### ФОРМИРОВАНИЕ БИОИНЕРТНЫХ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ

титана, ниобия и циркония

<u>А. Майрамбекова<sup>1</sup></u>, Н.К. Ахметова<sup>2</sup>

Научный консультант: к.т.н., н.с. А.Ю. Ерошенко <sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050 <sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050 E-mail: <u>aikol0708@mail.ru</u>

#### PRODUCTION OF BIOINERT ULTRA-FINE GRAINED ALLOYS BASED ON TITANIUM, NIOBIUM AND ZIRCONIUM

<u>A. Mairambekova<sup>1</sup></u>, N.K. Ahmetova<sup>2</sup> Scientific consultant: PhD, senior researcher. A.Yu. Eroshenko <sup>1</sup>Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050 <sup>2</sup>Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050 E-mail: aikol0708@mail.ru

Abstract. The results of investigation of microstructure, phase composition, mechanical properties (microhardness) of bioinert binary alloys – low-modulus Ti-40 wt.%Nb (Ti40Nb) and 1 wt.% niobium-alloyed zirconium (Zr1Nb) in ultrafine-grained state are represented. The ultrafine-grained structure was produced by two-stage severe plastic deformation (SPD) method, which included the multiple abc-pressing and multi-pass rolling in grooved rolls and further pre-recrystallizing low-temperature annealing. The ultrafine-grained structure with average structural elements size of 0.32  $\mu$ m for Ti40Nb and 0,25  $\mu$ m for Zr1Nb are formed in alloys as a result of SPD. Ultrafine-grained structure provides high level of mechanical properties (microhardness) while elastic modulus initial level retains.

Введение. В настоящее время успешное применение в медицине находят вентильные биоинертные металлы – титан, цирконий, ниобий и их сплавы. В последние годы появилась возможность использовать в медицине сплавы на основе циркония, которые обладают высокой коррозионной стойкостью, прочностью и биоинертностью. Модуль упругости у титана и титановых сплавов медицинского назначения находится в пределах 100-120 ГПа, что значительно выше модуля упругости костной ткани (15-55 ГПа) [1]. Низкий модуль упругости материала имплантата, сопоставимый с модулем упругости для костной ткани, позволяет осуществлять равномерное распределение деформаций и механических напряжений в системы «кость-имплантат». В качестве материала имплантата представляет наибольший интерес применение биоинертных титановых β-сплавов, например, сплавов систем Ti-Nb или Ti-Nb-Zr с низким модулем упругости. Легирование титана ниобием до 40-45 мас. % позволяет уменьшить модуль упругости до 55 ГПа, что сопоставимо с модулем упругости кости, но при этом происходит снижение и прочностных характеристик [2]. Формирование в биоинертных сплавах наноструктурного (HC) и ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния методами интенсивной пластической

# ХІV МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ СТУДЕНТОВ, АСПИРАНТОВ И МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

деформации (ИПД) позволяет решить данную задачу и получать заготовки и изделия со значительно более высокими механическими свойствами.

Материалы и методы исследования. В качестве материала исследования были выбраны сплавы – Ti-40 мас. % Nb (Ti40Nb) и Zr-1 мас. % Nb (Zr1Nb). Перед деформационной обработкой заготовки сплава Ti40Nb в литом состоянии отжигали при температуре 1100 C в течение 1 часа в аргоне с последующей закалкой в воду, а образцы сплава циркония предварительно отжигали при температуре 580°C в течение 3 часов в вакууме [3]. После закалки микроструктура сплава Ti40Nb состояла из матричных β-зерен с размерами 120-650 мкм и α"-мартенсита. Распределение микротвердости по объему заготовки сплава Ti40Nb неоднородное. Для зерен β-фазы значения микротвердости находятся в пределах 1300-1900 МПа, а для мартенситной α"-фазы – 2800-3500 МПа. Структура сплава Zr1Nb в отожженном состоянии представлена основной фазой α-Zr с размерами 2-3 мкм и частицами второй фазы β-Nb. Для образцов Zr1Nb распределение микротвердости однородное и среднее значение микротвердости составило 1500 МПа [4].

Для формирования УМЗ структуры в исследуемых сплавах применяли комбинированный двухэтапный метод ИПД, состоящий из многократного abc-прессования и многоходовой прокатки с последующим рекристаллизационным отжигом [3]. В результате прокатки получали заготовки в форме прутков с размерами поперечного сечения (6×6×300) мм. Для снятия внутренних напряжений и повышения пластичности готовые прутки Ti40Nb отжигали при температуре 400 °C, а пругки Zr1Nb – при 350 °C. Отжиги проводили в течение одного часа.

Результаты эксперимента. В результате ИПД по всему объему заготовки сплава Ti40Nb было сформировано УМЗ состояние со средним размером элементов структуры (зерна, субзерна и фрагменты) 0,32 мкм (рис. 1а,б).



Рис. 1. Светлопольные (а,в) с соответствующими микродифракциями и темнопольные (б,г) изображения сплавов Ti40Nb (а,б) и Zr1Nb (в,г) в УМЗ состоянии

На светлопольном изображении (рис. 1а) хорошо видны субзерна и фрагменты, имеющие форму, близкую к равноосной. Рефлексы на микродифракции расположены по окружностям, что указывает на значительное измельчение исходной структуры и свидетельствует о присутствии высокоугловых границ зерен. При идентификации микродифракции были выявлены группы рефлексов от трех фаз: рефлексы от твердого раствора титана и ниобия (β-фаза) и рефлексы от α-фазы и ω-фазы.

В сплаве Zr1Nb, подвергнутого abc-прессованию и прокатке, формируется УМЗ состояние со средним размером структурных элементов 0,25 мкм. На светлопольном изображении (рис.1г) в большом количестве присутствуют контура экстинкции, которые локализованы, в основном, по границам субзерен и фрагментов. На микродифракции наблюдается большое количество точечных рефлексов,

Россия, Томск, 25-28 апреля 2017 г.

205

## ХІV МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ СТУДЕНТОВ, АСПИРАНТОВ И МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

расположенных по окружностям с типичным азимутальным размытием, указывающее на присутствие как большеугловых, так и малоугловых разориентаций. Расшифровка микродифракций показала наличие рефлексов высокой интенсивности от основной фазы α-Zr (ГПУ-решетка) и низкой интенсивности от фазы β-Nb (ОЦК-решетка). Среднее значение микротвердости после ИПД для сплава Ti40Nb составило 3300 МПа, а для Zr1Nb – 2600 МПа. Дополнительно для идентификации фаз применяли метод PCA (рис.2a,б).



Рис.2. Рентгенограммы УМЗ сплавов: a-Ti40Nb, б-Zr1Nb, сформированные двухэтапной ИПД

На рентгенограмме для УМЗ Ti40Nb присутствуют рефлексы только от основной матричной βфазы и α-фазы. Рефлексы от ω-фазы на дифрактограммах не обнаружены, вероятно, вследствие нанокристаллического размера данной фазы и ее небольшой объемной доли. Согласно данным (PCA) в УМЗ сплаве Zr1Nb присутствует основная фаза α-циркония. Рефлексы от второй фазы, частиц β-ниобия, которые были выявлены в результате ПЭМ-анализа, методом PCA не удалось идентифицировать. Значения модуля упругости для УМЗ Ti40Nb находятся в пределах 70-75 ГПа, а для УМЗ Zr1Nb –50-60 ГПа, которые определяли при измерении нанотвердости.

Заключение. Комбинированный метод ИПД, включающий многократное abc-прессование и многоходовую прокатку, приводит к формированию в бинарных сплавах Ti-40 мас. %Nb и Zr-1 мас. %Nb УM3 структуры со средним размером структурных элементов, равных соответственно 0,32 мкм и 0,25 мкм. Многофазная УM3 структура в исследуемых сплавах по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием обеспечивает значительное повышение механических свойств (микротвердости) при сохранении низкого значения модуля упругости.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Abdel-Hady Gepreel M., Niinomi M. Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. V. 20 (2013). P.407-415.
- Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications // Publ. Wiley and TMS, Hoboken, USA, 2014. P.456.
- Sharkeev Y.P., Eroshenko A.Y., Glukhov I.A., *et al.* Microstructure and mechanical properties of Ti–40 mass % Nb alloy after megaplastic deformation effect. AIP Conf. Proc. New York: AIP Publishing LLC. 2015; 1683: 020206.
- 4. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Данилов В.И., Глухов И.А., Толмачев А.И. Получение биоинертных сплавов в ультрамелкозернистом состоянии // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2015. Т. 58. № 2. С. 112-116.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, проект Президиума РАН программа 35.

206