

**INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF THE ECAP-CONFORM PROCESS
ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF A BIORESORBABLE MAGNESIUM
ALLOY OF THE MG-ZN-ZR SYSTEM**

Rashid Nailevich Asfandiyarov^{1, 2a}, *Elvira Ildarovna Fakhretdinova*^{1, 2}, *Denis Alekseevich Aksenov*^{1, 2},
Maria Andreevna Shishkunova^{1, 2}, *Yulia Ramilevna Sementeeva*^{1, 2}

¹ Ufa University of Science and Technology, Zaki Validi str. 32, Ufa, 450076, Russia

² Institute of Physics of Molecules and Crystals, Ural Federal Research Center, Russian Academy of Sciences, pr. Oktyabrya 151, Ufa, 450054, Russia

^a a.r.n@list.ru

ABSTRACT

At present, the development of innovative medical methods for restoring the lost functions of patients is being actively carried out, in which the use of biosoluble (bioresorbable) materials is of particular importance. These materials include alloys based on Mg, Fe, Zn, which can significantly reduce the trauma and treatment time. But these materials have disadvantages in the form of low strength and increased fragility, which limits their use in medical implants. Therefore, improving the mechanical characteristics of bioresorbable alloys is an urgent problem. Severe plastic deformation (SPD) is one of the modern tools for improving the properties of metallic materials by significantly reducing the initial structure to an ultrafine-grained or nanocrystalline state. One of the effective methods of SPD is the method of equal-channel angular pressing according to the Conform scheme (ECAP-Conform). In this work, we studied the effect of technological parameters on the stress-strain state of a workpiece made of biosoluble magnesium alloy grade MA-14 during processing by the ECAP-Conform method. Within the framework of the study, finite element computer modeling was carried out in the Deform-3D package and a physical experiment was carried out on the ECAP-Conform facility. According to the results of computer simulation, it was recommended to carry out the processing of ECAP-Conform at deformation temperatures of 150 and 200 °C on a tooling with an intersection angle of 120°. In the course of experimental work, laboratory samples were obtained, the ultimate strength was 305 MPa, the relative elongation in tension was 25%.

KEYWORDS

Magnesium alloys; ECAP-Conform; stress-strain state; torque; finite element computer simulation; mechanical properties.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРОЦЕССА РКУП-КОНФОРМ
НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА БИОРЕЗОРБИРУЕМОГО МАГНИЕВОГО
СПЛАВА СИСТЕМЫ MG-ZN-ZR**

Рашид Наилевич Асфандияров^{1, 2a}, *Эльвира Илдаровна Фахретдинова*^{1, 2},
Денис Алексеевич Аксенов^{1, 2}, *Мария Андреевна Шишкунова*^{1, 2}, *Юлия Рамилевна Сементеева*^{1, 2}

¹ Уфимский университет науки и технологий, Россия, 450076, Уфа, ул. Заки Валиди, 32

² Институт физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН, Россия, 450054, Уфа, пр. Октября, 151

^a a.r.n@list.ru

АННОТАЦИЯ

В настоящее время активно ведутся разработки инновационных медицинских методик восстановления утраченных функций пациентов, в которых особое значение приобретает использование биорастворимых (биорезорбируемых) материалов. К таким материалам относятся сплавы на основе Mg, Fe, Zn, которые позволяют заметно снизить травматичность и сроки лечения. Но у данных материалов присутствуют недостатки в виде низкой прочности и повышенной хрупкости, что ограничивает их применение в медицинских имплантатах. Поэтому повышение механических характеристик биорезорбируемых сплавов является актуальной проблемой. Интенсивная пластическая деформация (ИПД) является одним из современных инструментов повышения свойств металлических материалов за счет существенного измельчения исходной структуры до ультрамелкозернистого или нанокристаллического состояния. Одним из эффективных методов ИПД является метод равноканального углового прессования по схеме Конформ (РКУП-Конформ). В данной работе проведено исследование влияния технологических параметров на напряженно-деформированное состояние заготовки из биорастворимого магниевых сплава марки МА-14 при обработке методом РКУП-Конформ. В рамках исследования проводились конечно-элементное компьютерное моделирование в пакете Deform-3D и физический эксперимент на установке РКУП-Конформ. По результатам компьютерного моделирования было рекомендовано провести обработку РКУП-Конформ при температурах деформирования 150 и 200 °С на оснастке с углом пересечения 120°. В ходе экспериментальных работ получены лабораторные образцы, предел прочности составил 305 МПа, относительное удлинение при растяжении составило 25%.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Магниевые сплавы; РКУП-Конформ; напряженно-деформированное состояние; крутящий момент; конечно-элементное компьютерное моделирование; механические свойства.

Введение

Благодаря высокой удельной прочности и малому весу, магниевые сплавы являются весьма привлекательными для применения в транспортной и легкой конструкционной промышленности [1, 2]. Однако в настоящее время особое внимание уделяется биорезорбируемым магниевым сплавам с целью их применения в медицине [3–5]. К таким сплавам относятся, например, сплавы систем Mg-Zn-Zr, Mg-Ca и др.

В современной травматологии и хирургии одним из основных векторов развития является использование малоинвазивных (менее травматичных) операций, направленных на восстановление функциональных возможностей пациентов. И в данном направлении такие магниевые сплавы имеют существенную перспективу в использовании за счет

биосовместимости и деградации в биологической среде [6, 7], которые позволят исключить дополнительные операции по извлечению имплантатов, тем самым, уменьшая время и затраты на восстановление. Кроме того, магниевые сплавы очень близки по плотности и модулю упругости к естественной кости [8]. Однако прочностные характеристики магниевых сплавов довольно низкие, что сдерживает их активное использование [9, 10].

Получение ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в магниевых сплавах является эффективным подходом к решению, обозначенной выше, задачи, так как известно, что формирование УМЗ структуры в металлах и сплавах приводит к существенному упрочнению. Одними из действенных методов формирования УМЗ структурного состояния являются методы ИПД [11]. Среди ме-

тодов ИПД, в свою очередь, стоит отметить метод РКУП по схеме «Конформ» (РКУП-Конформ) [12]. Данный метод обладает рядом преимуществ, к основным из которых относится возможность обработки длинномерных объемных заготовок, существенное измельчение структуры, сохранение поперечного сечения заготовки при обработке, что позволяет проводить обработку несколько раз для достижения лучших результатов [13]. Однако для магния и его сплавов, имеющих гексагональную плотноупакованную решетку, в силу особенностей данного типа кристаллической решетки, а именно ограниченного количества плоскостей скольжения, зависящих от условий обработки [14]. Одним из вариантов увеличения возможных плоскостей скольжения является повышение температуры деформационной обработки. Однако это естественным образом снижает уровень получаемых прочностных свойств. Таким образом, выбор технологических условий РКУП-Конформ для магниевых сплавов является особенно важной задачей.

Данная работа посвящена изучению влияния температуры деформирования и геометрических параметров оснастки при РКУП-Конформ образцов из магниевых сплавов марки МА-14 на их механические свойства.

1. Материалы и методика исследования

В качестве материала для исследования был выбран магниевый сплав системы Mg-Zn-Zr состава Mg-6,5Zn-1,3Zr (вес.%).

Компьютерное моделирование. Для исследования влияния угла поворота канала в оснастке (90, 120°) и температурных условий (150, 200 °С) на напряженно-деформированное состояние заготовки и крутящий момент рабочего колеса в процессе обработки методом РКУП-Конформ было проведено конечно-элементное компьютерное моделирование в программном комплексе Deform-3D. В качестве исходной принята заготовка квадратного сечения 12×12 мм из магниевых сплавов марки МА14. Кривые деформационного упрочнения заданы на основе ли-

тературных данных [13], материал принят пластичным, является изотропным, и в нем отсутствуют начальные напряжения и деформации, а оснастка задана как абсолютно жесткое тело.

Трехмерные твердотельные модели заготовки и оснастки были созданы с помощью САД-системы КОМПАС-3D и сохранены в формате «stl». Была сгенерирована сетка конечных элементов – тетраэдров. Количество конечных элементов выбиралось исходя из предварительно проведенных расчетов и составило 75 000. Моделирование проводилось с учетом компенсации объема модели заготовки. Модели инструментов на конечно-элементную сетку не разбивали.

В виду того, что проводился расчет объемной схемы деформации с высокими контактными напряжениями, то контактные условия были заданы с помощью фактора трения по Зибелю. Фактор трения между колесом и заготовкой приняли равным 1, между заготовкой и матрицей 0,2, между прижимом и заготовкой 0. На контактных поверхностях оснастки было задано условие непроницаемости. Скорость вращения колеса была выбрана постоянной и равной 5 об/мин.

Моделирование осуществлялось с постоянным шагом по времени, равным 0,5 с. Использовался метод сопряженных градиентов. Конечно-элементная модель описывала движение сплошной среды на основе подхода Лагранжа.

Физический эксперимент. Исходное структурное состояние получено путем длительного отжига в камерной печи SNOI 8,2/1100. Температура отжига составляла 400±10 °С, время выдержки составило 24 часа. Далее заготовки были обточены до диаметра 12 мм, длина при этом составила 150 мм.

Деформационная обработка методом РКУП-Конформ (угол 120°) в течении 1 цикла проводилась по двум режимам:

1. Исходная заготовка нагревалась в печи до 200±10 °С и температура оснастки составляла 150±10 °С. Остывание на воздухе.

2. Исходная заготовка нагревалась в печи до 250 ± 10 °С и температура оснастки составляла 200 ± 10 °С. Остывание на воздухе.

Структурные исследования и механические испытания. Структурные исследования проводились при помощи светового микроскопа Olympus на увеличениях $\times 5$ – $\times 100$. Механические испытания проводились при комнатной температуре на универсальной разрывной машине Instron 8862, при скорости деформирования 1 мм/с. Для испытаний на растяжение использовались пропорциональные цилиндрические образцы типа IV по ГОСТ 1497-84. Диаметр рабочей части составлял 3 мм, с начальной расчетной длиной 15 мм.

2. Результаты и обсуждение

Компьютерное моделирование. Оценка напряженно-деформированного состояния заготовки при обработке методом РКУП-Конформ оценивалась с помощью анализа параметров интенсивности деформации (strain effective) и среднего напряжения (mean stress).

Анализ полученных картин распределения интенсивности деформации ϵ_i в очаге деформации показывает, что угол пересечения каналов α в оснастке оказывает существен-

ное влияние на величину накопленной интенсивности деформации. Так при $\alpha = 120^\circ$ ϵ_i после обработки достигает 1 (рис. 1), тогда как обработка при $\alpha = 90^\circ$ ведет к увеличению ϵ_i до 1,7. При этом стоит отметить, что распределение ϵ_i по образцу является довольно однородным.

Анализ среднего напряжения показал, что вне зависимости от угла пересечения каналов в области очага деформации преобладают сжимающие напряжения, достигающие 310 МПа для угла 90° и 115 МПа для угла 120° , что позволяет прогнозировать получение бездефектных заготовок.

Оценка максимальных значений крутящего момента (табл. 1), показывает, что увеличение температуры деформации ведет к снижению требуемого для процесса РКУП-Конформ крутящего момента. Снижение крутящего момента при увеличении температуры на 50 °С для обоих углов пересечения каналов составило порядка 1–5%. Сам угол канала оказывает еще более существенное влияние на величину крутящего момента. Так увеличение угла пересечения каналов с 90° до 120° ведет к снижению крутящего момента более чем в 2 раза для обеих температур обработки.

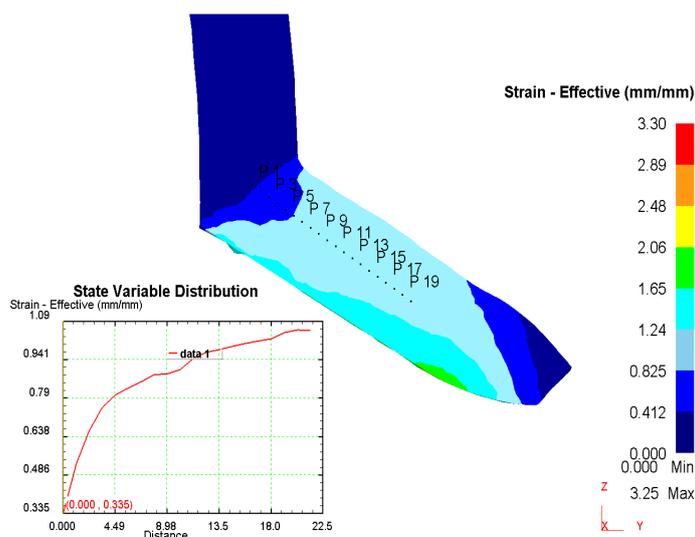


Рис. 1. Распределение интенсивности деформации в продольном сечении образца при $\alpha = 120^\circ$

Fig. 1. Distribution of effective strain in the longitudinal section of the sample at $\alpha = 120^\circ$

Таблица 1. Результаты исследования силовых параметров

Table 1. Results of the study of power parameters

Угол поворота канала α , °	90		120	
Температура, °С	150	200	150	200
Максимальный крутящий момент, кН·м	10	9,5	3,75	3,5

Таким образом, для повышения разовой накопленной интенсивности деформации за один цикл более предпочтительным является применение угла $\alpha = 90^\circ$. Однако применение такой оснастки приводит к существенному увеличению крутящего момента и, как следствие, повышение нагрузок на оборудование. Повышение температуры деформации приводит к снижению крутящего момента, но одновременно с этим повышается вероятность протекания процесса рекристаллизации, что может оказывать негативное влияние на прочностные свойства готовых изделий.

Структурные исследования и механические испытания. За исходное принято отожженное состояние, характеризующееся преимущественно крупными равноосными зёрнами со средним размером 55 ± 28 мкм. Предел прочности составлял 270 ± 5 МПа.

Деформационная обработка методом РКУП-Конформ по 2 выбранным режимам приводит к измельчению зеренной структуры. Помимо мелких зерен средним размером $3,2 \pm 2,5$ мкм и $4,7 \pm 2,3$ мкм для 1 и 2 режима соответственно, в структуре также наблюдались крупные остаточные зёрна, не подвергнутые фрагментации. Анализ частотного распределения по размеру зерен свидетельствует о чуть большем измельчении структуры образца сплава МА14, полученного по 1 режиму РКУП-Конформ. Также нужно отметить наличие зерен в виде полос в этом образце. В первом и во втором случае температура деформации превышала температуру рекристаллизации магния. Форма зерен и опыт работ на данном материале [15] свидетельствует о прохождении динамической рекристаллизации.

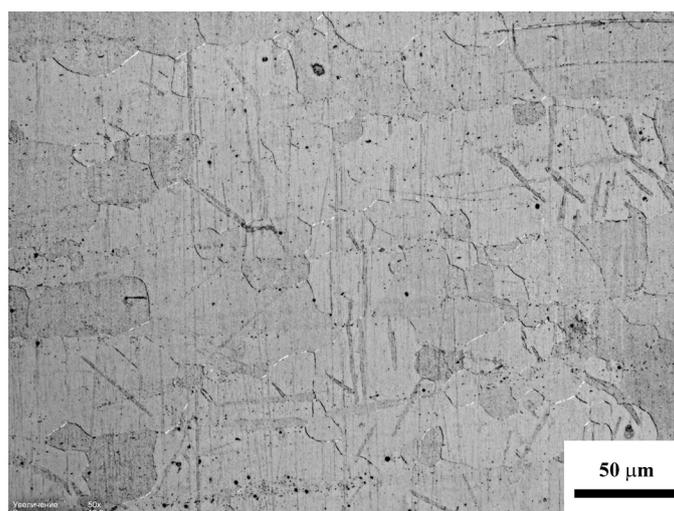


Рис. 2. Структура сплава МА14 после термообработки при 400 °С в течении 24 часов

Fig. 2. The structure of the MA14 alloy after heat treatment at 400 °C for 24 hours

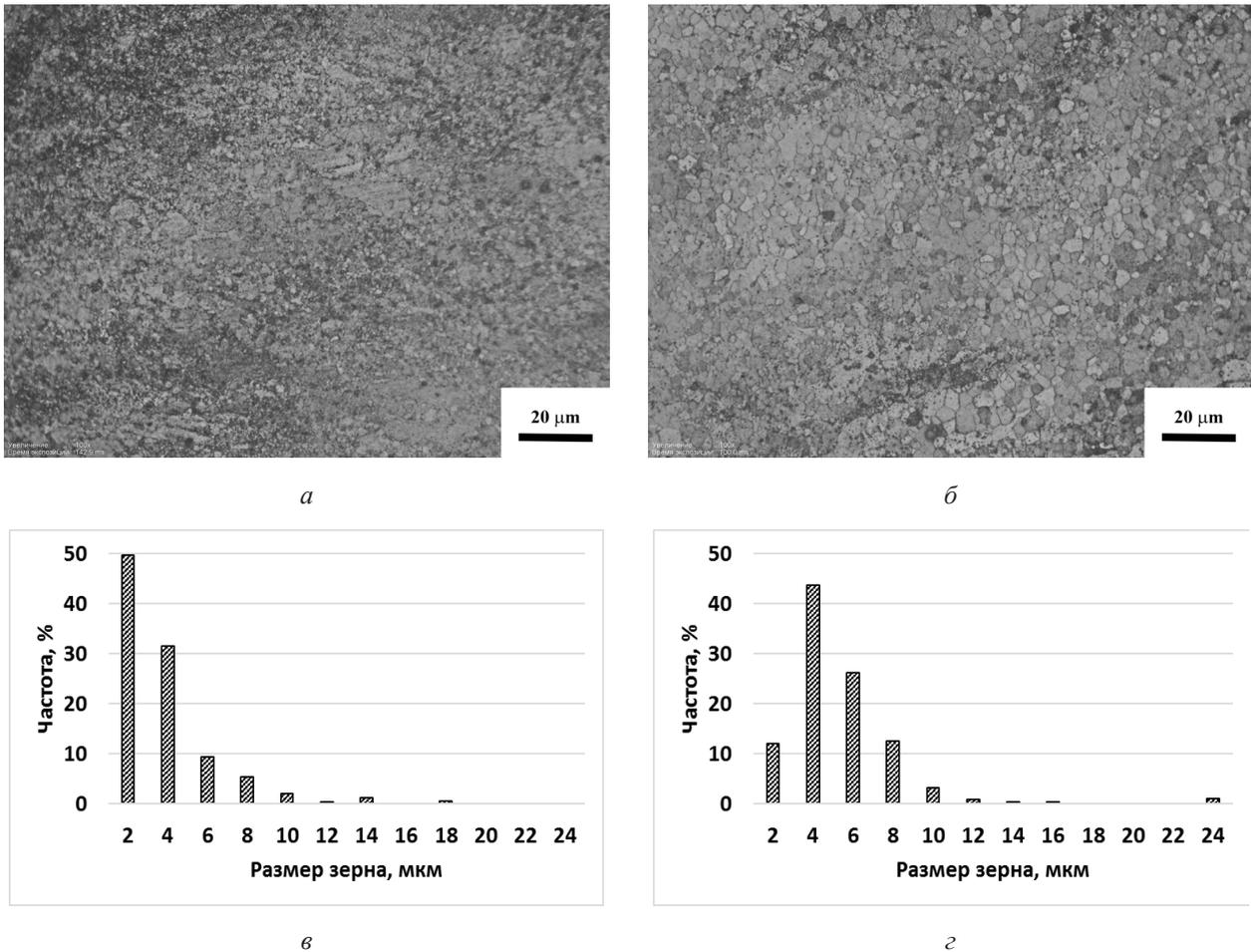


Рис. 3. Структура и распределение по размеру зерен сплава МА14, подвергнутого РКУП-Конформ по 1 (*а, в*) и 2 (*б, г*) режиму

Fig. 3. Structure and grain size distribution of MA14 alloy, subjected to ECAP-conform according to 1 (*a, в*) and 2 (*б, г*) mode

Механические испытания на растяжение свидетельствуют о повышении прочности сплава МА14 после РКУП-к. В обоих случаях предел прочности увеличивается примерно до одного значения 305 и 300 МПа для 1 и 2 режима соответственно. Однако предел текучести для образца, подвергнутого деформации по 1 режиму выше и состав-

ляет 220 ± 5 МПа, в то время как для образца, обработанного по 2 режиму РКУП-к предел текучести равен 185 ± 5 МПа, что может быть обусловлено более низкой температурой деформирования и наличием зерен полосового типа. Пластичность обоих образцов увеличивается и составляет 25–26%.

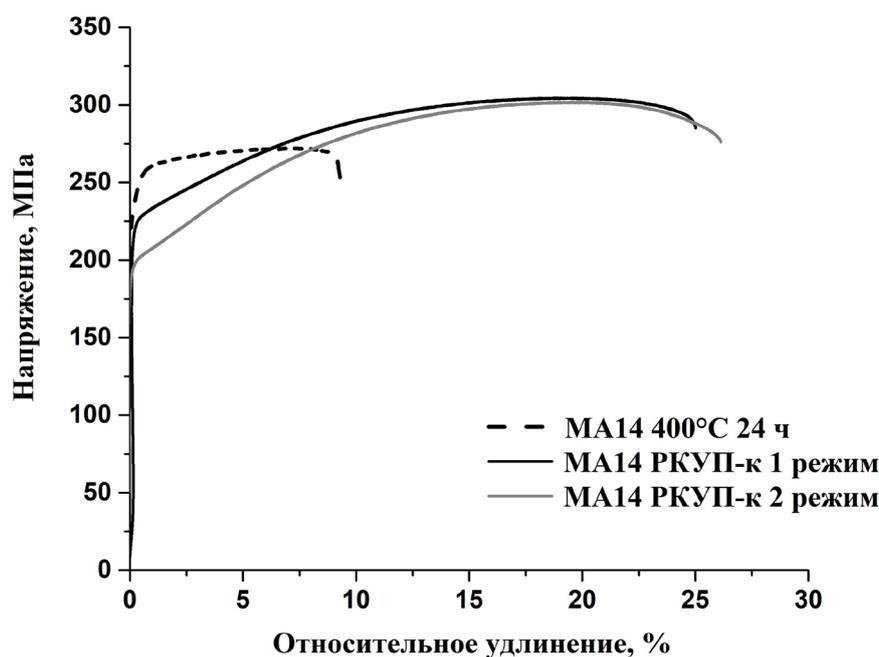


Рис. 4. Кривые механических испытаний на растяжение сплава МА14

Fig. 4. Mechanical tensile test curves for MA14 alloy

Выводы

Таким образом, анализ результатов компьютерного моделирования показывает, что обработка магниевого сплава марки МА-14 методом РКУП-Конформ характеризуется довольно однородным деформированным состоянием, величина интенсивности деформации при этом достигает 1–1,7 в зависимости от угла пересечения каналов в оснастке, а в очаге деформации преобладают сжимающие напряжения, достигающие от 310 до 115 МПа. Наименее нагруженным режимом деформирования для оснастки является обработка при угле $\alpha = 120^\circ$.

РКУП-Конформ сплава МА14 после отжига при 400 °С 24 часа по 1 режиму позволяет повысить предел прочности материала на 10% до величины 305 МПа, предел текучести до 220 МПа. В процессе РКУП-Конформ активно протекает динамическая рекристаллизация, о чем свидетельствуют форма и средний размер зерен ~3–4 мкм.

Благодарности / Acknowledgments

Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта Президента РФ № 075-15-2022-549.

The research was carried out with financial support by the grant of the President of the Russian Federation No. 075-15-2022-549.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kulekci M. K. Magnesium and its alloys applications in automotive industry // *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2008. V. 39. P. 851–865. DOI: 10.1007/s00170-007-1279-2.
2. Friedrich H., Schumann S. Research for a 'new age of magnesium' in the automotive industry // *J. Mater. Process. Technol.* 2001. V. 117, Iss. 3. P. 276–281. DOI: 10.1016/S0924-0136(01)00780-4.
3. Li N., Zheng Y. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review // *J. Mater. Sci. Technol.* 2013. V. 29, Iss. 6. P. 489–502. DOI: 10.1016/j.jmst.2013.02.005.
4. Chen Y., Xu Z., Smith C., Sankar J. Recent advances on the development of magnesium alloys for

biodegradable implants // *Acta Biomater.* 2014. V. 10, Iss. 11. P. 4561–4573. DOI: 10.1016/j.actbio.2014.07.005.

5. Gu X.-N., Zheng Y.-F. A review on magnesium alloys as biodegradable materials // *Front. Mater. Sci. China.* 2010. V. 4. P. 111–115. DOI: 10.1007/s11706-010-0024-1.

6. Yamasaki Y., Yoshida Y., Okazaki M., Shimazu A., Kubo T., Akagawa Y., Uchida T. Action of FGMgCO₃Ap-collagen composite in promoting bone formation // *Biomaterials.* 2003. V. 24, Iss. 27. P. 4913–4920. DOI: 10.1016/S0142-9612(03)00414-9.

7. Zreiqat H., Howlett C. R., Zannettino A., Evans P., Schulze-Tanzil G., Knabe C., Shakibaei M. Mechanisms of magnesium-stimulated adhesion of osteoblastic cells to commonly used orthopaedic implants // *J. Biomed. Mater. Res.* 2002. V. 62, Iss. 2. P. 175–184. DOI: 10.1002/jbm.10270.

8. Saris N.-E. L., Mervaala E., Karppanen H., Khawaja J. A., Lewenstam, A. Magnesium: An update on physiological, clinical and analytical aspects // *Clin. Chim. Acta.* 2000. V. 294, Iss. 1–2. P. 1–26. DOI: 10.1016/S0009-8981(99)00258-2.

9. Aikin M. D., Shalomeev V. A., Tsivirko E. I. Biosoluble magnesium-based alloy for medical purposes // *Metalozn. obrobka met.* 2019. V. 25, Iss. 4 (92). P. 38–46.

10. Виноградов А. Ю., Васильев Е. В., Линдеров М. Л., Мерсон Д. Л., Ржевская Е. О. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства магниевых сплавов

Mg-Zn-Ca // *Вектор науки ТГУ.* 2015. Т. 4 (34). С. 18–24. DOI: 10.18323/2073-5073-2015-4-18-24.

11. Валиев Р. З., Жияев А. П., Лэнгдон Т. Дж. Объемные наноструктурные материалы: фундаментальные основы и применения. Санкт-Петербург: Эко Вектор, 2017. 479 с.

12. Raab G. I., Valiev R. Z., Lowe T. C., Zhu Y. T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform // *Materials Science and Engineering: A.* 2004. V. 382, Iss. 1–2. P. 30–34. DOI: 10.1016/j.msea.2004.04.021.

13. Yamashita A., Horita Z., Langdon T. G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation // *Mater. Sci. Eng.: A.* 2001. V. 300, Iss. 1–2. P. 142–147. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)01660-9.

14. Straumal B., Martynenko N., Temralieva D., Serebryany V., Tabachkova N., Shchetinin I., Anisimova N., Kiselevskiy M., Kolyanova A., Raab G., Willumeit-Romer R., Dobatkin S., Estrin Y. The Effect of Equal-Channel Angular Pressing on Microstructure, Mechanical Properties, and Biodegradation Behavior of Magnesium Alloyed with Silver and Gadolinium // *Crystals.* 2020, V. 10, Iss. 10. Article number 918. DOI: 10.3390/cryst10100918.

15. Nugmanov D. R., Sitdikov O. Sh., Markushev M. V. Microstructure evolution in MA14 magnesium alloy under multi-step isothermal forging // *Letters on materials.* 2011. V. 1. P. 213–216. DOI: 10.22226/2410-3535-2011-4-213-216.