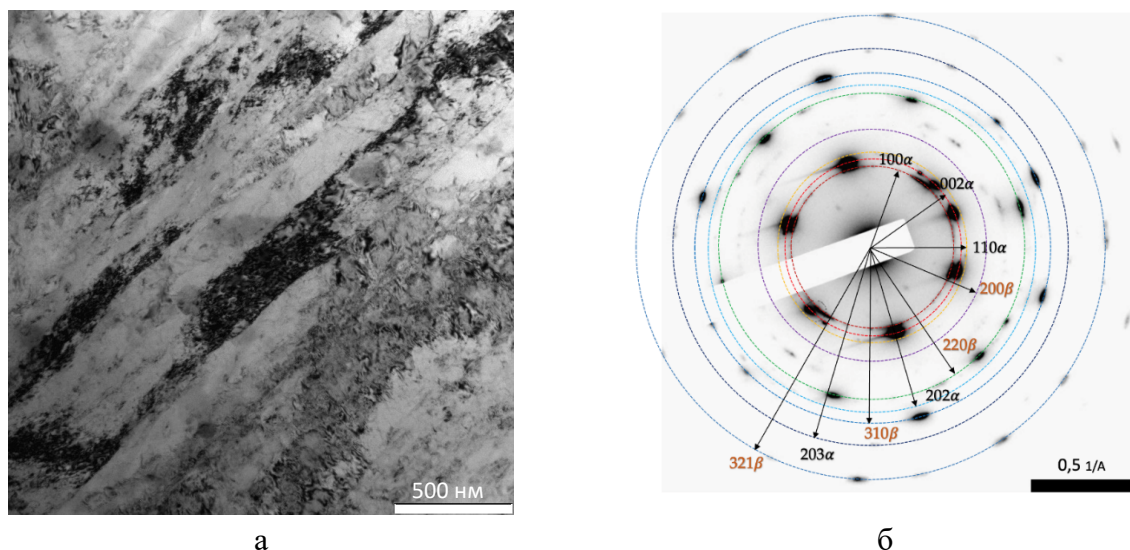


Рис. 7 Микроструктура (а) и электронограмма (б) сплава после РК, полученная методом ПЭМ

По результатам испытаний на растяжение в исходном горячекатаном состоянии сплав Ti-39Nb-7Zr характеризуется высокой пластичностью – относительное удлинение находится на уровне 20%. Однако предел прочности, полученный из кривой напряжения от деформации, не превышает 560 ± 15 МПа (рисунок 8).

После ротационнойковки сплава Ti-39Nb-7Zr за 12 проходов наблюдается значительное упрочнение. Накопленная в ходе РК истинная степень деформации составила $\varepsilon_n = 1,14$, общая вытяжка (уков) – 3,12, относительное сужение прутка – 68%, относительная степень деформации по удлинению за проход в среднем достигала 10%. Предел текучести повышается до 785 ± 15 МПа, а предел прочности достигает 830 ± 15 МПа. Пластичность сплава снижается, но остается в диапазоне значений для титановых сплавов, используемых в медицине, порядка 12%.

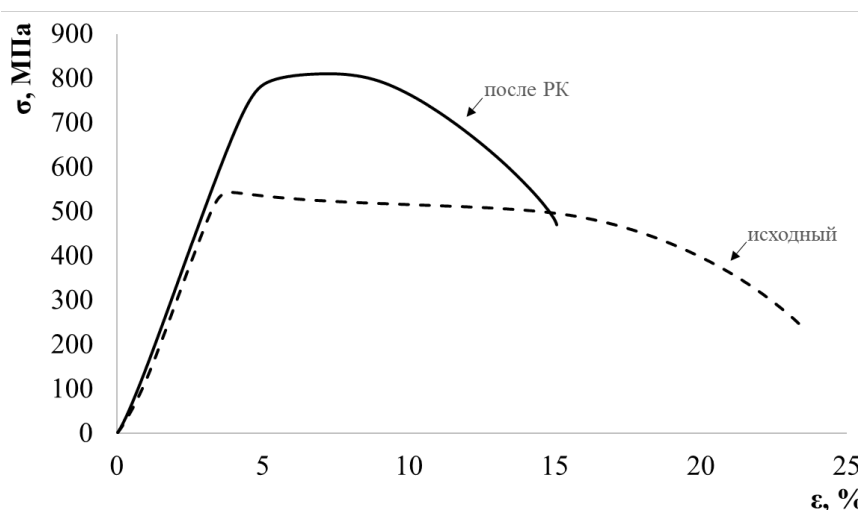


Рис. 8 Кривые напряжения-деформация в исходном состоянии и после РК

По результатам микроиндентирования установлено, что в исходном горячекатаном состоянии сплава твердость составляет 215 ± 20 HV. После РК наблюдается рост твердости на ~50% до 310 ± 30 HV. При этом среднее значение модуля упругости 72 ГПа после РК сопоставимо с уровнем в горячекатаном состоянии (70 ГПа).

На рисунке 9 показана зависимость изменения микротвердости $HV_{0,1}$ от центра к поверхности образца заготовки сплава Ti-39Nb-7Zr после РК в трех положениях вдоль продольного сечения на расстоянии 2 мм друг от друга.

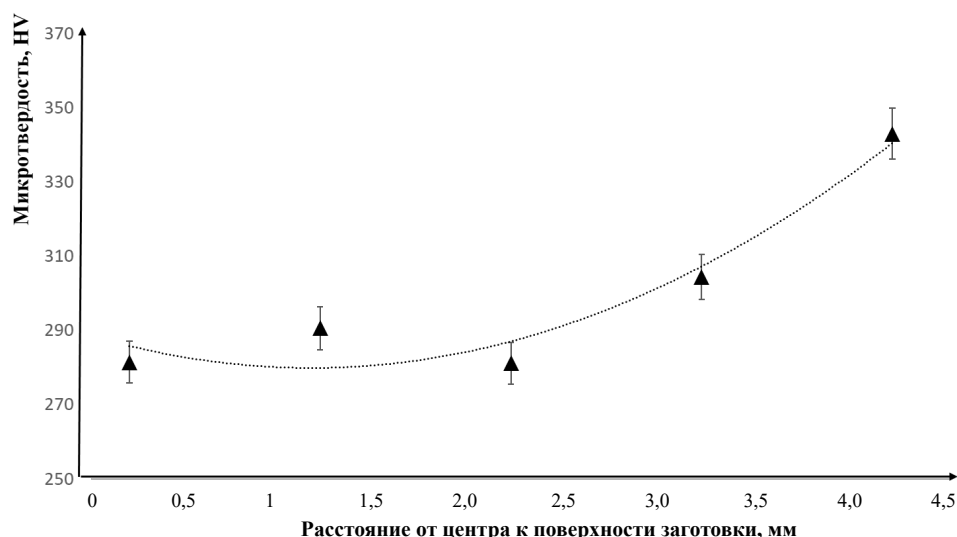


Рис. 9 Изменение микротвердости $HV_{0,1}$ от центра к поверхности образца заготовки сплава Ti-39Nb-7Zr после РК

Рост микротвердости в поверхностном слое связан с измельчением микроструктуры в результате динамической рекристаллизации, которая активнее протекает на поверхности вследствие более высокой интенсивности пластической деформации. Однако от центра заготовки практически до расстояния 3,5 мм микротвердость изменяется незначительно.

Четвертая глава посвящена моделированию методом конечных элементов и экспериментальным исследованиям фазового состава, формирования УМЗ-структуры и комплекса свойств прутковых заготовок сплава Ti-39Nb-7Zr, подвергнутых РКУП, а также выявлению оптимального температурного интервала их старения после интенсивной пластической деформации.

Моделирование процесса РКУП показало высокую неоднородность накопленной пластической деформации по сечению прутковой заготовки на каждом из 4-х проходов (рисунок 10 а), которая достигает $\Delta\varepsilon/\Delta\varepsilon_{\text{ср}} \approx 1,8$.

Моделирование показало, что за 4 прохода формируется интенсивная зона сдвига в значительной части заготовки (рисунок 10 б). Максимальные касательные (сдвиговые) напряжения величиной до 500 МПа сосредоточены в области пересечения каналов. Направление действия касательных напряжений составляет $\sim 27,5^\circ$ к оси прутка — ровно $\frac{1}{4}$ угла пересечения каналов ($\varphi = 110^\circ$). Подобный характер напряжений влияет на развитие сдвиговой компоненты, ответственной за формирование текстуры.

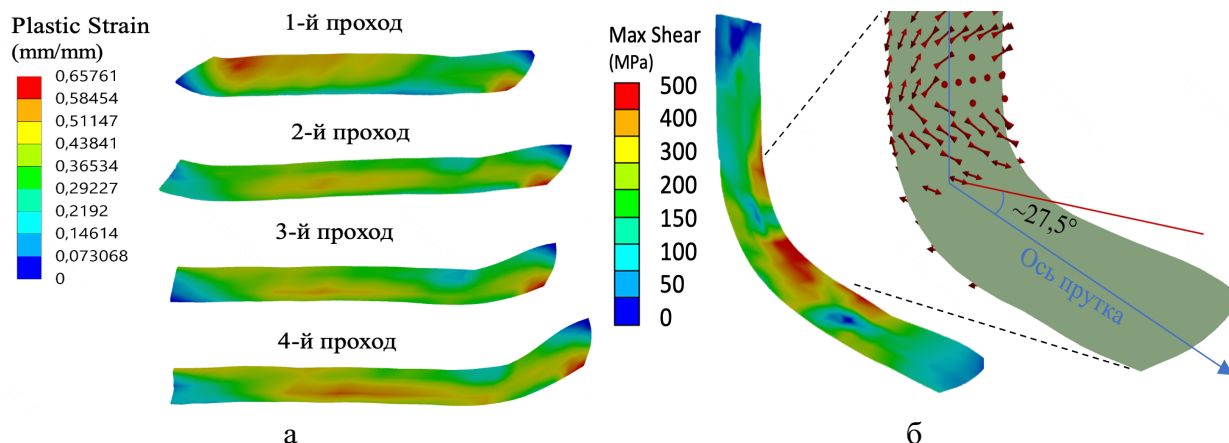


Рис. 10 Карты распределения (а) пластической деформации и (б) касательных напряжений по сечению прутка после четырех проходов РКУП

Результаты моделирования и анализ работ [13, 14] позволили определить оптимальное количество проходов при проведении РКУП, равное 4.

Определено, что РК горячекатаного прутка псевдо- β -титанового сплава Ti-39Nb-7Zr при меньшей истинной степени накопленной деформации $\varepsilon_n = 1,14$ за 12 циклов обжатия заготовки, являющейся меньшей, чем при РКУП $\varepsilon_n = 3,2$, обеспечивает более однородное распределение пластической деформации по сечению прутка $\Delta\varepsilon/\varepsilon_{cp} = 0,2$ и предел прочности $\sigma_b = 830$ МПа. В то же время, несмотря на большую интенсивность пластической деформации при РКУП, в заготовках остаются значительные локализации напряжений и деформаций. Это ограничивает технологическую целесообразность метода при серийном производстве изделий, где требуется минимизация анизотропии свойств по длине и сечению заготовки.

Метод электронной дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) позволил детально изучить текстуру сплава Ti-39Nb-7Zr после РКУП. Анализ ориентационных карт и зеренной структуры, представленные на рисунке 11, выявил важные особенности, согласующиеся с результатами моделирования напряженно-деформированного состояния материала.

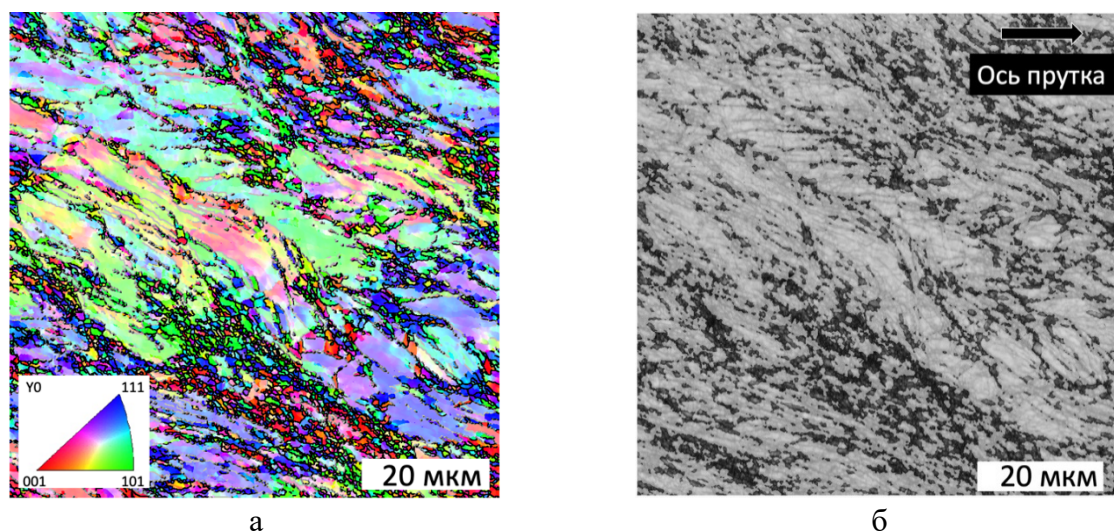
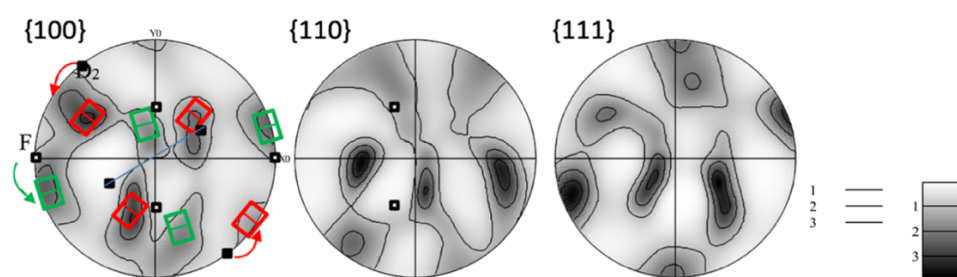
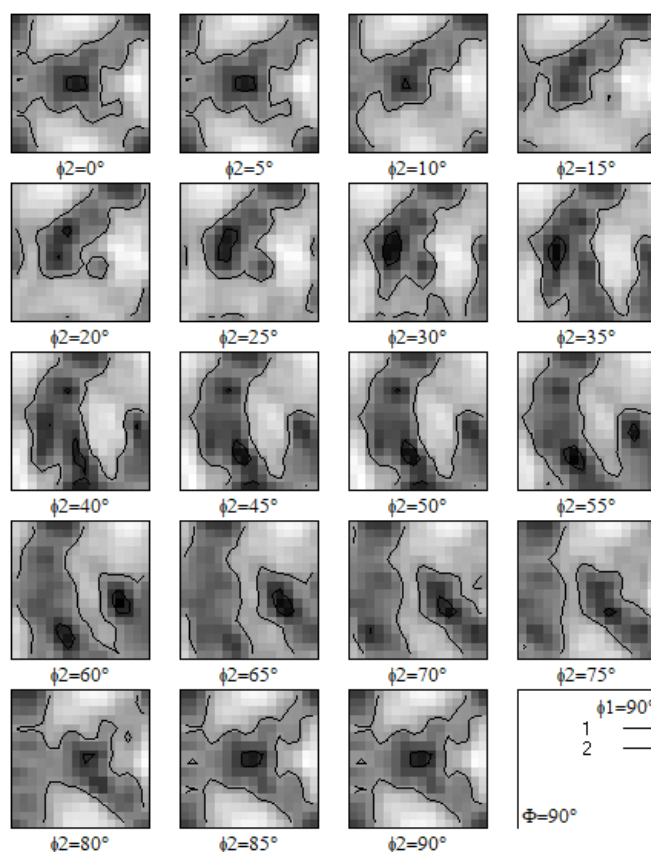


Рис. 11 Ориентационная карта (а), зеренная структура (б) в центральной части прутка из сплава Ti-39Nb-7Zr после РКУП.

Часть зерен сохранила свою форму и ориентацию, близкую к структуре перед деформацией. Вытянутая форма этих зерен обусловлена действием сдвиговых напряжений в процессе РКУП, которые наблюдались при моделировании. На ориентационной карте (рисунок 11 а) четко видны линейные полосы скольжения и области сбросов, которые являются результатом интенсивной пластической деформации. Эти элементы структуры указывают на высокую интенсивность накопленной деформации. Кроме того, внутри относительно крупных зерен заметна неоднородная цветовая окраска (рисунок 11а), 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.



а



б

Рис. 12 Результаты текстурного анализа прутковых заготовок после 4-х проходов РКУП: а – ФРО, б – прямые полюсные фигуры с ПН, снятые с продольного сечения прутка: (ХО – ось прессования, YO и ZO – радиальное и тангенциальное направления деформирования, где $\{110\}$ – ориентировка отмечена красным, $\{1-21\}$ – ориентировка отмечена зеленым)

Анализ прямых полюсных фигур показал формирование двухкомпонентной сдвиговой текстуры (рисунок 12): компонента $D_2 \{1-21\} \langle 111 \rangle$ и компонента $F \{110\} \langle 001 \rangle$. Плоскости $\{1-21\}$ и $\{110\}$ совпадают с плоскостью продольного сечения прутка, а направления $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$ отклонены от оси прутка на угол около 20° . Отклонение направления вытяжки зерен от оси прутка на $\sim 20^\circ$ соответствует особенностям схемы деформации, определяемым углом пересечения каналов матрицы (110°), и указывает на комбинированный механизм деформации, включающий как сдвиговые, так и растягивающие компоненты.

По данным РСФА после РКУП сплав сохраняет однофазное β -состояние. Однако зафиксированы изменения соотношения интенсивностей дифракционных линий, свидетельствующие о развитии текстуры и перераспределении внутренних напряжений. Отмечено значительное уширение дифракционных линий β -фазы, связанное с накоплением дислокаций, малоугловых границ и других дефектов кристаллической

решетки. По проведенным расчетам плотность дислокаций увеличивается с $\approx 1,1 \times 10^9$ в горячекатаном состоянии до $1,1 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ после РКУП.

Анализ микроструктуры сплава Ti–39Nb–7Zr после РКУП методом ПЭМ выявил УМЗ-структуру, состоящую из областей размером 200–800 нм, разделённых как высокоугловыми границами ($>15^\circ$), так и малоугловыми субграницами ($<5^\circ$) (рисунок 13). На электронограммах рефлексы β -фазы относятся к двум типам: дуговые сегменты, соответствующие субзернам, и отдельные рефлексы, связанные с динамически рекристаллизованными участками. Темнопольное изображение подтвердило наличие равноосных зерен размером 100–200 нм, образовавшихся при динамической рекристаллизации, и вытянутых конгломератов, возникших вследствие сдвиговой деформации.

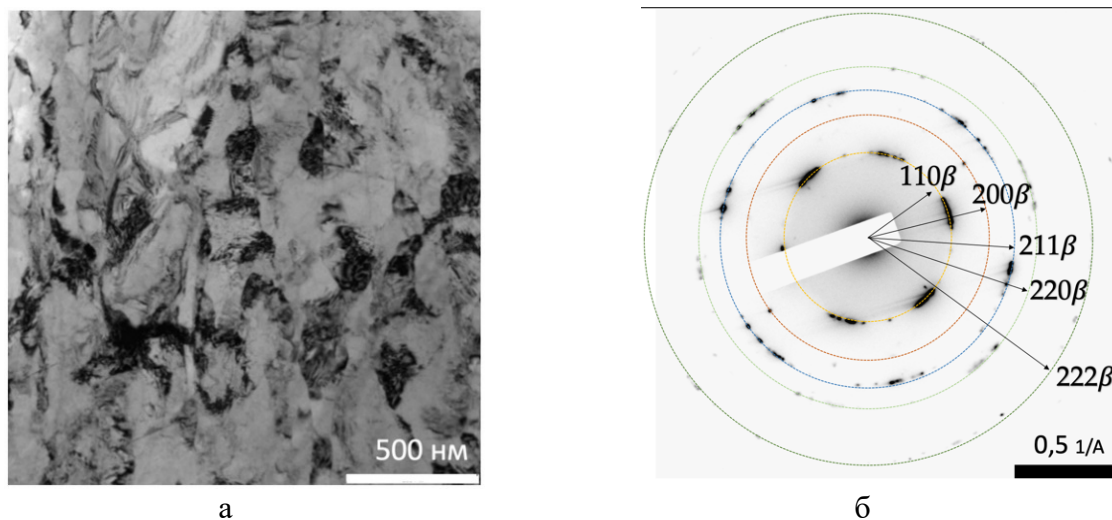


Рис. 13 Микроструктура (а) и электронограмма (б) образца после РКУП, полученные методом ПЭМ

Механические испытания на растяжение (рисунок 14) показали, что образец сплава после 4-х проходов РКУП имеет следующие механические свойства: $\sigma_{0,2}=740 \pm 15 \text{ МПа}$; $\sigma_b=760 \pm 15 \text{ МПа}$; $\delta=12 \pm 2\%$; $\psi=65 \pm 4\%$. Полученный предел прочности выше на 27% по сравнению с горячекатаным состоянием (560 МПа).

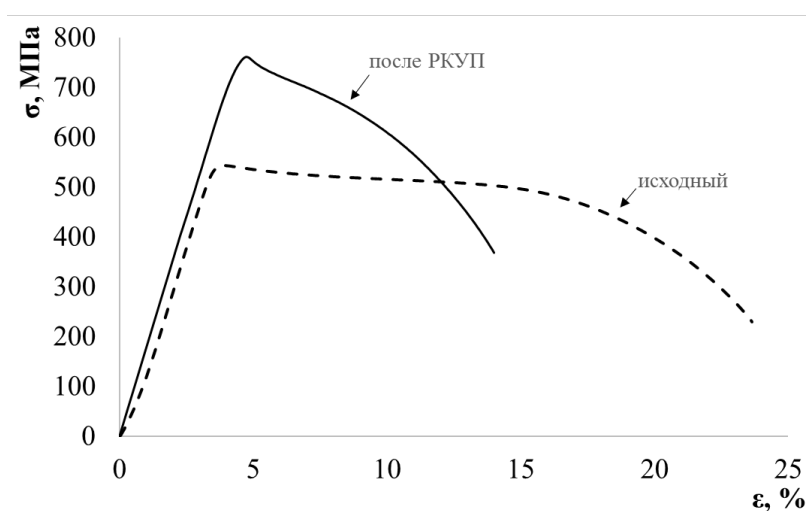


Рис. 14 Кривые напряжения-деформация в исходном состоянии и после РКУП

Определены значения микротвердости $HV_{0,1}$ в образце сплава, подвергнутого РКУП. Измерение микротвердости проводилось в продольном сечении образца размером 4,5х4,0 мм, вырезанного из заготовки после РКУП, на расстоянии 0,25; 1,25; 3,25 и 4,25 мм от осевой линии образца. Каждое значение определялось по результатам измерений в трех точках. Усредненное значение микротвердости составило 259,1 $HV_{0,1}$, что на 17% выше, чем в исходном состоянии. При этом среднее значение модуля упругости после РКУП остается на уровне горячекатаного состояния (70 ГПа).

После ИПД 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 с УМЗ-структурой было изучено изменение его физических свойств: модуля упругости, температуропроводности, удельной теплоемкости, ТКЛР - при нагреве. На основе анализа изменения этих свойств от нагрева и сопоставления с литературными данными, предполагается, что в первом интервале (100–300 °С) формируются предвыделения $V\omega$, во втором (250–425 °С) — изотермическая ω -фаза, в третьем (400–480 °С) протекает прямое $\beta \rightarrow \alpha$ -превращение, в четвертом (480–600 °С) — обратное $\alpha \rightarrow \beta$ -превращение. Эти изменения фазового состава сопровождаются характерными отклонениями в поведении физических свойств: модуля упругости, теплоемкости, температуропроводности и термического коэффициента линейного расширения.

На основании анализа полученных данных предлагается, что оптимальный температурный диапазон для старения сплава Ti–39Nb–7Zr с УМЗ-структурой составляет 400–480 °С. При этом обеспечивается распад метастабильного β -твердого раствора с выделением α -фазы, эффективное дисперсионное упрочнение и умеренный рост модуля упругости, без образования хрупкой, высокомодульной ω -фазы. Полученные результаты позволяют целенаправленно управлять структурой и эксплуатационными характеристиками сплава для применения в медицинских имплантатах.

Пятая глава посвящена обоснованию 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: ротационнаяковка и равноканальноеугловоепрессование. Каждый из методов имеет свои технологические особенности, преимущества и ограничения, достижимые уровни механических свойств и измельчения структуры, которые необходимо учитывать при выборе способа изготовления медицинских имплантатов (таблица 3).

Таблица 3 Сравнение технологичности, структурного состояния и механических свойств заготовок после РК и РКУП

Параметр	Ротационнаяковка	Равноканальноеугловоепрессование
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		
Микроструктура	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 распределения пластической деформации по сечению заготовки Δε/Δε_{ср}	0,2	1,8

На основе сравнения методов РК и РКУП по критерию механических свойств установлено, что оба метода обеспечивают значительное упрочнение β-титанового сплава Ti–39Nb–7Zr. Однако ротационная ковка обладает рядом преимуществ, которые делают её более перспективной для применения в производстве медицинских имплантатов.

Механические свойства сплава в заготовках после ротационной ковки выше, чем после обработки РКУП, а относительное удлинение остаётся на приемлемом уровне. РК реализует комбинированную деформацию — сжатия и растяжения, способствуя формированию более однородной микроструктуры с выделением дисперсной α-фазы в β-матрице. В процессе РКУП формирование УМЗ структуры происходило за счет касательных напряжений (простой сдвиг). При этом геометрия каналов инструмента при угле φ = 110° способствует возникновению сложного напряженно-деформированного состояния и существенной неоднородности деформации.

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 ротационную ковку более адаптируемой под серийное производство имплантатов.

Таким образом, 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.

Изготовление интегрированных имплантатов резьбового типа из сплава Ti–39Nb–7Zr с УМЗ структурой выполнено на высокоточном автомате Hanwha XP12S. В результате механической обработки заготовки методом точения. Для достижения минимальной шероховатости поверхности и высокой точности геометрических размеров были применены оптимальные режимы резания, установленные в ходе экспериментальных исследований: скорость резания $V_c = 80$ м/мин, подача $f = 0,075$ мм/об.

После завершения основного этапа механической обработки имплантат подвергался финишной обработке, направленной на достижение минимальной

шероховатости поверхности. Снимки процесса токарной обработки и готового имплантата показаны на рисунке 15.

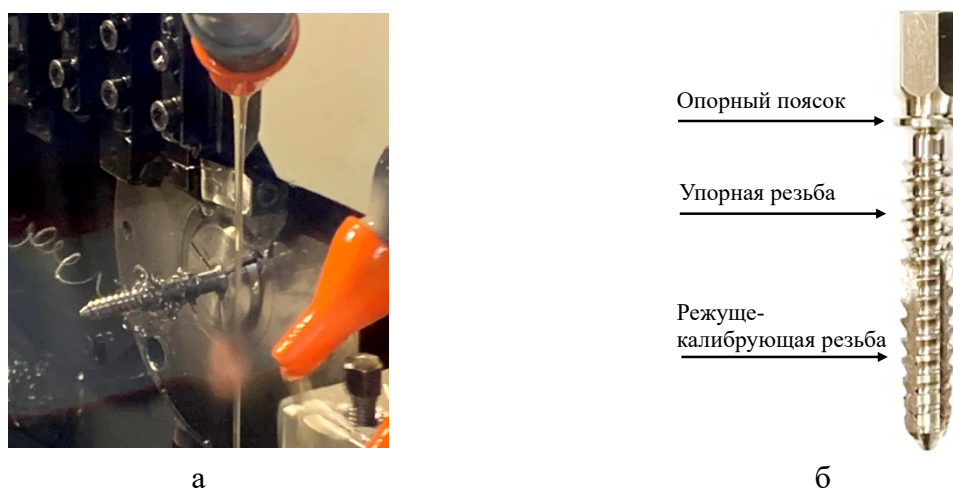


Рис.15 Обработка на станке (а) и внешний вид (б) имплантата для остеointеграционного протезирования

Для проведения гистологического исследования после эвтаназии животного (кролика) 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 смеси растворов соляной и муравьиной кислот, дегидратировали и заливали в целлоидин.

При исследовании методом сканирующей электронной микроскопии при различных увеличениях внутрикостного имплантата резьбового типа наблюдалась полная интеграция имплантированного изделия в структуры костной ткани на всем его протяжении (рисунок 16). 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.

Количественное определение содержания остеотропных элементов показало отсутствие оттока Са и Р из компактной пластинки во всех зонах костно-имплантационного блока (таблица 4). Значимой разницы между проксимальной, средней и дистальной частями культи большеберцовой кости с интегрированным внутрикостным имплантатом по этим параметрам не выявлено ($p \geq 0,05$).

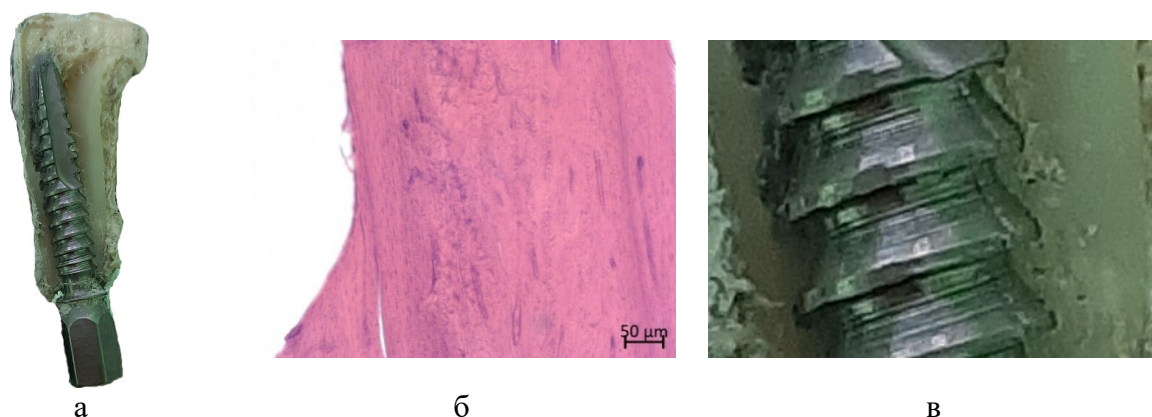


Рис. 16 Остеоинтегрированный имплантат (а) и костная ткань компактной пластинки и кости (б), сформированной в межрезьбовых пространствах имплантата (в) с медиальной поверхности

Соотношение Ca/P во всех зонах было приближено к 3. В новообразованной костной ткани на поверхности имплантата содержание Ca было ниже, чем в компактной пластинке почти вдвое, а P – в среднем, в 1,5 раза. В проксимальной и средней части содержание Ca и P не имело достоверных различий ($p \geq 0,05$), а в дистальной – содержание Ca превышали таковые в обозначенных зонах на 15% ($p < 0,05$). Отношение Ca/P в дистальной зоне составило 2,7, что характеризует большую зрелость новообразованной кости в данной зоне. Таблица 4 Содержание остеотропных элементов в различных участках костно-имплантационного блока.

Область исследования	W, % $M \pm \sigma$			
	Компактная пластинка		На поверхности имплантата	
	Ca	P	Ca	P
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

Доклинические испытания подтвердили высокую биосовместимость разработанных имплантатов из сплава Ti–39Nb–7Zr с УМЗ-структурой. Они не вызывают воспалительных реакций, не провоцируют резорбцию кости и обеспечивают формирование зрелой костной ткани. Физико-механические характеристики имплантатов близки к свойствам пластинчатой кости, что свидетельствует о их высокой функциональной эффективности. Сплав демонстрирует хорошие остеокондуктивные и остеоинтегративные свойства, что делает его перспективным материалом для протезирования трубчатых костей голени и других биомедицинских применений.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Для оценки деформированного состояния и свойств в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформацией предложен параметр однородности ее распределения по сечению заготовки $\Delta\epsilon/\epsilon_{\text{ср}}$, который может быть определен моделированием методом конечных элементов этих процессов. Моделирование методом конечных элементов 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, $\Delta\epsilon/\epsilon_{\text{ср}} = 0,2$.

2. По результатам структурно-фазового анализа сплава Ti–39Nb–7Zr выявлено, 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 и средним размером зерен 440 нм и дисперсными выделениями α -фазы в диапазоне 10...30 нм.

3. 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.

4. РКУП сплава Ti-39Nb-7Zr за 4 прохода с предварительным подогревом при 450 °С, 30 минут обеспечивает образование УМЗ-структуры со средним размером зерен 500 нм, однако наблюдается высокая степень неоднородности по сечению заготовки, что приводит к анизотропии свойств.

5. Предложен, исходя из установленных методами термического анализа температурных интервалов образования промежуточных и равновесных фаз ($V_{\omega, \omega, \alpha, \beta}$) при нагреве псевдо- β -титанового сплава Ti-39Nb-7Zr сплава после ИПД и литературных данных, диапазон температур старения (400...480°C), который может быть использован для дополнительного упрочнения сплава с УМЗ-структурой без окручивающей ω -фазы.

6. 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, $\delta=11\%$ $\psi=65\%$ $E=72$ ГПа, твердость 340 HV), в сравнении со свойствами при РКУП ($\sigma_b=760$ МПа, $\sigma_{0,2}=740$ МПа, $\delta=11\%$ $\psi=65\%$ $E=70$ 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).

7. Для изготовления имплантатов из прутковых заготовок с УМЗ-структурой после РК на основе метода ортогональных матриц и аддитивной модели совокупного влияния входных контролируемых параметров экспериментально определено оптимальное сочетание режимов течения прутка, такие как, скорость $V_c = 80$ м/мин и подача $f = 0,075$ мм/об.

8. Доклинические испытания опытных образцов имплантатов из сплава Ti-39Nb-7Zr с УМЗ-структурой обеспечивают активный остеointеграционный 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 %.

Перспективы дальнейшей разработки темы.

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.

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

1. Eroshenko, A. Y., Legostaeva, E. V., Uvarin, P. V., Tolmachev, A. I., Khimich, M. A., Kuznetsov, V. P., Stepanov, S. I., Vorontsov, I. A., **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. V. 382. 137805; 0,25 п.л. / 0,03 п.л. (Scopus, WoS, Q2).

2. Illarionov, A., **Mukanov, G.**, Stepanov, S., Kuznetsov, V., Karelin, R., Andreev, V., Yusupov, V., Korelin, A. Microstructure and physico-mechanical properties of biocompatible titanium alloy Ti-39Nb-7Zr after rotary forging //Metals. 2024. V. 497. P. 14; 0,88 п.л. / 0,11 п.л. (Scopus, WoS, Q2).

3. **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; 0,94 п.л. / 0,47 п.л. (K2).

4. **Mukanov G. Z.**, Kuznetsov V. P., Shveikin V. P., Kamantsev I. S. 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; 0,94 п.л. / 0,23 п.л. (K2).

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 материаловедение. 2025. Т. 126. № 1. С. 46-57; 0,69 п.л. / 0,12 п.л. (K1).

6. Кузнецов В. П., **Муканов Г. Ж.** Анализ структуры биосовместимого титанового сплава Ti-39Nb-7Zr после ротационнойковки //XXIII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар материаловедов-молдых ученых. Екатеринбург, 2025. С. 49-53; 0,25 п.л. / 0,13 п.л.

7. 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; 0,25 п.л. / 0,08 п.л.

8. Кузнецов, В. П., Карелин, Р. Д., Жиликов, А. Ю., & **Муканов, Г. Ж.** (2023). Влияние химического состава сплавов системы TI-NB-ZR на изменение модуля юнга и теплофизических свойств при нагреве после термомодеформационной обработки методом РКУП. XXII международная научно-техническая Уральская школа-семинар материаловедов-молдых ученых. Екатеринбург, 2023, с. 64-69; 0,31 п.л. / 0,08 п.л.

9. **Муканов Г. Ж.** Разработка конструкции титанового экзо-имплантата с использованием численного анализа //XXI международная научно-техническая Уральская школа-семинар материаловедов-молдых ученых. Екатеринбург, 2022. С. 474-478; 0,25 п.л. / 0,25 п.л.

10. Loginov, Y. N., Koptuyug, A., Popov Jr, V. V., 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. P. 1. 126-135; 0,56 п.л. / 0,08 п.л.