

Автор	Лугинин Никита Андреевич	
Заглавие	Физико-механические свойства магниевого сплава для медицинских приложений после деформационной обработки	
Научный руководитель	Шаркеев Юрий Петрович	
Реферат	На русском языке	Пластическая деформация экструзией влияет на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства магниевого сплава Mg-Y-Nd. Показано, что глубокая деформация экструзией сопровождается измельчением среднего размера зерна и переходу сплава из крупнокристаллического состояния в ультрамелкозернистое, значительным ростом прочностных свойств при одновременном увеличении пластичности, при этом фазовый состав не меняется.
	На английском языке	Plastic deformation by extrusion affects microstructure, phase composition and mechanical properties of magnesium alloy Mg-Y-Nd. It is shown that deep plastic deformation by extrusion is accompanied by a refinement of the average grain size and transition of the alloy from the coarse crystalline state to the ultrafine grained state, a significant increase of the strength properties with a simultaneous increase of plasticity, while the phase composition does not change.
Тематика (ключевые слова)	На русском языке	Магниевый сплав, интенсивная пластическая деформация, микроструктура, механические свойства, коррозионные свойства.
	На английском языке	Magnesium alloy, intensive plastic deformation, microstructure, mechanical properties, corrosion properties.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов  
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

### МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
<b>ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МАГНИЕВОГО СПЛАВА ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ</b>

УДК 669.721.5:61

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ИШФВП	Шаркеев Ю.П.	Д.ф-м.н., профессор		

### КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Кашук И.В.	К.т.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Скачкова Л.А.	-		

### ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.04.01 Материаловедение и технологии материалов	Хасанов О.Л.	Д.т.н., профессор		

Томск – 2021 г.

## Планируемые результаты обучения ООП 22.04.01

Код компетенции	Наименование компетенции
<b>Универсальные компетенции</b>	
<b>УК(У)-1</b>	Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач
<b>УК(У)-2</b>	Способен управлять проектом на всех этапах жизненного цикла
<b>УК(У)-3</b>	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели
<b>УК(У)-4</b>	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном языке, для академического и профессионального взаимодействия
<b>УК(У)-5</b>	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
<b>УК(У)-6</b>	Способен определять и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки
<b>Общепрофессиональные компетенции</b>	
<b>ОПК(У)-1.</b>	Способен решать производственные и/или исследовательские задачи, на основе фундаментальных знаний в области материаловедения и технологии материалов
<b>ОПК(У)-2</b>	Способен разрабатывать научно-техническую, проектную и служебную документацию, оформлять научно-технические отчеты, обзоры, публикации, рецензии
<b>ОПК(У)-3</b>	Способен участвовать в управлении профессиональной деятельностью, используя знания в области системы менеджмента качества
<b>ОПК(У)-4</b>	Способен находить и перерабатывать информацию, требуемую для принятия решений в научных исследованиях и в практической технической деятельности
<b>ОПК(У)-5</b>	Способен оценивать результаты научно-технических разработок, научных исследований и обосновывать собственный выбор, систематизируя и обобщая достижения в области материаловедения и технологии материалов, смежных областях
<b>Профессиональные компетенции</b>	
<b>ПК(У)-1</b>	Способен реализовывать на производстве технологии сухого компактирования порошковых материалов, используя методы горячего и холодного прессования, ультразвукового и коллекторного компактирования
<b>ПК(У)-2</b>	Способен диагностировать и модернизировать эксплуатационные свойства материалов с учетом наноразмерной составляющей, используя традиционное и современное оборудование и программное обеспечение приборов
<b>ПК(У)-3</b>	Способен исследовать состав и структуру веществ, с учетом специфики наноразмерных материалов, используя современное оборудование и программное обеспечение приборов
<b>ПК(У)-4</b>	Способен прогнозировать влияние микро- и нано- масштаба на механические, физические, поверхностные и другие свойства материалов при выборе и реализации технологии получения объемных наноматериалов
<b>ПК(У)-5</b>	Способен реализовывать технологии получения наноматериалов с учетом ресурсоэффективности и экологической безопасности

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки (специальность) Материаловедение и технологии материалов  
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:  
 Руководитель ООП  
 \_\_\_\_\_ 15.03.21 О.Л. Хасанов

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

<b>Магистерской диссертации</b>
---------------------------------

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ92	Лугинину Никите Андреевичу

Тема работы:

<b>Физико-механические свойства магниевых сплавов для медицинских приложений после деформационной обработки</b>	
Утверждена приказом директора ИШНПТ	Приказ №57-54/с от 26.02.2021

Срок сдачи студентом выполненной работы:	14.06.21
--	----------

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<b>Исходные данные к работе</b>	Образцы сплавов Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном состоянии. Аналитические источники информации по современным биорезорбируемым материалам
<b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Провести аналитический обзор источников информации, по применению современных биорезорбируемых материалов</li> <li>2. Исследовать структуру сплавов систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном состояниях.</li> <li>3. Определить физико-механические свойства магниевых сплавов.</li> <li>4. Исследовать коррозионные свойства магниевых сплавов, находящихся в экструдированном и рекристаллизованном состояниях.</li> </ol>
<b>Перечень графического материала</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ПЭМ, РЭМ, оптические изображения структуры магниевых сплавов.</li> <li>2. Термографические изображения сплава Mg-Y-Nd во время испытаний на растяжение.</li> </ol>

<b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b>	
<b>Раздел</b>	<b>Консультант</b>
Финансовый менеджмент ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Кашук И.В., доцент ОСГН ШБИП
Социальная ответственность	Скачкова Л.А., ст. преп. ООД ШБИП
Приложение А (Английская часть)	Демьяненко Н.В., ст. преп. ОИЯ ШБИП
<b>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b>	
Введение, литературный обзор, объекты и методы исследования, структура магниевых сплавов, свойства магниевых сплавов, финансовый менеджмент ресурсоэффективность и ресурсосбережение, социальная ответственность, заключение (русский язык).	
Объект и методы исследования, структура магниевых сплавов (английский язык).	

<b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b>	15.03.21
---	----------

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ИШФВП	Шаркеев Ю.П.	Д.ф-м.н., профессор		15.03.21

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич		15.03.21

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки Материаловедение и технологии материалов  
 Уровень образования Магистр  
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения  
 Период выполнения весенний семестр 2020 /2021 учебного года

Форма представления работы:

**Магистерская диссертация**

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН  
выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	14.06.21
--	----------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
10.02.2021	Аналитический обзор источников информации	15
26.02.2021	Обработка экспериментальных данных	15
04.03.2021	Описание методики эксперимента	15
27.03.2021	Результаты и обсуждение	25
10.04.2021	Социальная ответственность	10
20.04.2021	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	10
02.05.2021	Раздел ВКР, выполненный на иностранном языке	10

**СОСТАВИЛ:**

**Руководитель ВКР**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ИШФВП	Шаркеев Ю.П.	Д.ф-м.н., профессор		15.03.21

**СОГЛАСОВАНО:**

**Руководитель ООП**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
22.04.01 Материаловедение и технологии материалов	Хасанов О.Л.	Д.т.н., профессор		15.03.21

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА  
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ  
И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич

<b>Школа</b>	<b>ИШНПТ</b>	<b>Отделение Школа</b>	<b>Отделение материаловедения</b>
<b>Уровень образования</b>	<b>Магистр</b>	<b>Направление/специальность</b>	22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

**Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:**

<i>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ и ИФПМ СО РАН</i>
<i>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование</i>
<i>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>Отчисления во внебюджетные фонды 30 %</i>

**Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:**

<i>1. Анализ конкурентных технических решений (НИ)</i>	<i>Расчет конкурентоспособности SWOT-анализ</i>
<i>2. Формирование плана и графика разработки и внедрения (НИ)</i>	<i>Структура работ. Определение трудоемкости. Разработка графика проведения исследования.</i>
<i>3. Составление бюджета инженерного проекта (НИ)</i>	<i>Расчет бюджетной стоимости НИ</i>
<i>4. Оценка ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности (НИ)</i>	<i>Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.</i>

**Перечень графического материала**

<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Оценка конкурентоспособности ИР</li> <li>2. Матрица SWOT</li> <li>3. Диаграмма Ганта</li> <li>4. Бюджет НИ</li> <li>5. Основные показатели эффективности НИ</li> </ol>
--

<b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b>	01.02.21
---	----------

**Задание выдал консультант:**

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
Доцент ОСГН ШБИП	Кашук Ирина Вадимовна	к.т.н доцент		08.02.21

**Задание принял к исполнению студент:**

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич		08.02.21

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич

<b>Школа</b>	<b>Инженерная школа новых производственных технологий</b>	<b>Отделение (НОЦ)</b>	<b>Отделение материаловедения</b>
<b>Уровень образования</b>	Магистратура	<b>Направление/специальность</b>	22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

Тема ВКР:

<b>Физико-механические свойства магниевого сплава для медицинских приложений после деформационной обработки</b>	
<b>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</b>	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект исследования: Сплавы системы Mg-Y-Nd и Mg-Ca. Область применения: медицинские приложения (ортопедия).
<b>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</b>	
<b>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования. ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения. ГОСТ Р ИСО 9241-1-2007. Эргономические требования к проведению офисных работ с использованием видеодисплейных терминалов (VDTs). Часть 1. Общее введение. ГОСТ Р ИСО 9241-5-2009. Эргономические требования к проведению офисных работ с использованием видеодисплейных терминалов (VDT). ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).
<b>2. Производственная безопасность:</b> 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	Вредные факторы: • нервно-психические перегрузки, связанные с напряженностью трудового процесса; • недостаточная освещенность; • отклонение показателей микроклимата в закрытом помещении; • зрительное напряжение. Опасные факторы: • вещества, обладающие острой токсичностью по воздействию на организм (ядовитые вещества/химикаты/химическая

	продукция);
<b>3. Экологическая безопасность:</b>	Атмосфера: выброс пыли магнезия. Гидросфера: вымывание магниевой пыли в канализацию с последующим попаданием в водоемы; попадание отходов нейтрализации кислот в канализацию. Литосфера: твердые отходы от канцелярский принадлежностей
<b>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b>	Возможные ЧС: землетрясение, угроза пандемии, аварии на коммунальных объектах жизнеобеспечения. Наиболее типичная ЧС: пожар в результате замыкания проводки или неисправности оборудования.

<b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b>	01.02.21
---	----------

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Скачкова Л.А.	-		08.02.21

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ92	Лугинин Никита Андреевич		08.02.21

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа: 121 с., 39 рис., 34 табл., 92 источника, 1 прил.

*Ключевые слова:* магниевый сплав, интенсивная пластическая деформация, термическая обработка, микроструктура, механические свойства, коррозионные свойства.

*Объектами исследования являются* образцы сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном состоянии.

*Цель работы* – установление влияния структурного состояния на физико-механические свойства магниевых сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd.

*В процессе исследования проводились* аналитический обзор источников информации, посвященный современному состоянию применения биоразлагаемых материалов в медицине; оценка влияния структурного состояния магниевых сплавов на механические, а также на коррозионные свойства.

*В результате исследования установлено,* что пластическая деформация экструзией влияет на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства магниевого сплава Mg-Y-Nd. Показано, что глубокая деформация экструзией сопровождается измельчением среднего размера зерна и переходу сплава из крупнокристаллического состояния в ультрамелкозернистое, значительным ростом прочностных свойств при одновременном увеличении пластичности, при этом фазовый состав не меняется.

*Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики:* показано, что глубокая пластическая деформация экструзией позволяет увеличивать физико-механические характеристики магниевых сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd для медицинских приложений.

*Степень внедрения:* НИР.

*Область применения:* решение актуально для применения в области медицины, в качестве биорезорбируемого материала.

*Экономическая эффективность/значимость работы:* магниевые сплавы дешевле зарубежных неметаллических аналогов и обладают более высокими эксплуатационными характеристиками.

*В будущем планируется:* подобрать оптимальные режимы интенсивной пластической деформации для магниевых сплавов.

## Сокращения

PLA – полимолочная кислота

PGA – полигликолевая кислота

PCL – поли-три-капролактон

PHB – поли- $\beta$ -гидроксibuтират

PLGA – молочная гликолевая кислота

HA – гидроксиапатит

$\beta$ -TCP –  $\beta$ -трикальцийфосфат

ИПД – интенсивная пластическая деформация

КВД – кручение под высоким давлением

РКУП – равноканальное угловое прессование

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

РЭМ – растровая электронная микроскопия

РСА – рентгеноструктурный анализ

$\sigma_{0,2}$  – предел текучести

$\sigma_b$  – предел прочности

$\varepsilon$  – относительная деформация

$T_{extr}$  – температура процесса экструзии

$V_{extr}$  – скорость процесса экструзии

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	13
ГЛАВА 1. БИОРЕЗОРБИРУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИМПЛАНТАТОВ ....	14
1.1 Биорезорбируемые полимеры .....	14
1.1.1 Используемые биоразлагаемые полимеры .....	14
1.1.2 Физические свойства биорезорбируемых полимеров .....	15
1.1.3 Механизм биорезорбции полимеров .....	15
1.2 Биокерамики применяемые в медицине.....	16
1.2.1 Используемые биорезорбируемые керамики .....	17
1.2.2 Механические свойства биорезорбируемых керамик .....	19
1.2.3 Механизм биорезорбции керамик .....	20
1.2.4 Применение биокерамики в медицине .....	20
1.3 Биорезорбируемые сплавы на основе магния.....	21
1.3.1 Современные биорезорбируемые магниевые сплавы .....	22
1.3.2 Механизм биорезорбции сплавов на основе магния .....	24
1.3.3 Механические свойства биорезорбируемых магниевых сплавов .....	25
1.3.4 Применение биорезорбируемых магниевых сплавов.....	26
1.4 Биорезорбируемые сплавы на основе железа .....	27
1.4.1 Механические свойства биорезорбируемых сплавов на основе железа .....	28
1.4.2 Биосовместимость и скорость биорезорбции.....	29
1.5 Интенсивная пластическая деформация магниевых сплавов .....	30
1.5.1 Метод интенсивной пластической деформации .....	30
1.5.2 Свойства сплавов на основе магния после интенсивной пластической деформации .....	32
1.5.3 ИПД магниевых сплавов с присутствием кальция .....	33
1.5.4 Метод экструзии магниевых сплавов.....	35
1.5.5 Влияние метода экструзии на структуру магниевых сплавов.....	37
1.5.6 Механические свойства экструдированных магниевых сплавов.....	38
ГЛАВА 2. ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	42
2.1 Объекты исследования.....	42
2.2 Методы исследования .....	43
2.2.1 Исследование структуры сплавов.....	44
2.2.2 Исследование физико-механических свойств магниевых сплавов .....	46
ГЛАВА 3. СТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ .	51
3.1 Макроструктуры сплавов.....	51
3.2 Элементный состав магниевых сплавов .....	55
3.3 Фазовый состав .....	59
3.4 Микроструктуры исследуемых сплавов.....	63
3.5 Выводы по главе .....	69

ГЛАВА 4. ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ.....	70
4.1 Механические свойства .....	70
4.2 Коррозионные свойства .....	77
4.3 Выводы по главе .....	79
ГЛАВА 5. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	81
5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	81
5.1.1 Анализ конкурентных технических решений .....	81
5.1.2 SWOT-анализ.....	83
5.2 Планирование научно-исследовательских работ .....	86
5.2.1 Структура работ в рамках научного исследования .....	86
5.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения .....	87
5.3 Бюджет научно-технического исследования.....	90
5.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования ....	90
5.3.2 Расчет амортизации специального оборудования .....	91
5.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы.....	91
5.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы.....	93
5.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления) .....	93
5.3.6 Накладные расходы.....	94
5.3.7 Бюджетная стоимость НИР .....	94
5.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования ..	95
5.4.1 Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования.....	95
5.4.2 Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов выполнения НИР .....	96
5.4.3 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки .....	97
5.5 Выводы по главе .....	98
ГЛАВА 6. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	99
6.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	99
6.2 Производственная безопасность .....	101
6.3 Экологическая безопасность .....	107
6.4 Безопасность в ЧС .....	108
6.5 Выводы по главе .....	110
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	111
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	113
ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	122

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в ряде стран уделяется большое внимание разработке новых материалов для медицинских применений, особенно это характерно для группы биоразлагаемых материалов. Однако ни одна группа материалов не удовлетворяет всем требованиям к таким материалам, а именно: требуемая скорость резорбции, высокие механические свойства, биосовместимость [1, 2]. Группа металлических материалов на основе магния и железа наиболее близко соответствуют по своим свойствам, однако у магниевых сплавов скорость резорбции слишком высокая [3], а у железа и его сплавов, наоборот, слишком низкая [4].

Однако магниевые сплавы имеют весьма посредственные механические характеристики, как пределы текучести и прочности, что не позволяет использовать сплавы в чистом виде [1]. В последнее время ведутся работы по повышению прочностных свойств сплавов данной группы. В частности, применяют методы интенсивной пластической деформации [5].

В настоящей работе были исследованы сплавы на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd. Первый сплав обладает высокой биосовместимостью за счет легирования кальцием [6], второй сплав обладает высокими, по сравнению с другими магниевыми сплавами, механическими свойствами и коррозионной стойкостью [7]. К данным сплавам был применен метод интенсивной пластической деформации экструзией, который позволяет улучшить механические и коррозионные свойства данных материалов.

Цель работы – установление влияния структурного состояния на физико-механические свойства магниевых сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd.

Задачи работы:

- 1) исследовать микроструктуру магниевых сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном состояниях;
- 2) определить механические характеристики магниевых сплавов в двух структурных состояниях;
- 3) исследовать коррозионную устойчивость магниевых сплавов в двух структурных состояниях методом гравиметрии.

## ГЛАВА 1. БИОРЕЗОРБИРУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИМПЛАНТАТОВ

В связи с выбранным направлением исследования в литературном обзоре были рассмотрены вопросы о современном состоянии исследований в области биоразлагаемых материалов, применения методов интенсивной пластической деформации (ИПД) к магниевым сплавам, в частности метода экструзии.

### 1.1 Биорезорбируемые полимеры

Биоразлагаемые полимеры являются основными материалами для тканевой инженерии и имплантатами для восстановления костей. По происхождению они могут быть классифицированы как природные и синтетические. Обычные полисахариды (крахмал, альгинат, хитозан, производные гиалуроновой кислоты) и белки (коллаген, фибриновые гели, шелк) относятся к природным материалам. Но их применение весьма ограничено из-за их высокой активности с живыми тканями, неконтролируемой скорости разложения и низких механических свойств. Что касается синтетических полимеров, то они имеют весьма перспективное применение в медицине.

Полимер может быть аморфным или кристаллическим. Кроме того, в одном и том же полимере есть аморфные и кристаллические области одновременно, что влияет на прочность и абсорбцию этих имплантатов. На свойства полимеров также влияет температура. Выше температуры стеклования ( $T_g$ ) полимеры становятся гибкими. Важно изготавливать биоразлагаемые полимеры с  $T_g$  выше температуры тела, в котором они будут использоваться.

#### 1.1.1 Используемые биоразлагаемые полимеры

Существуют различные виды синтетических биоразлагаемых полимеров, такие как полимолочная кислота (PLA), полигликолевая кислота (PGA), поли-три-капролактон (PCL) и поли- $\beta$ -гидроксибутират (PHB) [8]. Также используется молочная гликолевая кислота (PLGA), наиболее часто

используемая в имплантатах для тканевой инженерии и восстановления костей. Было продемонстрировано, что они являются биосовместимыми и разлагаются *in vivo* до нетоксичных компонентов с контролируемыми скоростями разложения, а также имеют применение в качестве разлагаемых хирургических швов [9].

### 1.1.2 Физические свойства биорезорбируемых полимеров

В таблице 1.1 приведены свойства некоторых биоразлагаемых полимеров [2].

Таблица 1.1 – Физические свойства биоразлагаемых полимеров [9]

Полимер	Температура плавления, °С	Температура стеклования, °С	Модуль упругости, ГПа	Время разложения, месяцы
PGA	230	40	2,7	12-18
PCL	63	-60	7	3-4
PLGA	106	55	0,6	>24
PLA	178	65	2,8	3-6

### 1.1.3 Механизм биорезорбции полимеров

Полимеры разлагаются в результате гидролиза сложноэфирных связей, что может привести к резкому изменению их химического состава. При попадании микроорганизмов на поверхность полимера макромолекулы начинают разлагаться под действием фермента, выделяемого микроорганизмами, и затем выводятся из организма в виде углекислого газа и воды. На скорость разложения могут влиять химический состав, кристалличность, молекулярная масса и распределение частиц по размеру, поэтому она может быть адаптирована для удовлетворения конкретных требований от нескольких недель до нескольких лет путем изменения упомянутых параметров. Биоразложение полимеров можно классифицировать по двум механизмам.

1. Физическое биоразложение: когда микроорганизм осаждаётся на полимер, он будет гидролизоваться и ионизироваться или протонизироваться.

2. Химическая биодegradация: под прямым воздействием микроорганизмов или ферментов полимер будет разлагаться на микромолекулы, в итоге превращаться в диоксид углерода и воду. Однако из-за высокой селективности в отношении микробиологической деструкции, механизмы для многих полимеров все еще не совсем ясны.

Полимеры, такие как PGA, PLA и PLGA с относительно высоким модулем упругости, прочностью на растяжение и низким удлинением при разрыве подходят для восстановления костей [10]. Костный винт, изготовленный из PLA или PLGA полимеров, нелегко подвергнуть коррозии [11]. Однако он будет разлагаться с увеличением времени имплантации, а прочность уменьшается. С развитием технологии синтеза свойства полимеров стали достаточны для использования в качестве материала для пластинчатых костей, таких как бедренная. Полимеры с относительно низкой прочностью можно использовать в качестве лодыжки, надколенника, фаланги и различных неподвижных костей. Основными недостатками полимеров являются: относительно низкая механическая прочность, прозрачность рентгеновских лучей и специфическая реакция организма на инородное тело, вызванная индивидуальными различиями среды [11].

## 1.2 Биокерамики применяемые в медицине

Керамика является обширным классом биоматериалов, которые первоначально использовались в качестве альтернативы металлическим материалам для повышения биосовместимости имплантатов. Данный материал в настоящее время используется для заполнения дефектов в зубах и костях, для фиксации костных трансплантатов, переломов и протезов, а также для замены пораженных тканей. В соответствии с реакцией между материалом и живой тканью, биокерамика может быть разделена на три группы:

- биоинертная керамика, такая как глинозем и диоксид циркония;
- биоактивная керамика, такая как гидроксиапатит и другие керамики на основе фосфата кальция;

- биосорбируемая керамика [12].

### 1.2.1 Используемые биорезорбируемые керамики

Биоразлагаемая керамика характеризуется постепенным растворением материалов *in vivo* биосистемой организмов и используется для замены костных тканей без токсичности и отторжения [13]. Материалы на основе фосфата кальция довольно широко используются в течение длительного времени. В эту группу входят: гидроксиапатит (НА),  $\beta$ -трикальцийфосфат ( $\beta$ -ТСР), а также биоактивное стекло.

**Гидроксиапатит (НА)** относится к биоактивной и биорассасывающейся керамики или близких к ней по составу веществ, которые образуют кристаллы НА в результате реакции с организмом на границе раздела имплантат-ткань [13]. Синтетический НА образуется в результате высокотемпературной реакции и представляет собой высококристаллическую форму фосфата кальция. Номинальным составом этой смеси является  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  с атомным соотношением для топофосфата кальция 1,67. Синтетический НА является полным химическим и кристаллохимическим аналогом костного минерала. Это химическое сходство с костью объясняет их остеоиндуктивный потенциал и превосходная биосовместимость [14]. Синтетический и натуральный НА отличаются только структурой. Гидроксиапатит кальция/трикальцийфосфат (60/40) обеспечивает структуру или каркас, который может иметь плотный контакт с прилегающей костью, однако он имеет ограниченное применение при лечении несущих дефектов сегментарной кости, которые не выходили из строя на ранних стадиях имплантации [15]. Установлено, что гидроксиапатит является отличным носителем остеоиндуктивных материалов, которые в будущем будут значительно использоваться в качестве биологически активных средств для доставки лекарств [16].

С недавнего времени были предприняты попытки разработать легированные биокерамические материалы, такие как Mg-НА, Sr-НА, Si-НА [17], чтобы улучшить их механические и биологические свойства для

применения в тканевой инженерии. Гидроксиапатит как синтетический материал известен своей хорошей цитосовместимостью, но ограничен в использовании из-за его растворимости в организме. Также недостатком НА являются низкие механические свойства [18].

**Трикальцийфосфат (ТСР).** Как и гидроксиапатит, трикальцийфосфат (ТСР)  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  также является биологически активным и рассасываемым керамическим материалом. Химический состав материала аналогичны минеральной фазе кости. Скорость его биодеградации выше по сравнению с НА. Разложение происходит путем сочетания растворения и остеокластической резорбции.

Имплантаты трикальцийфосфата использовались в течение двух десятилетий в качестве синтетических наполнителей пустот в костях. Считается, что малый размер частиц и взаимосвязанная пористая структура «губки» улучшают остеоиндуктивные способности и способствуют своевременной резорбции. Резорбция ТСР имплантатов варьируется от 6 до 24 месяцев [19]. Однако механические свойства, как случае с НА имплантатами, остаются низкими [18].

**Биоактивная стеклокерамика.** В научной и медицинской литературе некоторые стеклокристаллические материалы и стекла с фосфатом кальция классифицируются как биоактивная керамика. Стеклокристаллические материалы по существу можно рассматривать как керамику с высокими концентрациями стеклянной фазы, в то время как биоактивные стекла представляют собой материалы, которые содержат небольшие количества кристаллической фазы. Биоактивные стеклокристаллические материалы и стекла содержат следующие кристаллические фазы: апатит ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6$ ),  $\beta$ -волластонит ( $\beta$ - $\text{CaOSiO}_2$ ), флогопит ( $(\text{Na}, \text{K}) \text{Mg}_3(\text{AlSiO}_{10}) \text{F}_2$ ) и витлокит ( $\beta$ - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ).

Многие биоактивные и рассасываемые керамики, содержащие силикатную фазу, основаны на композиции «45S5», то есть 45%  $\text{SiO}_2$ . Интересно, что замена части  $\text{SiO}_2$  в этой композиции на  $\text{B}_2\text{O}_3$  (до 15%  $\text{B}_2\text{O}_3$ ),

добавление  $\text{CaF}_2$  до 12% вместо  $\text{CaO}$  или увеличение количества кристаллической фазы путем изменения условий кристаллизации, не окажет значительного влияния на биологическую активность материала, т. е. его способности образовывать биохимическую связь с костью [13]. В то же время добавление только 3%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  предотвращает образование связи с костью. Небольшие добавки оксидов титана, тантала, циркония и сурьмы также уменьшают способность образовывать адгезивную связь с костью [13]. Для некоторых композиций, например стеклокерамики Cerabone A/W, адгезионная прочность соединения кость-имплантат превышала прочность как керамики, так и кости [11].

Биоактивные стекла были клинически использованы в качестве пломбировочного материала при хирургических операциях на доброкачественных опухолях, для устранения дефектов лица.

### 1.2.2 Механические свойства биорезорбируемых керамик

В таблице 1.2 приведены типичные свойства биологически активной и рассасывающейся керамики HA и TCP, свойства ряда кристаллических биостёкл [20]. Прочность биоактивной керамики существенно ниже, чем у биоинертной. Из них самая высокая прочность наблюдается у непористого HA и стеклокерамики Cerabone A/W, прочность на изгиб и трещиностойкость этих материалов в 5–7 раз ниже, чем у высокопрочной керамики  $\text{ZrO}_2$ . HA обычно обеспечивает ограниченную биомеханическую поддержку из-за их низкого сопротивления растяжению, а TCP менее хрупок, чем HA. В литературе нет соответствующих данных о структурных или биомеханических свойствах биоактивных стекол, но они показывают более высокую механическую прочность по сравнению с продуктами из фосфата кальция в результате соединения трансплантата с костью.

Таблица 1.2 – Механические характеристики керамических биоматериалов [20]

Материал		Плотность, г/см <sup>3</sup>	Твердость, HV	Предел прочности, МПа	Модуль Юнга, ГПа
Керамика	HA	3,16	600	500-1000	80-110
	TCP	3,07	-	460-680	33-90
Биостекло	45S5	2,66	460	-	35
	S45PZ	-	-	-	-
Стеклокерамика	Ceravital	-	680	500	100-150
	Cerabone A/W	3,07	-	1080	218
	Ilmappant	-	500	-	-
	Biovert	2,8	460	500	70-88

### 1.2.3 Механизм биорезорбции керамик

Предполагается, что резорбция биоразлагаемой керамики происходит в результате клеточных процессов [21]. Химический состав, физические характеристики и кристаллическая структура играют важную роль в биологическом поведении керамики. После имплантации биоразрушаемая керамика подвергается клеточной резорбции и постепенно заменяется пластинчатой костью. Клетки, участвующие в данном процессе, взаимодействуют через два основных механизма: фагоцитоз и внеклеточное подкисление. Эти два процесса зависят от различных параметров, таких как: место имплантации и присутствия различных белков (цитокины, белок внеклеточного матрикса). Клетки, вовлеченные в этот процесс, могут прямо или косвенно вмешиваться в процессы клеточной активности организма.

### 1.2.4 Применение биокерамики в медицине

Основываясь на вышеизложенных характеристиках, биоактивная керамика используется во всех типах реконструкции костей, в частности для изготовления имплантатов, которые плотно срастаются с костью (например, при реставрации черепа после операций или травм), корней зубных имплантатов, лечения заболеваний пародонта (ткани вокруг зубов), челюстно-лицевой реконструкции, пересадки и стабилизации костей черепа, реконструкции суставов, для эндопротезирования слуховых аппаратов,

косметических протезов глаз и т. д. Резорбируемая керамика также помогает в восстановлении сухожилий, связок, мелких кровеносных сосудов и нервных волокон.

### 1.3 Биорезорбируемые сплавы на основе магния

Металлы на основе магния (Mg), включая чистый магний и его сплавы, они привлекают большое внимание в медицинских целях из-за их легкой коррозии среде организма. Сплавы на основе магния с биоразлагаемыми свойствами обладают превосходным отношением прочности к массе по сравнению с другими биоразлагаемыми материалами. Однако главная проблема, которая должна быть решена, состоит в том, что контролировать скорость магния в биологической среде довольно затруднительно.

Биоразлагаемые металлы на основе магния потенциально могут быть использованы в качестве нового класса биоразлагаемых материалов для медицинских имплантатов, поскольку они обладают многими преимуществами по сравнению с применяемыми в настоящее время биоматериалами.

1) Магний является элементом, необходимым для человеческого организма. Катион  $Mg^{2+}$  является четвертым наиболее распространенным в организме человека и в значительной степени хранится в костных тканях. Продукт прямой коррозии магния,  $Mg^{2+}$ , легко поглощается или потребляется организмом человека и может выводиться с выделениями [22].

2) Металлы на основе магния имеют очевидное преимущество по сравнению с разрабатываемыми в настоящее время биоразлагаемыми материалами, такими как полимеры, керамика и биоактивные стекла, в несущих нагрузках, где требуется более высокая прочность.

3) По сравнению с титановыми сплавами ( $E \approx 110$  ГПа), нержавеющей стали ( $E \approx 200$  ГПа) и сплавами на основе кобальта ( $E \approx 230$  ГПа) модуль упругости металлов на основе магния ( $E \approx 45$  ГПа) более близок к натуральным костям. Следовательно, эффект разрушения, вызванный серьезным

несоответствием в модуле между естественными костями и металлическими имплантатами, будет смягчен.

4) Плотность сплавов на основе магния ( $1,7-2,0 \text{ г/см}^3$ ) близка к плотности природных костей ( $1,8-2,1 \text{ г/см}^3$ ), по сравнению с титановыми сплавами ( $4,42 \text{ г/см}^3$  для Ti-6Al-4V), нержавеющей сталью ( $7,8 \text{ г/см}^3$ ), биоразлагаемыми полимерами ( $1 \text{ г/см}^3$  для PLLA) и гидроксиапатитами ( $3,2 \text{ г/см}^3$ ).

### 1.3.1 Современные биорезорбируемые магниевые сплавы

Коммерческие магниевые сплавы, разработанные для инженерных целей, имеют относительно хорошие комбинации механических свойств и коррозионной стойкости. Поэтому в начале некоторые коммерческие магниевые сплавы были выбраны в качестве биоразлагаемых магниевых сплавов для исследований. Сплав WE43, сплав магния с редкоземельными элементами, ранее был разработан в качестве биоразлагаемого магниевых сплава для биорезорбируемых коронарных стентов [23]. Сплав AZ31B и сплав Mg-Al-Zn, также были изготовлены в виде биопоглощаемых коронарных стентов с лекарственным покрытием (SEBMAS) [23]. Витте и соавторы выявили, что имплантат, изготовленный из сплава AZ91, не оказал существенного вреда соседним тканям, а также показал хорошую биосовместимость [24]. Для изученных в настоящее время коммерческих магниевых сплавов, включая AZ31, AZ91, WE43 и LAE442, повреждения в тканях не обнаружены. Кроме того, чистый магний также был исследован как биоразлагаемый материал для имплантатов, поскольку он имеет одноэлементный состав, высокую чистоту и равномерную скорость коррозии [25].

Первоначально коммерческие магниевые сплавы не были предназначены для медицинского применения, поэтому могут существовать некоторые потенциальные проблемы. Ионы алюминия (Al), высвобождаемые из сплава AZ91, могут легко объединять неорганические фосфаты, что приводит к недостатку их в организме человека, и повышенная концентрация

ионов Al в мозге связана с болезнью Альцгеймера [26]. После введения редкоземельных элементов, таких как церий, празеодим и иттрий была обнаружена тяжелая гепототоксичность [26]. Поэтому в последние несколько лет было разработано несколько новых магниевых сплавов, ориентированных на медицинское применение, в основном, включая системы сплавов Mg-Ca, Mg-Zn, Mg-RE, Mg-Mn и т. д.

### **Сплавы на основе системы Mg-Ca**

Кальций (Ca) имеет низкую плотность (1,55 г/см<sup>3</sup>), что делает систему сплавов Mg-Ca аналогичной по плотности костям. Магний необходим для включения Ca в кости, что, будет полезным для их заживления с одновременным высвобождением ионов Mg и Ca. С этой целью сплавы Mg-Ca были изучены несколькими исследовательскими группами в мире как класс новых биоразлагаемых магниевых сплавов. Были исследованы бинарные сплавы Mg-Ca с различным содержанием Ca при различных условиях обработки [27], которые обычно состояли из двух фаз, альфа-Mg и Mg<sub>2</sub>Ca. Увеличение доли фазы Mg<sub>2</sub>Ca в микроструктуре привело к более высокой скорости коррозии сплава, тогда как горячая прокатка и горячая экструзия могут снизить скорость коррозии. Сплав Mg-1Ca не вызывал цитотоксичность клеток, также штифты из сплава Mg-1Ca имплантированные в бедренные кости кролика [27], показывали хорошую биосовместимость и биологическую активность.

### **Сплавы на основе системы Mg-Zn**

Цинк (Zn) является важным элементом в организме человека, а также обладает еще более укрепляющим действием в магниевых сплавах. Zn может повысить как потенциал коррозии, так и сопротивление по Фарадеевскому переносу заряда и, таким образом, улучшить коррозионную стойкость. Прочность на растяжение и относительное удлинение сплава Mg-6Zn достигают 280 МПа и 18,8% соответственно [28]. Сплав Mg-6Zn мог постепенно абсорбироваться *in vivo* при скорости разложения около 2,32 мм/год и безвреден для клеток L-929 и основных органов животных [28].

## **Сплавы на основе системы Mg-RE (редкоземельные элементы)**

Поскольку сплавы группы Mg-RE обладают лучшими механическими характеристиками и коррозионной стойкостью, некоторые новые сплавы были исследованы в качестве биоразлагаемых магниевых сплавов для медицинского применения. Сплавы, Mg-Gd, Mg-Ce, Mg-Nd, Mg-La и др. были изучены для медицинских применений, и среди них сплав Mg-Nd показал значительно более низкую скорость коррозии, чем другие сплавы [29]. Сплав Mg-Y-Zn показал интересное сочетание предпочтительных микроструктурных, механических, электрохимических и биологических свойств, что делает его очень перспективным для применения в качестве биоразлагаемого материала [29]. Коррозионная стойкость сплава Mg-1,2Nd-0,5Y-0,5Zr была улучшена добавлением 0,4% Са. Механические характеристики сплавов этой группы довольно высоки. Предел прочности таких сплавов может составлять 480 МПа, что сравнимо с некоторыми титановыми сплавами.

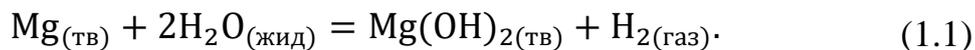
### **Другие биоразлагаемые сплавы на основе магния**

Бинарные сплавы Mg-1X (мас. %) (X Al, Ag, In, Mn, Si, Sn, Y, Zn и Zr) были изучены для оценки биологического поведения по сравнению с чистым магнием [30]. Было обнаружено, что гемолиз и количество прилипших тромбоцитов снизились для всех сплавов Mg-1X по сравнению с чистым магнием. Кроме того, биологическое поведение Mg-1,2Mn-1,0Zn высокой чистоты было оценено *in vivo*. Через 9 и 18 недель после имплантации все имплантаты из магниевого сплава были прочно зафиксированы, воспаление обнаружено не было [30]. Однако, образующиеся интерметаллидные фазы, в результате добавления легирующих элементов, делают сплав прочнее, но существует некоторый предел по массовому содержанию, после которого сплав становится излишне хрупким.

#### **1.3.2 Механизм биорезорбции сплавов на основе магния**

Известно, что сплавы на основе магния подвергаются коррозии в водной среде посредством электрохимической реакции, в результате которой

образуются гидроксид магния и газообразный водород. Общая реакция коррозии магния в водной среде приведена ниже:



Ионы  $\text{Cl}^-$  легко вызывают точечные коррозии на магниевых сплавах. Когда концентрация хлоридов в агрессивной среде поднимается выше 30 ммоль/л, гидроксид магния образуется в виде уравнения, представленного выше, и будет продолжать реагировать с магнием с образованием хлорида магния, и, таким образом, скорость разложения увеличивается. Ионы  $\text{HPO}_4^{2-}$  могут снизить скорость коррозии магниевых сплавов, и возникновение точечной коррозии значительно задерживается из-за осаждения фосфата магния. Наблюдается, что ионы  $\text{HCO}_3^-$  стимулируют коррозию магниевых сплавов на ранней стадии внедрения, но они также могут вызывать быструю пассивацию на поверхности сплавов, главным образом в результате быстрого осаждения карбоната магния в слое продукта коррозии, который может впоследствии полностью подавить точечную коррозию. Также было обнаружено, что ионы  $\text{SO}_4^{2-}$  стимулируют растворение магния [31]. В эксперименте *in vitro* было показано, что такие белки, как альбумин, образуют слой, препятствующий коррозии, на магниевых сплавах. Этот слой может быть обогащен фосфатами кальция, которые одновременно участвуют в защите от коррозии. Однако органические соединения, такие как аминокислоты в чистом виде, способствуют растворению магния. Магниевые сплавы подвержены коррозионному растрескиванию под напряжением в хлоридсодержащей среде, что приводит к внезапному образованию трещин по всему имплантату [31].

### 1.3.3 Механические свойства биорезорбируемых магниевых сплавов

В таблице 1.3 представлены механические характеристики некоторых магниевых сплавов, потенциально применяемых в медицине [32].

Из таблицы видно, что магниевые сплавы имеют весьма различный спектр механических характеристик, которые зависят от метода получения сплава и его легирующих компонентов. Самыми прочными сплавами являются

сплавы с аббревиатурами GAE. Данные сплавы легированы редкоземельными элементами (стронций, цирконий). Некоторые сплавы имеют весьма большое относительное удлинение, которое может свидетельствовать об излишней пластичности. В идеальном случае характеристики должны быть близки к прочности и пластичности костного материала (предел прочности 170 МПа, относительное удлинение 3 %).

Таблица 1.3 – Механические характеристики магниевых сплавов [32].

Сплав	Предел прочности, МПа	Предел текучести на растяжение, МПа	Относительное удлинение, %	Модуль Юнга, ГПа
AZ91E-F	165	97	2,5	45
AZ91E-F HPDC	230	150	3	45
AZ91E-GAE	457	517	11,1	45
AZ31 экструдированный	241-260	165-200	12-16	-
AZ31 прокатка	255-290	150-220	15-21	-
AZ31GAE	445	427	11,5	-
LAE442	247	148	18	-
WE43A-T6	250	162	2	-
WE43-B	220	-	2	-
WE43 экструдированный	277	198	17	-
AZ91+2Ca-GAE	452	427	5,4	-
AZ91+2Ca	147	-	1,7	-
Mg-0.8Ca экструдированный	357	-	-	60
Mg-(0-4)Ca	210-240	-	-	55-78
AM50A-F	210	-	10	-
AM60B-F	225	-	8	-

#### 1.3.4 Применение биорезорбируемых магниевых сплавов

Благодаря преимуществам сплавы на основе магния стали очень популярны в исследованиях металлических биоматериалов за последние 10 лет. Для применения в восстановлении костей, металлы на основе магния широко исследовались как *in vitro*, так и *in vivo*, в основном как винты и пластины для фиксации. Однако, механические свойства магниевых сплавов все еще ниже, чем у обычно используемых титановых сплавов и нержавеющей стали,

поэтому большинство магниевых сплавов не являются применимыми для несущих костей.

Кроме того, применение металлов на основе магния ограничено их высокими скоростями разложения, вызывающими гемолиз, остеолит, и быстрое снижение механических свойств. Для решения этой проблемы, помимо разработки новых сплавов с более высокой коррозионной стойкостью, эффективным методом считается модификация поверхности. Для модификации поверхности используется множество методов, таких как анодирование, микродуговое окисление, электроосаждение, фосфатирование, [33]. Таким способом можно заметно снизить скорость биодеградации. Также эффективным методом снижения скорости биоразложения является механическая обработка готовых образцов сплава.

#### 1.4 Биорезорбируемые сплавы на основе железа

Сплавы на основе железа (Fe) являются хорошей альтернативой биоразлагаемым сплавам на основе магния, поскольку изначально имеют достаточно высокие механические свойства. Однако скорости разложения в организме данных материалов слишком низки. В основном сплавы медицинского применения на основе железа изготавливают из двух систем: Fe-Mn и Fe-Mn-Pb, поскольку элементы, стоящие после железа в номенклатуре, ускоряют процесс биоразложения. Применение биоразлагаемых металлических материалов на основе железа можно разделить на 3 группы.

**Внутрисосудистые стенты.** Главным преимуществом железа являются его хорошие механические свойства, которые делают его кандидатом для использования в биоразлагаемых стентах. Например, более высокий модуль упругости железа может привести к высокой радиальной прочности стента, что полезно при изготовлении объектов с более тонкими стойками. Кроме того, железо обладает высокой пластичностью, что может быть полезно, когда стент пластически деформируется во время процедуры имплантации [34]. Поэтому разработка стентов является одним из видов использования.

## **Материалы имплантатов для костной хирургии.**

Неразлагаемые металлические имплантаты, используемые в костной хирургии, такие как винты и пластины, могут приводить к неблагоприятным реакциям, таким как токсический ответ на специфические ионы, высвобождаемые из материалов вследствие их длительного присутствия в организме. Хотя имплантаты могут быть удалены во время второй операции, однако это может привести к неблагоприятным последствиям, таким как второй дефект в месте имплантации, боль и увеличение затрат на лечение. Сплавы на основе железа являются хорошими кандидатами для устранения этих недостатков. Во-первых, сплавы на основе Fe имеют превосходные механические свойства, которые могут удовлетворить требования для восстановления костей. Также, сплавы на основе Fe обладают хорошей биосовместимостью.

**Каркас для инженерии костной ткани.** Каркас играет важную роль в тканевой инженерии и обеспечивают необходимые условия для восстановления тканей. Например, каркас обеспечивает поверхность, которая обеспечивает рост клеток и образование новой ткани, тем самым способствуя регенерации поврежденных клеток [35]. Идеальный каркас должен иметь надежные скорости резорбции, которые согласуются со скоростью регенерации ткани. Кроме того, каркас должен иметь соответствующие механические свойства, которые соответствуют свойствам нормальных тканей и органов. Поскольку металлические материалы обладают превосходными механическими свойствами, применение биоразлагаемых металлических пористых каркасов в основном используется для регенерации твердых тканей, таких как кости. Таким образом, данные сплавы избегают недостатки полимерных материалов.

1.4.1 Механические свойства биорезорбируемых сплавов на основе железа

Механические свойства сплавов на основе железа во многом зависят от метода получения. В таблице 1.4 обобщены механические свойства сплавов на основе железа [36-38].

Как видно из таблицы, традиционные методы производства железных сплавов дают лучшие механические свойства. Кроме того, сплавы, подвергнутые термической обработке, имеют самые высокие прочностные свойства, однако такой тип обработки приводит к неизбежной потере пластичности сплава.

Таблица 1.4 – Механические свойства биоразлагаемых железных сплавов [36-38]

Сплав	Метод изготовления	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость, HV
Fe-10Mn	Литье-Ковка-Термическая обработка	1300-1400	650-800	14	374-428
Fe-10Mn-1Pb	Литье-Ковка-Термическая обработка	1450-1550	850-950	2-11	376-437
Fe-(0,5-7) Mn	Литье-Ковка	353-1041	295-814	11-31	-
Fe-21Mn-0,7C	Литье-Ковка-Термическая обработка	1255	725	38	-
Fe-30Mn	Литье-Ковка	530	242	15	175
Fe-5Pd	SPS	445	754	-	-
Fe-30Mn	Спекание-Холодная прокатка	428-723	234-421	5	-

#### 1.4.2 Биосовместимость и скорость биорезорбции

Скорость разложения материалов на основе железа и ее влияние на биосовместимость требуют дополнительных исследований. Скорость деградации довольно медленна по сравнению с другими биорезорбируемыми сплавами и должна быть увеличена. Скорость разложения может повлиять на биосовместимость материала. Более низкая скорость деградации обеспечивает лучшую биосовместимость и наоборот. Продукты чрезмерного разложения, полученные при более высоких скоростях могут привести к снижению биосовместимости. Идеальная скорость деградации – это та, которая обладает

достаточной биосовместимостью при полном разложении к определенному времени.

Добавление частиц второй фазы может как замедлить данные процессы, так и ускорить их. Наиболее перспективными элементами для легирования являются свинец и марганец, так как они ускоряют коррозию за счет образования дополнительных областей точечной коррозии, что не характерно для чистого железа [39]. Термическая обработка также влияет на скорость коррозии сплава, однако этот вопрос рассматривается и по сей день, поскольку определенные виды термообработки влияют на железные сплавы по-разному [40]. Коррозия зависит не только от микроструктуры материалов, но и от среды имплантации.

## 1.5 Интенсивная пластическая деформация магниевых сплавов

### 1.5.1 Метод интенсивной пластической деформации

Достижение наноструктурных состояний может быть обеспечено при использовании методов обработки, названными интенсивной пластической деформацией (ИПД). Задачей методов ИПД является формирование наноструктур в массивных металлических образцах и заготовках путем измельчения их микроструктуры до наноразмеров.

ИПД, позволяет достичь очень больших деформаций при относительно низких температурах в условиях высоких приложенных давлений. Для реализации этих принципов были использованы и развиты специальные схемы механического деформирования, такие как интенсивное кручение под высоким давлением, кручение дисковых заготовок на наковальнях Бриджмена, равноканальное-угловое прессование (РКУП), всесторонняя ковка и др. В последнее время появился ряд новых технологических схем получения наноструктурированных систем с использованием ИПД: «песочные часы» [41], винтовое прессование, при котором интенсивные сдвиговые деформации достигаются путем гидромеханического прессования призматических заготовок через матрицу с винтовым каналом, сечение которого, ортогональное оси

прессования, постоянно вдоль этой оси [42]. Благодаря указанным особенностям геометрии канала форма заготовки после выдавливания не изменяется, что позволяет осуществлять ее многократное прессование с целью накопления интенсивных деформаций.

Такие технологические схемы ИПД имеют ряд достоинств. Во-первых, можно изготовить массивные образцы для проведения механических испытаний. Во-вторых, в получаемых материалах отсутствует остаточная пористость. В-третьих, эти методы можно использовать для получения сверхмелкозернистой структуры не только в чистых металлах, но в промышленных сплавах, что позволяет говорить о перспективах промышленного применения.

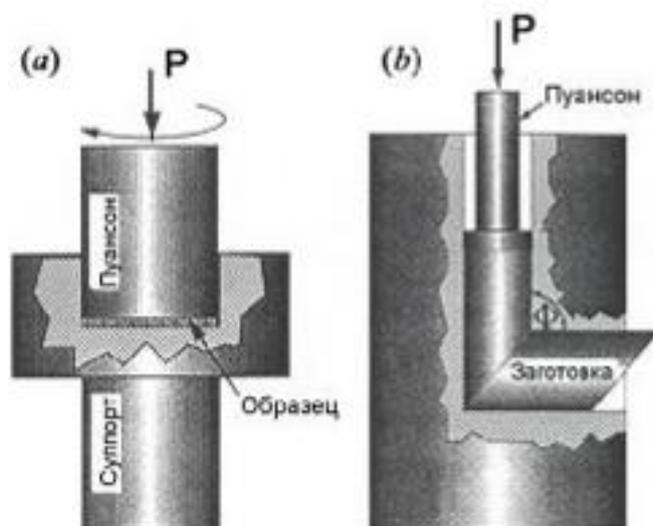


Рисунок 1.1 – Основные виды ИПД (*а* – кручение под высоким давлением (КВД), *б* – равноканальное угловое прессование (РКУП))

Можно сформулировать несколько требований к методам ИПД, которые следует учитывать при их развитии для получения наноструктур в объемных образцах и заготовках [43].

Это, во-первых, возможность получения ультрамелкозернистых структур, имеющих преимущественно большеугловые границы зерен, поскольку именно в этом случае качественно изменяются свойства материалов.

Во-вторых, формирование наноструктур, однородных по всему объему образца, что необходимо для обеспечения стабильности свойств полученных материалов. В-третьих, образцы не должны иметь механических повреждений или разрушений, несмотря на их интенсивное деформирование [43]. Эти требования не могут быть реализованы при использовании обычных методов обработки металлов давлением, таких как прокатка, вытяжка или экструзия. Для формирования наноструктур в объемных образцах необходимо использование специальных схем деформирования, позволяющих достичь больших деформаций материалов при относительно низких температурах, а также определение оптимальных режимов обработки материалов [44].

#### 1.5.2 Свойства сплавов на основе магния после интенсивной пластической деформации

Кроме его низкой плотности, материалы на основе магния, отличную литейную способность и обрабатываемость, высокие демпфирующие характеристики, высокую термостойкость, высокую термическую и электрическую проводимость и устойчивость к электромагнитному излучению [45–47]. Тем не менее, области применения магния были ограничены из-за его низкой коррозионной стойкости и относительно плохих механических свойств, такие как низкий модуль упругости, низкая прочность, ограниченная пластичность и ударная вязкость при комнатной температуре, быстрая потеря прочности в зависимости от температуры и плохое сопротивление ползучести [48-52].

Материалы на основе магния обычно изготавливаются с помощью традиционных методов производства, таких как литье и порошковая металлургия. Обычно легкие инженерные детали с высокими эксплуатационными характеристиками могут быть получены деформационной обработкой сплавов на основе магния. Тем не менее, из-за гексагональной плотноупакованной структуры (ГПУ) магния, магниевые сплавы проявляют плохую обрабатываемость в холодном состоянии при комнатной температуре. Деформационную обработку магния необходимо выполнять при повышенных

температурах формования, чтобы активировать большее скольжение плоскостей материала и обеспечить лучшую формуемость, что приводит к плохому качеству поверхности и окислению деталей и ограничивает эффективность [53].

Потребление продуктов из ковального магния представляет небольшую долю от всех деталей, всего около 1,5% от общего потребления [54]. В настоящее время литье является наиболее распространенным и доминирующим способом синтеза, используемым для изготовления магниевых сплавов и композитов на его основе. Хотя методы литья гарантируют высокую эффективность с высокой точностью, трудно изготавливать почти чистые структуры сложных форм. Более того, часто бывает так, что качество продукта ухудшается термодинамически стабильными фазами, которые образуются при затвердевании из расплава и сильной окислительной тенденции магния [55]. Это возможно контролировать только в определенных режимах [56]. Высокие механические свойства были получены путем усиления магния с нанокристаллическими и аморфными порошками. Например, сплавы Mg-Zn-Y, имеющие очень высокие значения предела текучести в диапазоне 480–610 МПа при относительном удлинении от 5% до 16%. Они были разработаны с использованием метода быстрого затвердевания [57]. Кроме того, разрабатываются новые методы изготовления такие как, аддитивное производство, холодное распыление, литье металла под давлением, и обработка трением с перемешиванием [58]. Эти методы могут быть успешно использованы для разработки сложных и наноструктурированных материалов [59, 60].

### 1.5.3 ИПД магниевых сплавов с присутствием кальция

В работе [61] сплав Mg-1 мас. % Ca был подвергнут интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Литые образцы были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 450 °C в течение 12 часов в муфельной печи Nabertherm с охлаждением в воду. Химический анализ сплава был проведен на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-

6490LV, оснащенном EDS приставкой INCAX-Sight. Для получения наноструктурного состояния в магниевом сплаве Mg-1%Ca, диски (диаметром 20 мм и толщиной 1 мм) подвергали кручению под высоким давлением при комнатной температуре с приложенным давлением 6 ГПа. Для проработки структуры выполнялось 10 оборотов. Макроструктуру изучали на оптическом микроскопе Olympus GX51. Микроструктуру исследовали на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEM-6390 и просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 с ускоряющими напряжениями 10 кВ и 200 кВ соответственно.

Анализ микроструктуры данного сплава показал, что в исходном состоянии средний размер зерна составляет 36 мкм, однако наблюдаются некоторые крупные зерна с размером около 100 мкм. Методом ПЭМ выявлено, что применение ИПДК ведет к измельчению структуры, до элементов размером 210 нм. В структуре выявлена высокая плотность дислокаций. Дифракционный контраст на светлопольном и темнопольном изображениях свидетельствовал о наличии в структуре больших внутренних напряжений, возникших вследствие применения больших деформаций сдвигом в условиях высоких давлений.

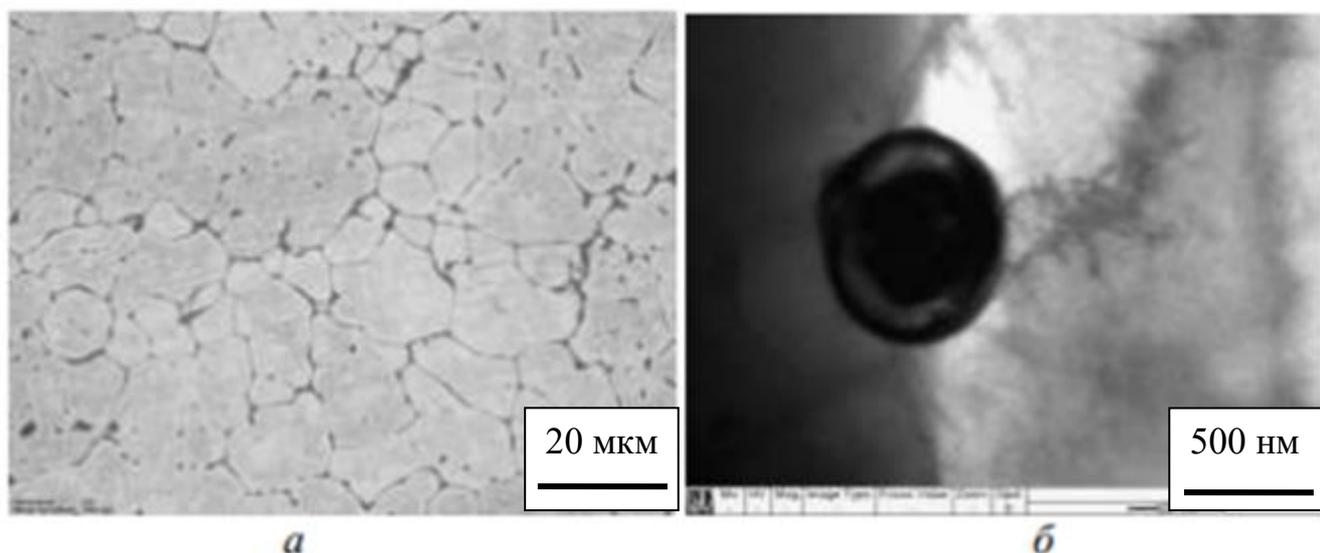


Рисунок 1.2 – Микроструктура сплава Mg–1 мас. % Ca в литом состоянии (a – оптическая металлография; б – ПЭМ)

Применение ИПДК к сплавам системы Mg-Ca ведет к значительному измельчению среднего размера зерна до 210 нм (по сравнению с гомогенизированным состоянием – 42 мкм). Применение дополнительных отжигов ведет к релаксации внутренних напряжений и рекристаллизации структуры. Образцы после ИПДК и последующей термической обработки при 250 °С продемонстрировали высокий предел прочности 245 МПа (по сравнению с гомогенизированным состоянием 100 МПа), однако при снижении пластичности до 4% (в гомогенизированном состоянии – 8%).

#### 1.5.4 Метод экструзии магниевых сплавов

По сравнению с алюминиевыми экструзионными сплавами магниевые сплавы имеют гораздо более низкую экструдирруемость, то есть данный процесс должен проводиться при более низких скоростях и в более узком диапазоне температур экструзии [62]. Низкая экструдирруемость приводит к более низкой эффективности производства и более высокой стоимости, чем алюминиевые экструзионные сплавы. Для некоторых сплавов магния, таких как AZ61, ZK60 и сплавов с высоким содержанием редкоземельных элементов, характерна низкая экструдирруемость, поскольку они твердые и экструзионная машина не может продавливать их через фильеру при низкой температуре, и, следовательно, температуру нужно повышать. Когда скорость экструзии превышает критическое значение, на поверхности заготовки образуется трещина, также известная как горячее сжатие [63]. Другим фактором возникновения поперечных трещин в периферийной зоне является растягивающее напряжение на поверхности экструдированных заготовок. При экструзии материал в матрице подвергается трехмерному сжатию, и, таким образом, образование трещин подавляется. Только когда материал прошел через матрицу, растягивающее напряжение будет развиваться близко к поверхности. Принимая во внимание, что предел прочности магниевых сплавов значительно снижается с ростом температуры, поперечные трещины будут образовываться, если растягивающее напряжение на поверхности экструзии будет выше, чем жаропрочность магниевых сплавов.

В настоящее время для улучшения экструдирруемости применяется несколько методов. Например, снижение концентрации легирующих элементов улучшает экструдирруемость. Во-первых, магниевые сплавы с более низкой концентрацией легирующих элементов обычно мягче во время экструзии, и, таким образом, может быть применена более низкая температура экструзии и более высокие скорости процесса. Чистый магний может быть экструдирован при  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  [64], но научные работы показывают, что самая низкая температура экструзии для сплава Mg–1Zn составляет  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , когда образцы чистого магния и сплава Mg–1Zn с одинаковыми размерами были экструдированы при скорости  $0,1\text{ мм/с}$  использованием 100-тонной экструзионной машины. Во-вторых, горячее растрескивание происходит всесторонне при уменьшении концентрации легирующих элементов, таких как цинк, который, как известно, снижает температуру плавления сплава и приводит к образованию вторых фаз с низкой температурой плавления. Например, снижение концентрации цинка с  $6,8\%$  до  $3,8\%$  увеличило максимальную скорость экструзии в три раза [65]. При удалении цинка из сплава AZ31 эвтектическая фаза Mg–Al–Zn с низкой температурой плавления  $338\text{ }^{\circ}\text{C}$  не образуется, что приводит к увеличению максимальной скорости экструзии на  $\sim 20\%$  [65]. Экструдирруемость также может быть улучшена путем добавления легирующих элементов, которые повышают температуру плавления, таких как цирконий и марганец. Было показано, что добавление  $0,8\text{ мас. \% Zr}$  к сплаву Mg–6Zn увеличивает максимальную скорость экструзии в 10 раз [65], что весьма значительно.

Гомогенизационная обработка заготовок из магниевого сплава перед экструзией может улучшить экструдирруемость. Например, гомогенизированные заготовки AZ31 имеют больший температурный интервал обработки, чем литая заготовка AZ31. Кроме того, надлежащая смазка при экструзии может снизить трение и растягивающее напряжение на поверхности экструдированных прутков и помочь смягчить повышение температуры, вызванное трением между заготовкой и ее емкостью чтобы избежать горячей коррозии. В качестве смазок часто используются дисульфид молибдена и

комбинация смазки, масла и графита, поскольку они могут образовывать смазочную пленку и имеют относительно низкую теплопроводность.

Во время экструзии значительно изменяется микроструктура магния, которая включает такие изменения, как динамическая рекристаллизация, статическая рекристаллизация (после выхода из экструзионной головки), выравнивание ориентации кристаллов, измельчение вторых фаз, а также динамическое осаждение. Процесс экструзии схематически показан на рисунке 1.3.

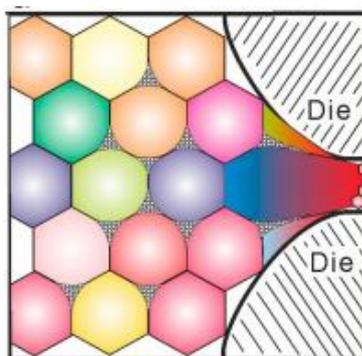


Рисунок 1.3 – Общая схема процесса экструзии материала

#### 1.5.5 Влияние метода экструзии на структуру магниевых сплавов

Динамическая рекристаллизация приводит к замене крупных зерен в литой заготовке мелкими рекристаллизованными зернами во время горячей экструзии. Например, крупные зерна диаметром около 380 мкм в гомогенизированном сплаве AZ80 измельчаются до размеров около 1 мкм после экструзии [66]. Кроме того, во время экструзии гомогенизированного сплава AZ80 атомы растворенных веществ в матрице магния во время гомогенизационной обработки и могут привести к динамическому осаждению, образуя мелкие частицы  $Mg_{17}Al_{12}$  диаметром 200–400 нм. Горячая экструзия также приводит к фрагментации эвтектических фаз сравнительно крупных размеров, которые номинально присутствуют вдоль границ зерен, что делает вторую фазу более равномерно распределенной в структуре сплава. Значительное изменение микроструктуры и перераспределение легирующих элементов во время экструзии значительно влияет на механические свойства сплавов магния, что оказывает влияние на коррозионные свойства.

### 1.5.6 Механические свойства экструдированных магниевых сплавов

Механические свойства экструдированных сплавов, которые определяются составом и микроструктурой, существенно зависят от температуры и скорости экструзии. Также были исследованы другие факторы, включая коэффициент экструзии, предэкструзионное старение, холодная предэкструзионная деформация, двойная экструзия и сильная пластическая деформация после экструзии. Однако такие дополнительные этапы обработки имели ограниченное промышленное использование, поскольку они оказались либо непрактичными для промышленности, либо имеют малое влияние на механические свойства, либо не обеспечивают свойств по сравнению с затратами, которые превосходят конкурентные материалы.

Влияние температуры экструзии на предел текучести, предел прочности и относительное удлинение различных экструдированных сплавов магния показаны на рисунке 1.4.

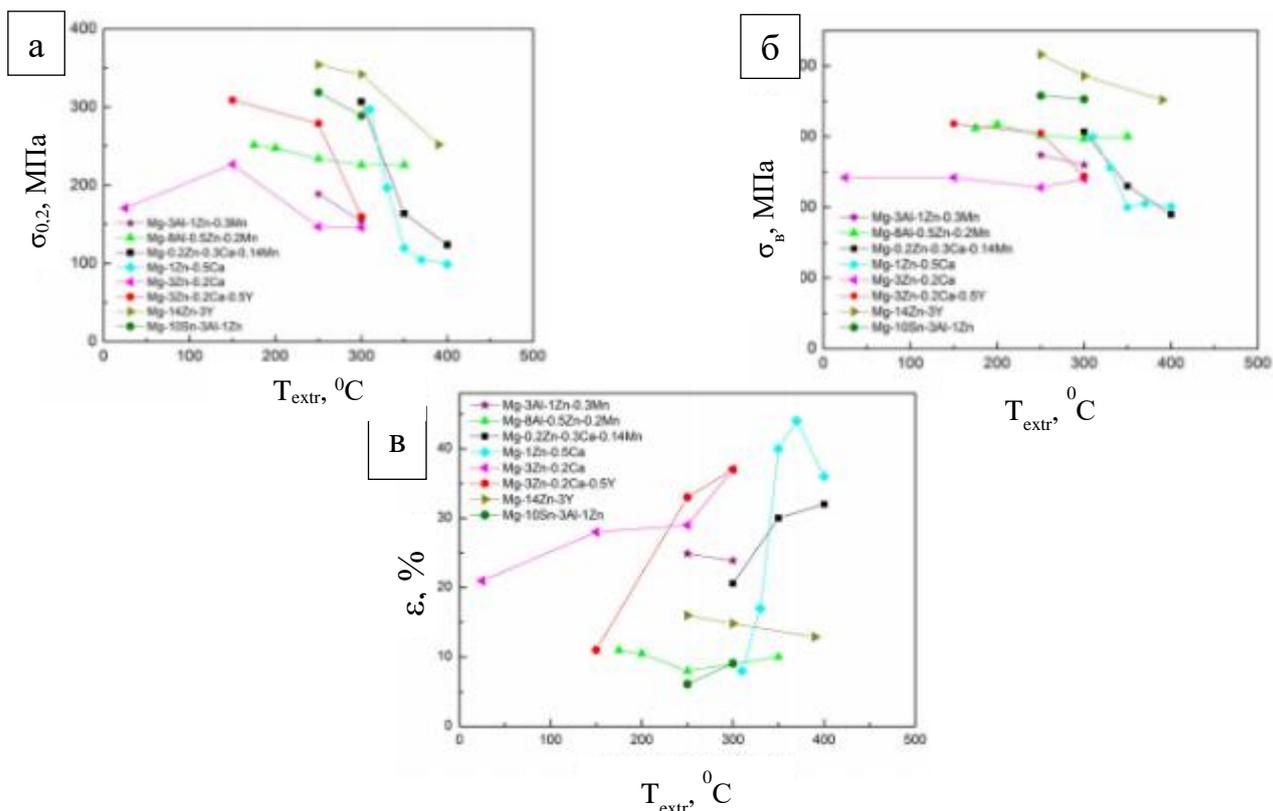


Рисунок 1.4 – Графики зависимости основных механических свойств от температуры экструзии различных магниевых сплавов (а – предел текучести, б – предел прочности, в – относительное удлинение) [67–73]

Сплавы на рисунке 5 имеют широко варьирующиеся составы, но на основе сравнения составов, представленные сплавы подвергались одинаковому соотношению и скорости экструзии, и наносились на график в зависимости от их температуры экструзии. Такое обобщение данных позволяет наблюдать общую тенденцию, что предел текучести экструдированного сплава обычно уменьшается с увеличением температуры экструзии. Например, предел текучести сплава  $Mg-3Zn-0,2Ca-0,5Y$  составлял 309 МПа при экструдировании с температурой 150 °С и значительно уменьшался до 160 МПа при экструдировании с температурой 300 °С. Такой результат является типичным для большинства сплавов магния, демонстрируя, что более высокий предел текучести более вероятно достигается при низких температурах экструзии. Как показано на рисунке 1.5б, предел прочности экструдированных сплавов магния уменьшается или изменяется лишь незначительно с увеличением температуры экструзии. Удлинение экструдированных сплавов увеличивается с увеличением температуры экструзии. Например, когда температура экструзии была увеличена с 300 до 400 °С, относительное удлинение сплава  $Mg-0,2Zn-0,3Ca-0,14Mn$  заметно увеличилось с 20,6% до 32%, тогда как увеличение относительного удлинения сплава  $Mg-1Zn-0,5Ca$  было более значительным: от 8 до 44%.

Влияние скорости экструзии на предел текучести, предел прочности и относительное удлинение различных экструдированных сплавов магния показаны на рисунке 1.5.

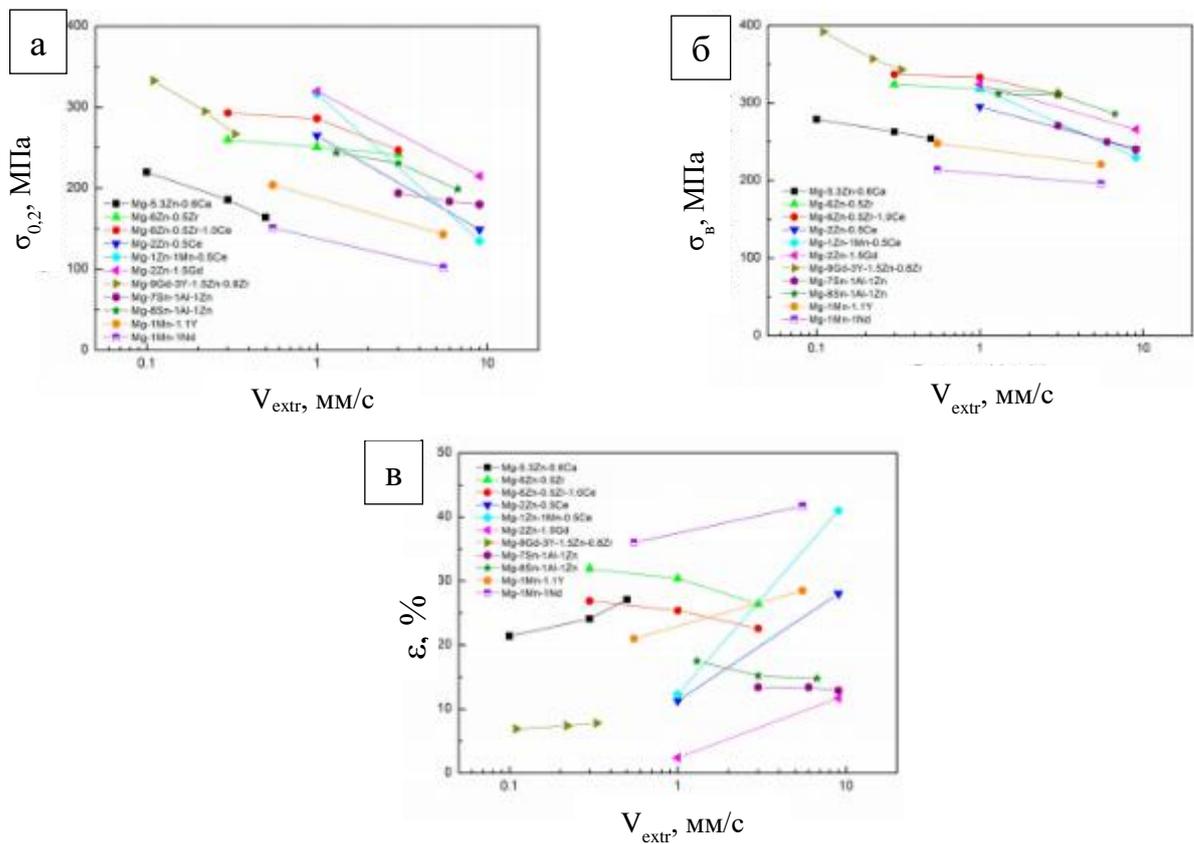


Рисунок 1.5 – Графики зависимости основных механических свойств от скорости экструзии различных магниевых сплавов (а – предел текучести, б – предел прочности, в – относительное удлинение) [74–79]

Увеличение скорости экструзии обычно приводит к снижению предела текучести. Например, при увеличении скорости экструзии от 1 до 9 мм/с предел текучести сплава Mg–1Zn–1Mn–0,5Ce довольно значительно снизился с 317 до 135 МПа. Даже в случае сплавов магния, которые содержат редкоземельные элементы предел текучести также был одинаково чувствителен к скорости экструзии. При экструзии сплава Mg– 9Gd–3Y–1,5Zn–0,8Zr при 0,1 мм/с значение предела текучести составляло 333 МПа, однако, когда скорость экструзии увеличивалась в три раза до 0,3 мм/с, предел текучести был снижен до 267 МПа.

Таким образом, независимо от составов сплавов, исследованных до настоящего времени, высокопрочные экструзионные сплавы с большей вероятностью будут получены путем низкоскоростной экструзии. Также увеличение скорости экструзии приводит к снижению предела прочности.

Скорость экструзии влияет на удлинение сплава уникально в каждом случае (рисунок 1.6в). Для таких сплавов, как сплав Mg–1Zn–1Mn–0,5Ce, увеличение скорости экструзии привело к увеличению пластичности сплава, а для других сплавов, таких как Mg–7Sn–1Zn–1Al и ZK60 наоборот к уменьшению.

Можно сделать вывод о том, что интенсивная пластическая деформация экструзией с низкими скоростями при пониженной температуре будет являться эффективным методом увеличения механических характеристик биоразлагаемых магниевых сплавов. Однако стоит отметить, что данный метод достаточно дорог в реализации и неэффективен при некоторых режимах.

## ГЛАВА 2. ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Из литературного обзора следует, что применение метода интенсивной пластической деформации экструзией к магниевым сплавам позволяет получить материалы с высокими физико-механическими свойствами для применения в качестве несущих биоразлагаемых имплантатов.

### 2.1 Объекты исследования

Объектами исследования являлись сплавы систем Mg-Y-Nd и Mg-Ca. Данные сплавы были получены методом непрерывного литья в кокиль, и затем подвергались деформационной обработке экструзией. Рекристаллизованное состояние в сплаве получали отжигом при температуре 510 °С в течение 6 часов в аргоне с охлаждением на воздухе, геометрические размеры образцов при этом не изменялись [80]. Сплавы исследовали в экструдированном и рекристаллизованном состояниях. Внешний вид образцов и элементный состав представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Внешний вид и элементный состав образцов сплава

Образец	Рентгенофлуорисцентный анализ		СЭМ, ЭДС-анализ	
	Элемент	Мас. %	Элемент	Мас. %
Пруток d=14 мм, l=105 мм 	Mg	85	Mg	93,1
	Al	0,5	Y	3,3
	P	9,1	Nd	2,5
	Y	3	O	0,9
	Nd	1,6		
	S	0,4		
	Fe	0,4		
Пруток d=14 мм, l=50 мм 	Mg	98,6	Mg	96,2
	Al	0,6	Ca	1
	Ca	0,8	O	2,8

Обработка экструзией литых образцов проводилась методом обратного прессования со скоростью 0,5 мм/с при температуре образца и стенок экструдера 350 °С. Общая схема процесса представлена на рисунке 2.1.

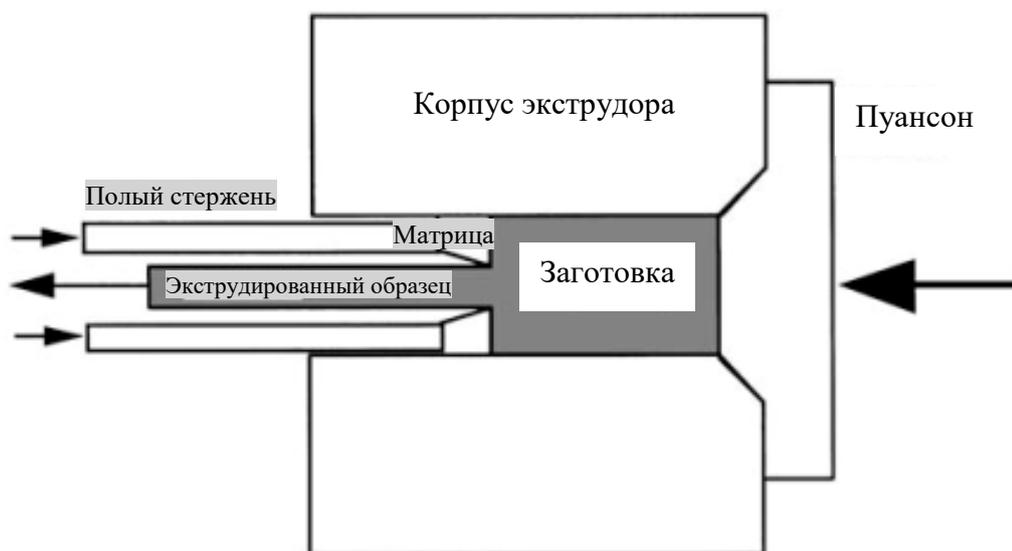


Рисунок 2.1 – Общая схема процесса обратной (косвенной) экструзии

Исходная заготовка имела диаметр 60 мм, который в процессе обработки уменьшился до 14 мм. Накопленную деформацию можно рассчитать по формуле:

$$e = \sum_{1}^{n} \ln \left( \frac{h_n}{h_{\text{кон}n}} \right) \quad (2.1)$$

где  $h_n$  – начальная высота образца на  $n^{\text{ом}}$  этапе деформации, мм;

$h_{\text{кон}n}$  – конечная высота образца на  $n^{\text{ом}}$  этапе деформации, мм.

Накопленная деформация в результате обработки для двух образцов сплава составила  $e=1.46$ .

## 2.2 Методы исследования

В работе был применен ряд экспериментальных методов для исследования структуры и физических свойств магниевых сплавов в двух структурных состояниях: оптическая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, оценка физико-механических характеристик во

время испытаний на растяжение, измерение микротвердости по Виккерсу, оценка коррозионных свойств гравиметрией.

### 2.2.1 Исследование структуры сплавов

Микроструктура образцов сплавов Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном была исследована методом оптической микроскопии.

Методика подготовки объектов для микроскопических исследований включала в себя несколько этапов. На шлифовальной бумаге разной зернистости (M200-M2000) были удалены все грубые неровности и дефекты, далее была проведена полировка на алмазной пасте размером абразива 1 мкм с использованием этилового спирта.

Исследование производилось в двух сечениях прутка согласно схеме, представленной на рисунке 2.2.

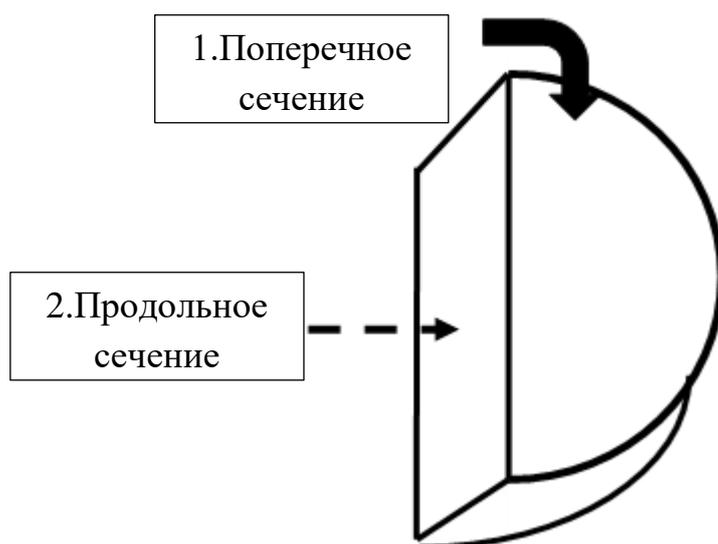


Рисунок 2.2 – Схема исследования образцов сплава Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном состояниях

Для выявления микроструктуры образцы были подвергнуты травлению реактивом следующего состава:

- 5 мл азотной кислоты ( $H_2NO_3$ );
- 100 мл этилового спирта.

После этого образцы исследовались на двух оптических микроскопах:

Altami MET 1С (Altami, Россия), Axiovert-200MAT (Carl Zeiss, Германия), поскольку второй имеет более высокое качество изображений. Исследования велись в интервалах увеличения X50-X1000 согласно схеме на рисунке 2.2. Измерения среднего размера зерна велось методом отдельного измерения. Наиболее важные результаты представлены в главе 3.1.

Для исследования распределения легирующих элементов в объеме сплава был применен метод ЭДС-анализа на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50 (Carl Zeiss, Германия). Картирование велось с середины поперечного сечения каждого образца, согласно рисунку 2.2. Для составления каждой карты распределения элементов было сделано 50 кадров одного участка при увеличении X1500. Дополнительно был сделан точечный анализ для оценки распределения легирующих элементов в границах и объеме зерен. Интерпретация энергетического спектра велась в программе Aztec 2021, используя последнюю версию. Результаты исследования представлены в главе 3.2.

Исследование тонкой структуры образцов велось методом просвечивающей электронной микроскопии на JEOL JEM-2100 (Токуо Воэки Ltd., Япония) при ускоряющем напряжении 200 кВ и постоянной прибора  $C=3,73 \text{ \AA}\cdot\text{см}$ . Пробоподготовка производилась в продольном сечении прутков согласно рисунку 2.2. Вырезанная пластина шлифовалась на бумаге с абразивом  $\text{SiO}_2$  M400. В последствии пластина подвергалась ионному утонению на установке Model 1051 TEM Mill (Fischione Instruments, США). Дополнительно на участках съемки был проведен ЭДС-анализ для исследования элементного состава мелких включений. Для построения каждой карты элементов использовалось 50 кадров. Интерпретация энергетического спектра велась в программе Aztec 2021, используя последнюю версию. Также, для определения структурных параметров сплава была использована дифракция электронов. Данный метод был применен для более точно идентификации фаз в материале. Расчет индексов Миллера производился в программе Odrin используя параметры решеток соединения из базы данных ICDD PDF-4+ 2019

г. За результат принимался набор индексов, дающий наименьшую ошибку при расчете межплоскостных расстояний для электроннограммы. Результаты исследования представлены в главе 3.3.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН–7.0 (Буревестник, Россия) в  $K_1Co$ -излучении ( $\lambda=1.78897$  Å) при углах съемки по  $2\theta$  от 10 до 165 градусов с шагом 0,05 при времени выдержки 7 секунд по схеме Брэгга-Брентано расположения детектора и трубки. Образцы сплавов для фазового анализа были вырезаны в поперечном сечении прутков в соответствии со схемой, представленной на рисунке 2.3.

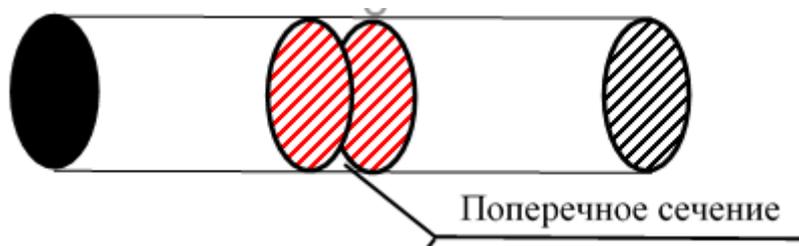


Рисунок 2.3 – Схема резки образцов из прутков сплавов Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном состояниях для РСА

Полученные в результате съемки дифрактограммы подвергали обработке сглаживанием, без вычитания фона, поскольку некоторое интерметаллидные включения имеют малую интенсивность. Затем по ним определяли дифракционные пики, после чего сопоставляли с данными в базе ICDD PDF-4+ 2019 г. в программе Match! 3. Далее была произведена корректировка ошибки по  $2\theta$  и интенсивности пиков. Расчет параметров решетки производился по отредактированному профилю, используя программу Dicsol, по всем идентифицированным пикам фазы с максимальным отклонением по углам в 0.9 градуса. Результаты представлены в главе 3.4.

### 2.2.2 Исследование физико-механических свойств магниевых сплавов

Оценка механических свойств производилась методом растяжения плоских лопаток на разрывных машинах LFM-125 (Walter+Bai AG, Швейцария) и Instron 8801 (Instron, США) при скорости растяжения 0,17 мм/с с установленным тепловизором для оценки теплового эффекта в процессе

деформации. В качестве механических характеристик были выбраны:  $\sigma_B$  – предел прочности (МПа),  $\sigma_{0,2}$  – условный предел текучести (МПа) и  $\varepsilon$  – относительное удлинение (%). Так как образцы сплавов имели разную длину, то для испытаний использовались два чертежа лопаток, представленных на рисунке 2.4.

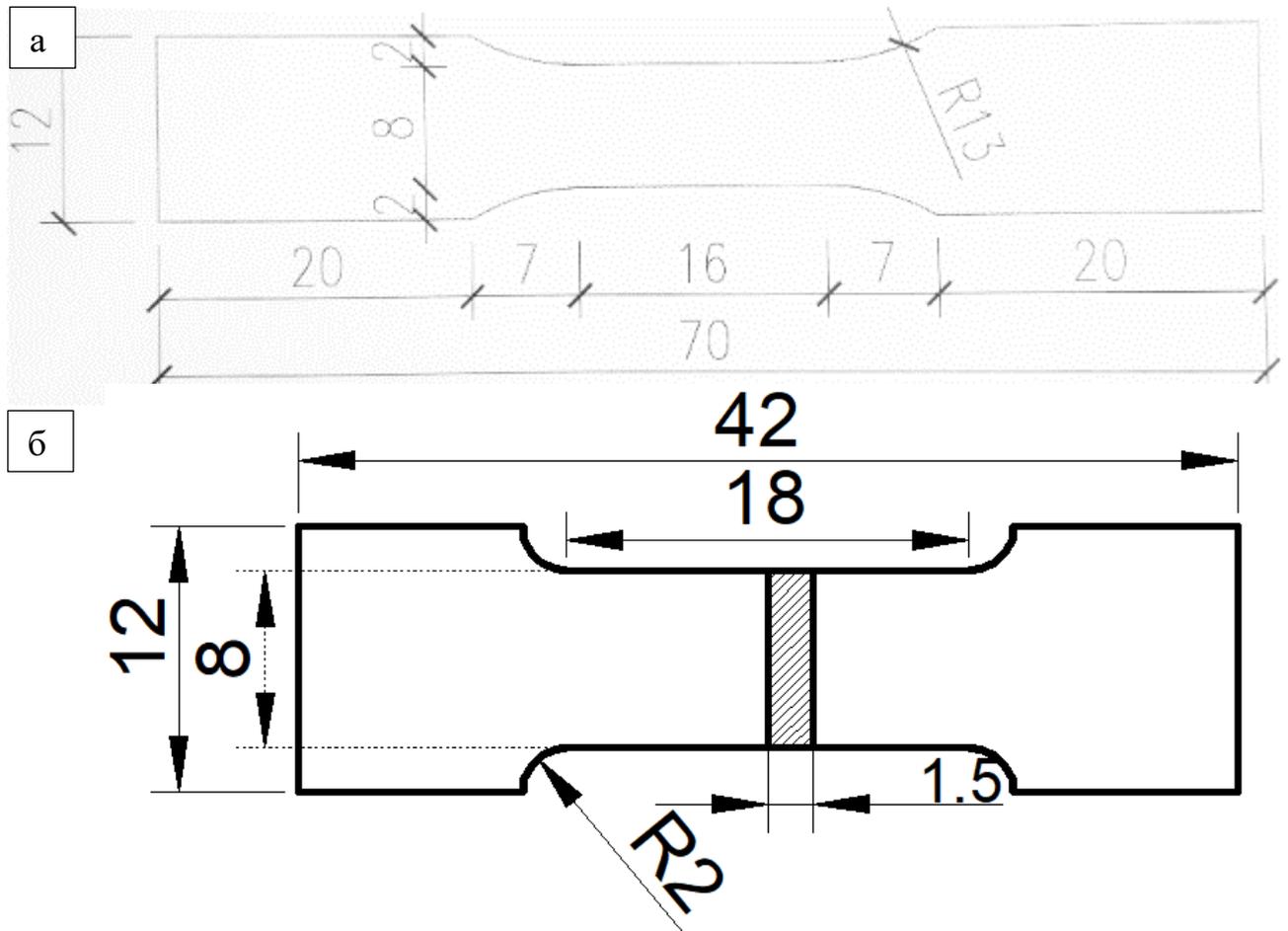


Рисунок 2.4 – Чертежи лопаток для испытаний на растяжение сплавов Mg-Y-Nd (а) и Mg-Ca (б) (все размеры указаны в мм)

В работе были рассчитаны следующие характеристики. Условное напряжение  $\sigma_{eng}$  (engineering stress) определялось, используя соотношение:

$$\sigma_{eng} = \frac{F_0}{S_0} \quad (2.2)$$

где  $F_0$  – нагрузка, приложенная к образцу, мм;

$S_0$  – поперечное сечение рабочей части образца, мм;

$S_0 = a_0 \times b_0$ ,  $a_0$  – ширина образца, мм;

$b_0$  – толщина образца, мм.

Условная деформация  $\varepsilon_{eng}$  (engineering strain) определялась по формуле:

$$\varepsilon_{eng} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.3)$$

где  $\Delta l$  – удлинение рабочей части образца, мм;

$l_0$  – начальная длина рабочей части образца, мм.

Истинное напряжение  $\sigma_{true}$  (true stress) вычислялось по следующей формуле:

$$\sigma_{true} = \frac{F(1 + \varepsilon_{eng})}{S_0} \quad (2.4)$$

Истинная деформация  $\varepsilon_{true}$  (true strain) определялась, используя соотношение:

$$\varepsilon_{true} = \ln(1 + \varepsilon_{eng}). \quad (2.5)$$

Оценка условного предела текучести проводилась с помощью построения параллельной линии к линейному участку графика растяжения с пересечением оси  $\varepsilon$  в значении 0,2 %. Проецирование точки пересечения прямой линии и графика на ось  $\sigma$  дает условный предел текучести материала. Коэффициент наклона прямой, в данном случае, позволяет произвести оценку модуля Юнга при растяжении. Результаты представлены в разделе 4.1

Для дополнительной оценки механических свойств также было произведено измерение микротвердости по Виккерсу нанотвердоме DUN 211S (Shimadzu, Япония) в динамическом режиме для построения кривых нагружения и определение приведенного модуля Юнга при вдавливании индентора. Измерения проводились в соответствии со схемой, приведенной на рисунке 2.5, с нагрузкой 200 г. при времени нагружения, разгружения и выдержки 10 с. На каждый образец в поперечном сечении было поставлено 6 отпечатков при расстоянии между ними 500 мкм. Результаты представлены в разделе 4.1.

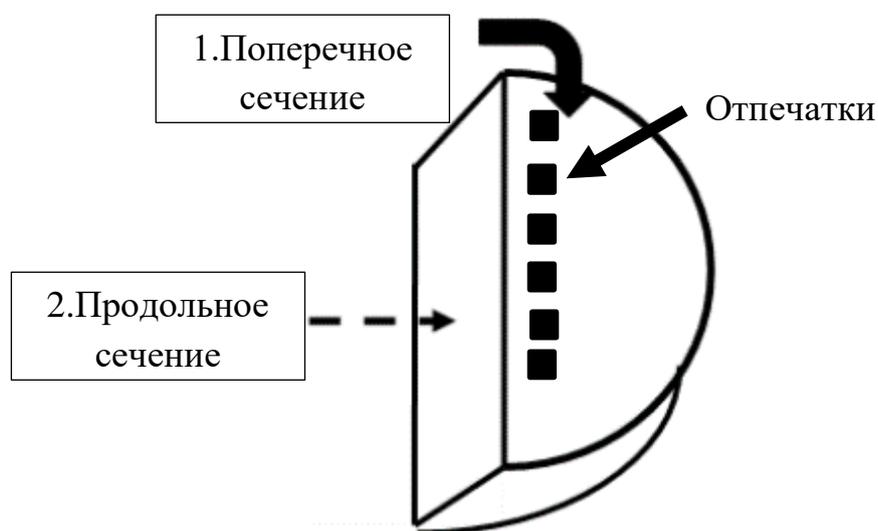


Рисунок 2.5 – Схема измерения микротвёрдости по Виккерсу в поперечном сечении для образцов сплавов в двух структурных состояниях

Для оценки коррозионной стойкости сплавов Mg-Ca и Mg-Y-Nd в экструдированном и рекристаллизованном состояниях был использован метод гравиметрии в растворе 0,8 % NaCl при температуре 37 °С в сушильном шкафу. В качестве держателей использовалась титановая проволока, обмотанная лентой фум. Взвешивание образцов производилось на весах, после промывание в дистиллированной воде, каждые 48 часов, замена раствора производилась каждые 96 часов. Для каждого сплава и состояния было проанализировано по 3 цилиндрических образца, представленных на рисунке 2.6. Каждый образец был предварительно отшлифован со всех сторон на бумаге SiC зернистостью 1 мкм. Параметры образцов указаны в таблице 2.2.

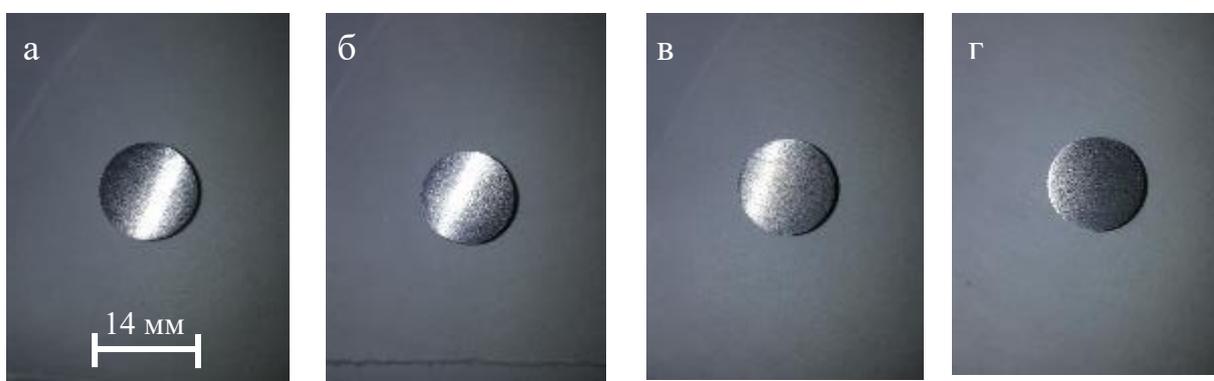


Рисунок 2.6 – Образцы для коррозионных испытаний сплавов Mg-Y-Nd (а – экструдированное, б – рекристаллизованное состояние) и Mg-Ca (в – экструдированное, г – рекристаллизованное состояние)

Таблица 2.2 – Параметры образцов для коррозионных испытаний

Сплав Mg-Y-Nd (экструдированное)			
Номер образца	1	2	3
Шероховатость ( $R_a$ , мкм)	0,9	0,11	0,16
Высота образцов (h, мм)	3,675	3,654	3,648
Диаметр образцов (d, мм)	15,002	14,995	15,146
Площадь поверхности (S, мм <sup>2</sup> )	526,727	525,327	533,924
Сплав Mg-Y-Nd (рекристаллизованное)			
Номер образца	1	2	3
Шероховатость ( $R_a$ , мкм)	0,12	0,12	0,14
Высота образцов (h, мм)	3,607	3,712	3,618
Диаметр образцов (d, мм)	15,030	15,134	14,883
Площадь поверхности (S, мм <sup>2</sup> )	525,160	536,259	517,102
Сплав Mg-Ca (экструдированное)			
Номер образца	1	2	3
Шероховатость ( $R_a$ , мкм)	0,15	0,14	0,11
Высота образцов (h, мм)	3,622	3,631	3,629
Диаметр образцов (d, мм)	14,842	14,861	15,089
Площадь поверхности (S, мм <sup>2</sup> )	514,908	516,431	529,663
Сплав Mg-Ca (рекристаллизованное)			
Номер образца	1	2	3
Шероховатость ( $R_a$ , мкм)	0,15	0,14	0,12
Высота образцов (h, мм)	3,583	3,728	3,694
Диаметр образцов (d, мм)	14,871	14,983	14,900
Площадь поверхности (S, мм <sup>2</sup> )	514,769	528,107	521,648

Для сравнения коррозионной устойчивости сплавов была рассчитана скорость потери массы с единицы площади (скорость коррозии):

$$R_{\Delta m} = \frac{\Delta W}{S \cdot T} \quad (2.6)$$

где  $\Delta W$  – потеря массы за определенный промежуток времени, мг;

S – площадь поверхности образца, мм;

T – время проведения эксперимента, дни.

Результаты коррозионных испытаний представлены в разделе 4.3.

## **ГЛАВА 5. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ**

Основная цель данного раздела – оценить перспективность развития и планировать финансовую и коммерческую ценность конечного продукта, представленного в рамках исследовательской работы. Коммерческая ценность определяется не только наличием более высоких технических характеристик над конкурентными разработками, но и тем, насколько продукт будет востребован на рынке, какова будет его цена, каков бюджет научного исследования и какое время необходимо для продвижения разработанного продукта на рынок.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- оценка коммерческого потенциала разработки;
- планирование научно-исследовательской работы;
- расчет бюджета научно-исследовательской работы;
- определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

Цель работы – установление влияния структурного состояния на физико-механические свойства магниевых сплавов на основе систем Mg-Ca и Mg-Y-Nd.

### 5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

#### 5.1.1 Анализ конкурентных технических решений

В ходе исследования были рассмотрены две конкурирующие разработки по улучшению свойств магниевых сплавов:

- 1) кручение под высоким давлением;
- 2) метод свободного многоосного прессования.

Необходимо провести критериальный анализ что бы вывить достоинства и недостатки каждой технологии. В таблице 1 показано сравнение разработок

конкурентов и разработки данного НИ с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности.

Таблица 5.1 – Сравнение конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>							
1. Предел прочности	0,1	4	5	3	0,4	0,5	0,3
2. Относительное удлинение	0,15	5	2	4	0,75	0,3	0,6
3. Биосовместимость	0,15	5	2	3	0,75	0,3	0,45
4. Модуль Юнга	0,15	3	5	2	0,45	0,75	0,3
5. Сложность изготовления	0,15	4	1	5	0,6	0,15	0,75
6. Коррозионная стойкость	0,05	4	5	2	0,2	0,25	0,1
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>							
1. Цена сырья	0,1	3	2	5	0,3	0,2	0,5
2. Цена оборудования	0,15	3	1	5	0,45	0,15	0,75
<b>Итого</b>	<b>1</b>	<b>31</b>	<b>23</b>	<b>32</b>	<b>3,9</b>	<b>2,6</b>	<b>3,75</b>

Расчет конкурентоспособности, определяется по формуле:

$$\begin{aligned}
 K_{\phi} &= \sum B_i \cdot \text{Б}_i = 3,9 \\
 K_1 &= \sum B_i \cdot \text{Б}_i = 2,6 \\
 K_2 &= \sum B_i \cdot \text{Б}_i = 3,75
 \end{aligned}
 \tag{5.1}$$

где  $K$  – конкурентоспособность проекта;

$B_i$  – вес показателя (в долях единицы);

$\text{Б}_i$  – балл показателя.

Проведенный критериальный анализ показал, что исследование технологии экструзии магниевых сплавов является наиболее актуальным и перспективным, а также имеет конкурентоспособность по техническим характеристикам.

### 5.1.2 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта, далее представлен SWOT-анализ с детальной оценкой сильных и слабых сторон данного проекта, а также его возможностей и угроз.

Первым этапом является составление матрицы SWOT, в которой описаны слабые и сильные стороны проекта и выявленные возможности и угрозы для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде. Данные факторы представлены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Матрица SWOT-анализа

<b>Сильные стороны</b>	<b>Слабые стороны</b>
C1. Низкая цена исходного сырья.	Сл1. Сравнительно низкая производительность технологии
C2. Высокие механические свойства изделий	Сл2. Дороговизна оборудования
C3. Высокие коррозионные свойства изделий	Сл3. Оборудование имеет низкий ресурс
C4. Разработка основана на передовых технологиях изготовления	Сл4. Вероятность получения брака.
C5. Квалифицированный персонал.	
<b>Возможности</b>	<b>Угрозы</b>
B1. Использование оборудования ИНШПТ ТПУ и ИФПМ СО РАН.	У1. Снижение стоимости разработок конкурентов.
B2. Появление высокого спроса на материал в местных медицинских учреждениях	У2. Появление зарубежных и отечественных аналогов и более ранний их выход на рынок.
B3. Внедрение в область машиностроения	У3. Падение спроса на материал в связи с появлением неметаллических аналогов.
B4. Повышение спроса в связи с эмбарго	

На втором этапе из матрицы SWOT строятся дополнительные интерактивные матрицы возможностей и угроз, позволяющие оценить эффективность проекта. Соотношения параметров представлены в таблицах 5.3-5.6.

Таблица 5.3 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и сильные стороны»

		<b>Сильные стороны проекта</b>				
		C1	C2	C3	C4	C5
<b>Возможности проекта</b>	B1	-	+	+	-	-
	B2	-	+	+	+	-
	B3	+	+	+	-	-
	B4	-	-	-	-	-

Таблица 5.4 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и слабые стороны»

<b>Слабые стороны проекта</b>					
<b>Возможности проекта</b>		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4
	B1	+	+	+	-
	B2	+	-	-	-
	B3	+	-	+	-
	B4	-	-	-	-

Таблица 5.5 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и сильные стороны»

<b>Сильные стороны проекта</b>						
<b>Угрозы проекта</b>		С1	С2	С3	С4	С5
	У1	+	-	-	-	-
	У2	-	-	-	-	-
	У3	-	+	+	-	-

Таблица 5.6 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и слабые стороны»

<b>Слабые стороны проекта</b>					
<b>Угрозы проекта</b>		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4
	У1	-	+	+	-
	У2	-	-	-	-
	У3	-	-	-	-

Результаты SWOT-анализа представлены в таблице 5.7.

Таблица 5.7 – Итоговая таблица SWOT-анализа

	<p><b>Сильные стороны научно-исследовательского проекта</b>  С1. Низкая цена исходного сырья.  С2. Высокие механические свойства изделий  С3. Высокие коррозионные свойства изделий  С4. Разработка основана на передовых технологиях изготовления  С5. Квалифицированный персонал.</p>	<p><b>Слабые стороны научно-исследовательского проекта</b>  Сл1. Сравнительно низкая производительность технологии  Сл2. Дороговизна оборудования  Сл3. Оборудование имеет низкий ресурс  Сл4. Вероятность получения брака.</p>
<p><b>Возможности</b>  В1. Использование оборудования ИНШПТ ТПУ и ИФМП СО РАН.  В2. Появление высокого спроса на материал в местных медицинских учреждениях  В3. Внедрение в область машиностроения  В4. Повышение спроса в связи с эмбарго</p>	<p><b>Направления развития</b>  В1С2С3. Благодаря высокотехнологичному оборудованию и низкой стоимости сырья, можно создавать заготовки из магниевого сплава с высоким механическим свойствами.  В2С2С3С4. Хорошие механические и химические свойства обеспечивают высокий спрос на материал в медицинской области.  В1С1С2С3. Высокие удельные механические свойства позволят использовать сплав в области машиностроения, где необходим низкий вес деталей.</p>	<p><b>Сдерживающие факторы</b>  В1Сл1Сл2Сл3. Несмотря на использование передового оборудования ИФМП СО РАН и НИ ТПУ, технология на данном этапе не пригодна для промышленного применения.  В2Сл1. Из-за низкой производительности удовлетворение потребностей всех мед. учреждений не является возможным.  В3Сл1Сл3. Из-за низкой производительности применение в области машиностроения может быть весьма затруднительным.</p>
<p><b>Угрозы</b>  У1. Снижение стоимости разработок конкурентов.  У2. Появление зарубежных и отечественных аналогов и более ранний их выход на рынок.  У3. Падение спроса на материал в связи с появлением неметаллических аналогов.</p>	<p><b>Угрозы развития</b>  У1С1. Поскольку исходное сырье достаточно дешево, это может поспособствовать применению данной технологии у конкурентов  У3С2С3. Несмотря на высокие механические свойства металлических имплантатов, в последнее время на рынке начали появляться неметаллические имплантаты, что может уменьшить долю рынка.</p>	<p><b>Уязвимости:</b>  У1Сл2Сл3. Техническая сложность оборудования не позволяет быстро масштабировать производство, что может привести к потере доли рынка</p>

Новая технология экструзии сопряжена с рисками при введении на рынок, поскольку существуют уже зарекомендовавшие себя методы. Новый технологический процесс, представленный в данной работе, отличается относительной дороговизной, однако характеристики готового продукта являются оптимальными для использования в качестве биоразлагаемых имплантатов. В результате SWOT-анализа показано, что на преимущества разрабатываемой технологии преобладают над ее недостатками. Недостатки при данном уровне развития технологии неустранимы. В перспективе

применение более совершенного оборудования позволит устранить изъяны, связанные с низкой производительностью.

## 5.2 Планирование научно-исследовательских работ

### 5.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса научно-исследовательских работ осуществляется в порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение количества исполнителей для каждой из работ;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для оптимизации работ был использован классический метод линейного планирования и управления.

Порядок этапов работ и распределение исполнителей для данной научно-исследовательской работы, приведен в таблице 5.8.

Таблица 5.8 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Научный руководитель
	2	Составление и утверждение плана магистерской диссертации	Инженер, научный руководитель
Выбор способа решения поставленной задачи	3	Обзор научной литературы	Инженер
	4	Выбор методов исследования	Инженер, научный руководитель, консультант
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	Инженер, научный руководитель, консультант
	6	Подготовка образцов для эксперимента	Инженер
	7	Проведение эксперимента	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Обработка полученных данных	Инженер
	9	Оценка правильности полученных результатов. Сопоставление с литературными данными	Инженер, консультант
Оформление отчета по НИР	10	Составление пояснительной записки	Инженер

## 5.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения

При проведении научных исследований основную часть стоимости разработки составляют трудовые затраты, поэтому определение трудоемкости работ, которые необходимо провести, является необходимым для составления бюджета работы.

Определим среднее значение трудоемкости по формуле:

$$t_{ож\ i} = \frac{3t_{min\ i} + 2t_{max\ i}}{5}, \quad (5.2)$$

где  $t_{ож\ i}$  – ожидаемая трудоемкость выполнения  $i$ -ой работы, человеко-дни;

$t_{min\ i}$  – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы, человеко-дни;

$t_{max\ i}$  – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы, человеко-дни.

Зная величину ожидаемой трудоемкости, определим продолжительность каждой  $i$ -ой работы в рабочих днях  $T_{pi}$ .

$$T_{pi} = \frac{t_{ож\ i}}{ч_i}, \quad (5.3)$$

где  $T_{pi}$  – продолжительность одной работы, рабочие дни;

$t_{ож\ i}$  – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, человеко-дни;

$ч_i$  – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, человек.

Для перевода длительности каждого этапа из рабочих в календарные дни, необходимо воспользоваться формулой (5.4):

$$T_{ki\ кал} = T_{pi} \cdot k_{кал}, \quad (5.4)$$

где  $T_{ki\ кал}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в календарных днях;

$T_{pi}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в рабочих днях;

$k_{кал}$  – календарный коэффициент.

Календарный коэффициент определяется по формуле:

$$k_{\text{кал.инж}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 104 - 14} = 1,48 \quad (5.5)$$

где  $T_{\text{кал}}$  – общее количество календарных дней в году;  $T_{\text{вых}}$  – общее количество выходных дней в году;  $T_{\text{пр}}$  – общее количество праздничных дней в году (использованы данные за 2021 год).

Расчеты временных показателей проведения научного исследования представлены в таблице 5.9.

Таблица 5.9 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ									Длительность работ в рабочих днях $T_{pi}$	Длительность работ в календарных днях $T_{ki}$
	$t_{\text{min}}$ , чел-дни			$t_{\text{max}}$ , чел-дни			$t_{\text{ожг}}$ , чел-дни				
	Исп.1	Исп.2	Исп.3	Исп.1	Исп.2	Исп.3	Исп.1	Исп.2	Исп.3		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1. Составление и утверждение задания магистерской диссертации	2	-	-	3	-	-	2,4	-	-	2,4	3,6
2. Календарное планирование выполнения магистерской диссертации	2	4	-	3	5	-	2,4	4,4	-	4,4	5,0
3. Обзор научной литературы	-	8	-	-	10	-	-	8,8	-	8,8	13,0
4. Выбор методов исследования	1	3	3	2	5	5	1,4	3,8	3,8	3,8	4,4
5. Планирование эксперимента	1	6	6	2	10	10	1,4	7,6	7,6	7,6	24,6
6. Подготовка образцов для эксперимента	-	2	-	-	4	-	-	2,8	-	2,8	4,1
7. Проведение эксперимента	-	14	-	-	20	-	-	16,4	-	16,4	24,3
8. Обработка полученных данных	-	14	-	-	16	-	-	14,8	-	14,8	21,9
9. Оценка правильности полученных результатов	-	3	3	-	5	5	-	3,8	3,8	3,8	5,6
10. Составление пояснительной записки	-	10	-	-	15	-	-	12,0	-	12,0	17,8
<b>Итого:</b>	6	64	12	10	90	20	7,6	74,4	15,2	76,8	107,9

Примечание: Исп. 1 – научный руководитель, Исп. 2 – инженер, Исп. 3 – консультант

$$T_{p1} = \frac{t_{ож1}}{Ч_i} = 4,5$$

$$T_{к1} = T_{p1} \cdot k_{кал} = 6,7$$

$$T_{p2} = \frac{t_{ож2}}{Ч_i} = 64,6$$

$$T_{к2} = T_{p2} \cdot k_{кал} = 95,6$$

$$T_{p3} = \frac{t_{ож3}}{Ч_i} = 5,1$$

$$T_{к3} = T_{p3} \cdot k_{кал} = 7,5$$

Используя таблицу составлен календарный план-график выполнения проекта с использованием диаграммы Ганта (Таблица 5.10).

Таблица 5.10 – Диаграмма Ганта научного исследования

№	Вид работ	Исп	$T_{ki}$ , кал. дн.	Продолжительность работ			
				февраль	март	апрель	май
1	Составление и утверждение задания, утверждение плана-графика	Исп1	4				
2	Календарное планирование выполнения ВКР	Исп1 Исп2	6	 			
3	Обзор научной литературы	Исп2	18				
4	Выбор методов исследования	Исп1 Исп2 Исп3	6	  			
5	Планирование эксперимента	Исп1 Исп2 Исп3	12		  		
6	Подготовка образцов для эксперимента	Исп2	6				
7	Проведение эксперимента	Исп2	21				
8	Обработка полученных данных	Исп2	15				
9	Оценка правильности полученных результатов	Исп1 Исп3	8				
10	Составление пояснительной записки	Исп2	12				

Примечание:  – Исп. 1 (научный руководитель),  – Исп. 2 (инженер),  - Исп.3 (Консультант)

### 5.3 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета данного научно-технического исследования учитывались следующие виды расходов:

- материальные затраты научно-исследовательской работы (НИР);
- затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы НИР.

#### 5.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования

Материальные затраты – это затраты организации на приобретение сырья и материалов для создания готовой продукции в материальном или информационном виде.

Данная часть включает затраты на покупку всех ресурсов для создания экструдированного прутка сплава Mg-0,8 мас. % Ca. Результаты расчета затрат представлены в таблице 5.11.

Таблица 5.11 – Затраты для создания экструдированного прутка сплава Mg-0,8Ca

Наименование статей	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Итого затраты, руб.
Металлический магний (х.ч)	кг	10	780	7805
Металлический кальций (х.ч)	кг	0,8	3534	2827
Перчатки термостойкие	пар.	1	1005	1005
Респиратор	шт.	1	200	200
Очки закрытого типа	шт.	1	2646	2646
<b>Итого:</b>				<b>26395 руб.</b>

### 5.3.2 Расчет амортизации специального оборудования

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании учитываем только рабочие дни по теме данного исследования.

Норма амортизации рассчитывается по формуле:

$$H_A = \frac{1}{n}, \quad (5.6)$$

где  $n$  – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация оборудования рассчитывается по формуле:

$$A = H_A \cdot t \cdot I, \quad (5.7)$$

где  $I$  – стоимость оборудования, тыс. руб.;  $t$  – время использования, лет.

Таблица 5.12 – Затраты на оборудование

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Срок полезного использования, лет	Время использования, мес.	$H_A$ , доли	Цена оборудования, тыс. руб.	Амортизация, тыс. руб.
1	Литьевой тигель Estevak (ME-25)	1	20	1	0,05	68000	283,3
2	Экструдор	1	5	1	0,2	1025	17,1
3	Фрезерный станок Sicono (SIC-330P)	1	12	0,5	0,08	407	1,4
<b>Итого:</b>							301500 руб.

### 5.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера, руководителя и консультанта, помимо этого необходимо учесть расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада в учреждениях НИ ТПУ и ИФПМ СО РАН.

Основная заработная плата  $Z_{осн}$  одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (5.8)$$

где  $Z_{\text{дн}}$  – среднедневная заработная плата, руб.;  $T_p$  – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн. (таблица 5.9).

Далее был проведен расчёт среднедневной заработной платы. Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{52368 \cdot 3,6}{76,8} = 2455 \text{ руб.} \quad (5.9)$$

где  $Z_{\text{м}}$  – месячный должностной оклад работника, руб.;  $F_{\text{д}}$  – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дней;  $M$  – количество месяцев работы без отпуска в течение года (3,6)

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера и консультанта):

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{14067 \cdot 3,6}{76,8} = 659 \text{ руб.} \quad (5.10)$$

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{24520 \cdot 3,6}{76,8} = 1149 \text{ руб.}$$

Произведем расчёт должностного оклада работников за месяц.

Для руководителя:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{мс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}} = 31200 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 60840 \text{ р} \quad (5.11)$$

Для инженера:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{мс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}} = 7250 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 14137 \text{ р} \quad (5.12)$$

Для консультанта:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{мс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}} = 24520 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 47814 \text{ р} \quad (5.13)$$

где  $Z_{\text{мс}}$  – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.;  $k_{\text{пр}}$  – премиальный коэффициент, равен 0,3;  $k_{\text{д}}$  – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2;  $k_{\text{р}}$  – районный коэффициент, равен 1,3 (для г. Томска).

Ниже представлена таблица распределения баланса рабочего времени исполнителей проекта за последний год.

Таблица 5.13 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер	Консультант
Календарное число дней	108	108	108
Количество нерабочих дней - выходные дни - праздничные дни	26/5	26/5	26/5
Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни	0/0	0/2	0/0
Действительный годовой фонд рабочего времени	77	75	77

Производим расчет заработных плат участников проекта и заносим их в таблицу 5.14 с другими характеристиками.

Таблица 5.14 – Расчет основной заработной платы исполнителей

Исполнители НИ	$Z_{мс}$ , руб.	$k_{пр}$	$k_{д}$	$k_{р}$	$Z_{м}$ , руб.	$Z_{дн}$ , руб	$T_{р}$ , раб. дн	$Z_{осн}$ , руб.
Руководитель	31200	0,3	0,2	1,3	60840	2452	7,6	18635
Инженер	7250	0,3	0,2	1,3	14137	659	74,4	49030
Консультант	24520	0,3	0,2	1,3	47814	1149	15,2	17465
Итого:								85130

#### 5.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Определим дополнительную заработную плату участников проекта.

Для руководителя:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 18635 = 2795 \text{ руб.} \quad (5.14)$$

Для инженера:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 49030 = 7355 \text{ руб.} \quad (5.15)$$

Для консультанта:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 17465 = 2620 \text{ руб.} \quad (5.16)$$

где  $k_{доп}$  – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

#### 5.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Для проекта также следует предусмотреть выплаты во внебюджетные фонды.

Для руководителя:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3 \cdot (18635 + 2795) = 6429 \text{ руб.} \quad (5.17)$$

Для инженера:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}}(Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,3 \cdot (49030 + 7355) = 16916 \text{ руб} \quad (5.18)$$

Для консультанта:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}}(Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,3 \cdot (17465 + 2620) = 6026 \text{ руб.} \quad (5.19)$$

где  $k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2021 году – 30%.

### 5.3.6 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д.

Величина накладных расходов определяется по формуле:

$$Z_{\text{накл}} = \frac{i \cdot k_{\text{пр}}}{5} \quad (5.20)$$

где  $k_{\text{пр}}$  – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величина коэффициента принимается равной 0,16.  $i$  – сумма статей расходов.

### 5.3.7 Бюджетная стоимость НИР

Таблица 5.15 – Группировка затрат по статьям

Статьи							
Сырье, материалы	Амортизация	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого без накладных расходов	Накладные расходы	Стоимость бюджета
26395	301500	85130	12770	29371	455166	14565	<b>469731</b>

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется бюджет НИ «Разработка технологии по получению магниевых сплавов с высокими физико-механическими свойствами для медицинских приложений методами интенсивной пластической деформацией экструзией» по

форме, приведенной в таблице 5.16. В таблице также представлено определение бюджета затрат двух конкурирующих научно-исследовательских проектов.

Таблица 5.16 – Группировка затрат по статьям

№	Наименование статьи	Сумма, руб.			Примечание
		Текущий Проект	Исп.2	Исп.3	
1	Материальные затраты НИР	26395	26395	26395	Пункт 3.1
2	Затраты на специальное оборудование	301500	210000	155000	Пункт 3.2
3	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	85130	85130	85130	Пункт 3.3
4	Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	12770	12770	12770	Пункт 3.3
5	Отчисления во внебюджетные фонды	29371	29371	29371	Пункт 3.4
6	Накладные расходы	14565	7823	5717	Пункт 3.5
Бюджет затрат НИР		<b>469731</b>	371489	314383	Сумма ст. 1- 6

Где:

Исп.2 – Кручение под высоки давлением

Исп.3 – Свободное многоосное прессование

5.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Для определения эффективности исследования рассчитан интегральный показатель эффективности научного исследования путем определения интегральных показателей финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

5.4.1 Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования

Данный показатель был получен в процессе оценки бюджета затрат трех вариантов получения высокопрочного магниевое сплава. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принят

за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

В качестве аналогов данной НИР рассмотрены:

- 1) кручение под высоким давлением;
- 2) свободное многоосное прессование.

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{фин р}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (5.21)$$

где  $I_{\text{фин р}}^{\text{исп.}i}$  – интегральный финансовый показатель разработки;

$\Phi_{pi}$  – стоимость  $i$ -го варианта исполнения;

$\Phi_{\text{max}}$  – максимальная стоимость исполнения.

$\Phi_{\text{текущ.проект}} = 469731$  руб,  $\Phi_{\text{исп.1}} = 252289$  руб,  $\Phi_{\text{исп.2}} = 184383$  руб.

$$I_{\text{фин р}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{\text{рпр}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{469731}{469731} = 1$$

$$I_{\text{фин р}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{\text{рпр}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{371489}{455166} = 0,82$$

$$I_{\text{фин р}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{\text{рпр}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{314383}{455166} = 0,69$$

В результате расчета консолидированных финансовых показателей по трем вариантам разработки вариант 3 (многоосное свободное прессование) считается лучшим с точки зрения расходования бюджетных ресурсов.

#### 5.4.2 Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов выполнения НИР

Данный параметр определялся определен путем сравнительной оценки их характеристик, распределенных с учетом весового коэффициента каждого параметра (таблица 5.17).

Таблица 5.17 – Сравнительная оценка характеристик вариантов НИР

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
1. Прочностные свойства	0,25	4	5	2
2. Пластические свойства	0,25	5	1	4
3. Коррозионная стойкость	0,25	4	5	1
4. Стабильность метода	0,15	5	1	2
5. Материалоёмкость	0,1	5	2	3
ИТОГО	1	4,6	2,8	2,4

Расчет интегрального показателя для разрабатываемого проекта:

$$I_{p1} = 0,25 \cdot 4 + 0,25 \cdot 5 + 0,25 \cdot 4 + 0,15 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 = 4,5$$

$$I_{p2} = 0,25 \cdot 5 + 0,25 \cdot 1 + 0,25 \cdot 5 + 0,15 \cdot 1 + 0,1 \cdot 2 = 3,1$$

$$I_{p3} = 0,25 \cdot 2 + 0,25 \cdot 4 + 0,25 \cdot 1 + 0,15 \cdot 2 + 0,1 \cdot 3 = 2,35$$

#### 5.4.3 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки

Вычисляется на основании показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп.i} = \frac{I_{p-исп.i}}{I_{финр.i}} \quad (5.22)$$

$$I_{исп1} = \frac{4,5}{1} = 4,5, \quad I_{исп2} = \frac{3,1}{0,82} = 3,78 \quad I_{исп3} = \frac{2,35}{0,69} = 3,41.$$

Далее интегральные показатели эффективности каждого варианта НИР сравнивались с интегральными показателями эффективности других вариантов с целью определения сравнительной эффективности текущего проекта (таблица 5.18).

Таблица 5.18 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,82	0,69
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,5	3,1	2,35
3	Интегральный показатель эффективности	4,5	3,78	3,41
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	0,84	0,76

Сравнение среднего интегрального показателя сопоставляемых вариантов позволило сделать вывод о том, что наиболее эффективным по соотношению характеристики-цена является вариант 1 (текущий проект), поскольку данный проект дорог в реализации, однако он позволяет получить одни из лучших эксплуатационных свойств.

## 5.5 Выводы по главе

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

1. Результатом анализа конкурентных технических решений является выбор технологии экструзии как наиболее подходящей и оптимальной по сравнению с другими.

2. В ходе планирования для руководителя, консультанта и инженера был разработан график реализации этапа работ, который позволяет оценивать и планировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество календарных дней для выполнения работ составляет 107,9 дней; общее количество рабочих дней, в течение которых работал инженер, составляет 95,6 дней; общее количество рабочих дней, в течение которых работал консультант, составляет 7,5 дней; общее количество рабочих дней, в течение которых работал руководитель, составляет 6,7 дней.

3. Для оценки затрат на реализацию проекта разработан проектный бюджет, который составляет **469731** руб.

4. Результат оценки эффективности ИР показывает следующие выводы:

1) значение интегрального финансового показателя ИР составляет 1, вследствие этого можно сделать вывод о том, что ИР является финансово невыгодной по сравнению с аналогами;

2) значение интегрального показателя ресурсоэффективности ИР составляет 4,5, по сравнению с 3,1 и 2,35;

3) значение интегрального показателя эффективности ИР составляет 4,5 по сравнению с 3,78 и 3,41, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в ИР, является наиболее эффективным при изготовлении металлических биоразлагаемых имплантатов.