

**NOVEL METHOD OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION
FOR PRODUCTION OF TUBES FROM THE ZN-4AG-1CU
ZINC ALLOY**

Elvira Ildarovna Fakhretdinova^{1, 2a}, *Elvira Dinifovna Khafizova*²,
*Georgy Iosifovich Raab*³, *Rinat Kadykhanovich Islamgaliev*²

¹ Institute of Physics of Molecules and Crystals, Ural Federal Research Center, Russian Academy of Sciences, pr. Oktyabrya 71, Ufa, 450054, Russia

² Ufa University of Science and Technology, Zaki Validi str. 32, Ufa, 450076, Russia

³ G. I. Nosov Magnitogorsk State Technical University, Lenin str. 38, Magnitogorsk, 455000, Russia

^a yelka89@mail.ru

ABSTRACT

Recently, the development of innovative medical techniques for restoring lost functions of patients has been actively pursued, in which the use of bioresorbable metallic materials is of special interest. Such materials include alloys based on Mg, Fe, and Zn, and they make it possible to significantly reduce the costs of surgical operations and shorten treatment time. For example, the use of zinc alloy of increased strength will allow minimizing the size of implants that will provide less traumatism during their installation and faster dissolution in the physiological environment of the organism. It is known that severe plastic deformation is one of the modern tools for increasing the properties of metallic materials due to grain refinement of the initial structure to nano- and ultrafine range. In this paper, a new method for pressing tubes with elements of severe plastic deformation is investigated. Computer simulation by the finite element method and experiments were carried out, during which the technological features for deformation of the Zn-Ag-Cu zinc alloys were revealed.

KEYWORDS

Zinc alloys; severe plastic deformation; computer simulation; microhardness; tensile strength.

**РАЗРАБОТКА НОВОГО МЕТОДА ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ДЕФОРМАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТРУБОК ИЗ ЦИНКОВОГО
СПЛАВА ZN-4AG-1CU**

Эльвира Илдаровна Фахретдинова^{1, 2a}, *Эльвира Динифовна Хафизова*²,
*Георгий Иосифович Рааб*³, *Ринат Кадыханович Исламгалиев*²

¹ Институт физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН, Россия, 450054, Уфа, пр. Октября, 71

² Уфимский университет науки и технологий, Россия, 450076, Уфа, ул. Заки Валиди, 32

³ Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова, Россия, 455000, Магнитогорск, пр. Ленина, 38

^a yelka89@mail.ru

АННОТАЦИЯ

В последнее 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 и они позволяют заметно снизить затраты на хирургические операции и сократить сроки лечения. Например, использование цинкового сплава повышенной прочности позволит минимизировать размеры имплантатов, что обеспечит меньшую травматичность при их установке и более быстрое растворение в физиологической среде организма. Известно, что интенсивная пластическая деформация является одним из современных инструментов повышения свойств металлических материалов за счет интенсивного измельчения исходной структуры до нано- и ультрамелкого состояния. В данной работе проведено исследование нового способа прессования трубок с элементами интенсивной пластической деформации. Проведены компьютерное моделирование методом конечных элементов и экспериментальные работы, в ходе которых были выявлены технологические особенности деформации цинковых сплавов системы Zn-Ag-Cu.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Цинковые сплавы; интенсивная пластическая деформация; компьютерное моделирование; микротвердость; предел прочности.

Введение

В настоящее время актуальна тема поиска медицинских материалов для изготовления имплантатов в виде стентов – специальных цилиндрических металлических конструкций, помещающихся в просвет полых органов (например: кровеносные сосуды, мочеточники) и обеспечивающих расширение участков, суженных патологическими процессами. Особое значение приобретает использование биорезорбируемых материалов, позволяющих заметно снизить затраты на хирургические операции и сократить сроки лечения [1, 2]. К таким материалам относятся сплавы на основе Mg [3], Fe [4], Zn [5, 6], и они позволяют заметно снизить затраты на хирургические операции и сократить сроки лечения. Однако известны недостатки в применении таких материалов, заключающиеся в низких значениях механических свойств [7]. Идеальный стент также должен поддерживать отток мочи, быть биоразлагаемым, устойчивым к инфекции и выполнять свои функции в организме в течение от одной до шести недель [8].

Цинк является важным элементом для человека, поскольку поддерживает функцию многих ферментов, регулирует воспалительные реакции и повышает биологическую активность костных клеток. Однако низкая прочность и пластичность цинковых сплавов в исходном состоянии затрудняют применение данного материала для изготовления имплантатов, так как известно, что металлы, используемые в качестве материалов стентов, должны обладать повышенными механическими характеристиками [9, 10]. Правильное сочетание механических свойств одного и того же материала является сложной задачей, особенно для цинковых сплавов. Так, в большинстве случаев более высокая прочность на растяжение связана с увеличением предела текучести, но также приводит к снижению пластичности [11–13].

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) является одним из современных инструментов повышения свойств металлических материалов за счет интенсивного измельчения исходной структуры до нано- и ультрамелкого состояния.

Целью данной работы является исследование нового метода прессования трубчатой заготовки из сплава Zn-4Ag-Cu с элементами ИПД для применения в медицине в качестве мочеточников.

1. Материалы и методика исследования

На рис. 1 показана схема процесса деформирования цинкового сплава. Разработанная схема совмещает в себе прямое прессование с углом пересечения трубчатой заготовки равным $110\text{--}120^\circ$ и уменьшением толщины трубчатой заготовки. Были учтены рекомендации из [14].

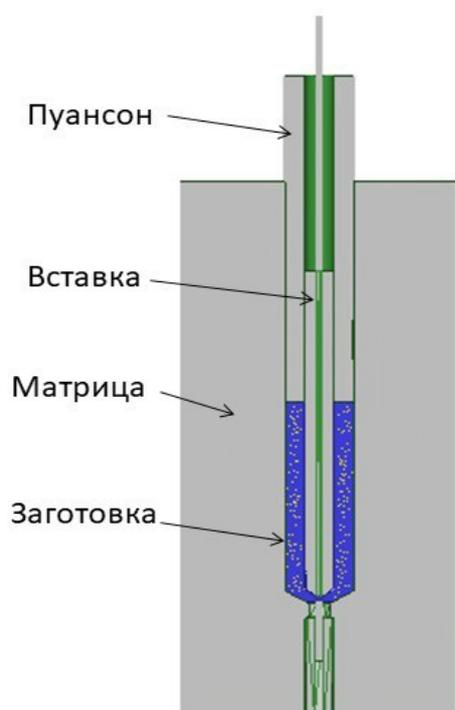


Рис. 1. Схема процесса прессования для получения трубки

Fig. 1. Diagram of the pressing process to obtain a tube

Пуансон в форме кольца с внешним диаметром 10 мм и внутренним диаметром 5 мм передает давление на заготовку. Вместе с пуансоном движется внутренний стержень диаметром 1,5 мм. Вставка неподвижна для поддержания внутреннего диаметра заготовки и формирования внутреннего диаметра трубки.

В данной работе исследование проводилось в программном комплексе Deform-3D [15], который основан на методе конечных элементов.

Условия и допущения, принятые при моделировании:

- Материал заготовки – цинковый сплав Zn-4Ag-Cu, кривые упрочнения были внесены в библиотеку Deform-3D. Кривые упрочнения получены в результате экспериментов на растяжение при разных скоростях ($0,1$, $0,5$ и 1 с^{-1}) и температурах (20 , 150 , 200 , $250\text{ }^\circ\text{C}$) [16].

- Геометрические размеры исходной заготовки: внешний диаметр 10 мм, внутренний диаметр 5 мм. Геометрические размеры трубки: внешний диаметр 3 мм, внутренний диаметр 1,5 мм.

- Заготовка была разделена на 87845 конечных элементов.

- Скорость перемещения пуансона $0,5\text{ мм/сек}$.

- Коэффициенты трения были заданы между заготовкой и пуансоном $0,12$, между матрицей и заготовкой 0 .

По результатам компьютерного моделирования были проанализированы следующие показатели: распределение скорости течения металла, накопленной степени деформации, средних напряжений и силовые параметры процесса.

Плавка сплава Zn-Ag-Cu велась в камерной печи в графитовом тигле с крышкой. Температура в печи составляла $580\text{ }^\circ\text{C}$. Заливка металла производилась в металлическую разъемную изложницу, нагретую до $150\text{ }^\circ\text{C}$. Перед заливкой и после полного растворения металл перемешивался керамической палочкой. Отлитые образцы были получены с размерами: $\text{Ø}20\text{ мм}$, длиной 120 мм . Далее образцы $\text{Ø}20\text{ мм}$ были прокатаны при температуре $200\text{ }^\circ\text{C}$ до $\text{Ø}14\text{ мм}$, затем обточены до трубчатых заготовок с внешним $\text{Ø}10\text{ мм}$ и внутренним диаметром $\text{Ø}5\text{ мм}$. Химический состав полученного цинкового сплава указан в табл. 1.

Таблица 1. Химический состав цинкового сплава**Table 1.** Chemical composition of zinc alloy

Сплав Zn-Ag-Cu / Alloy Zn-Ag-Cu	Содержание химических элементов, вес. % / The content of chemical elements, weight %				
	Zn	Ag	Cu	Ni	Mg
	92,68±0,12	4,08±0,1	1,06±0,05	0,83±0,08	0,35±0,014

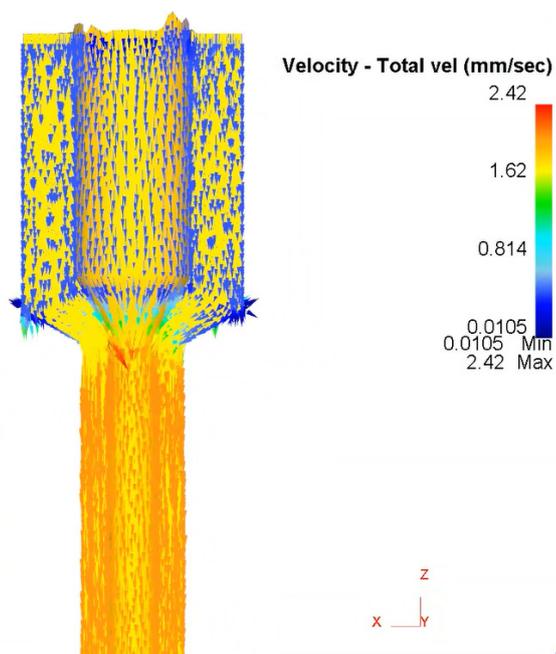
Деформацию образцов с внешним диаметром 10 мм и внутренним диаметром 5 мм из цинкового сплава Zn-4Ag-Cu проводили предлагаемым методом при температуре 200 °С на прессе ДБ 2632 (160 тс). Перед деформацией исходные заготовки были подвергнуты термообработке при 350 °С (1 час) и закалены в воде. Размеры полученной заготовки: внешний диаметр 3 мм, внутренний диаметр 1,5 мм. Данные технологические параметры были выбраны, исходя из опыта, отображенного в работах [15–18].

2. Результаты и обсуждение

По картине распределения скорости течения материала (рис. 2) можно прогнози-

ровать образование застойных зон в местах поворота каналов, следовательно, нужно предусматривать применение смазочных материалов либо увеличение радиусов скругления. Максимальная скорость течения металла в этой схеме составляет 2,42 мм/сек.

Картина распределения накопленной деформации (в программе Deform-3D strain effective) при обработке показана на рис. 3. Видно, что по продольному сечению степень деформации возрастает плавно и достигает 2,59 единиц после прохождения очага деформации. График изменения накопленной деформации имеет возрастающий характер и поверхностные слои деформируются интенсивнее, чем внутренние слои заготовки.

**Рис. 2.** Скорость течения металла**Fig. 2.** Metal flow velocity

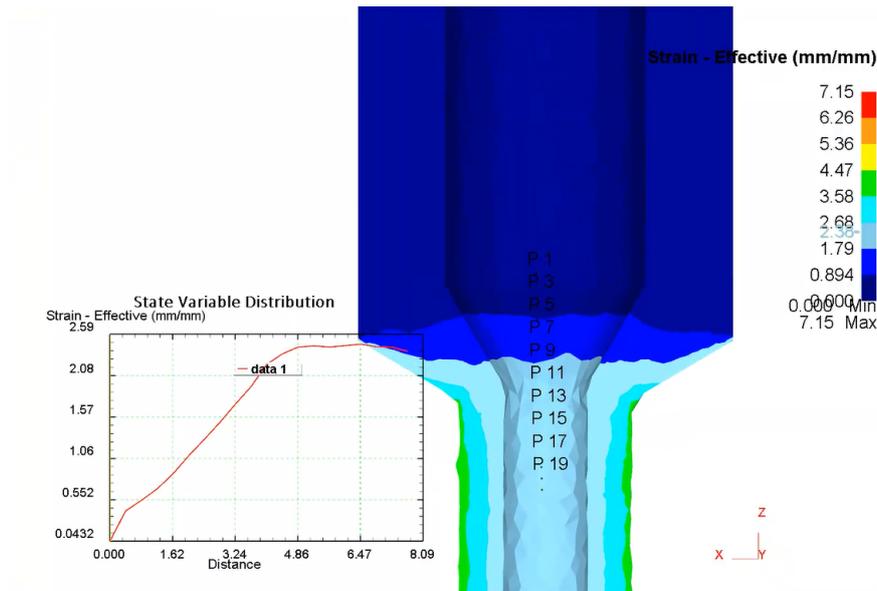


Рис. 3. Накопленная степень деформации

Fig. 3. Accumulated degree of deformation

На рис. 4 показана картина распределения средних напряжений в продольном сечении заготовки, по которым можно определить величины сжимающих и растягивающих напряжений, которые образуются на поверхности заготовки в процессе прессования. Как видно из рис. 4, в основном на поверхности образцов действуют сжимающие напряжения, их значения достигают 255 МПа, а уровень растягивающих напряжений в оча-

ге деформации составляет около 25 МПа. Так как уровень растягивающих напряжений низкий, то можно прогнозировать получение бездефектных образцов [19, 20].

Также были проанализированы силовые условия: оценивалась сила по оси Z. Как видно по графику из рис. 5, на устоявшемся течении металла сила снизилась до приблизительно 20 кН, максимальное значение составило примерно 33,9 кН.

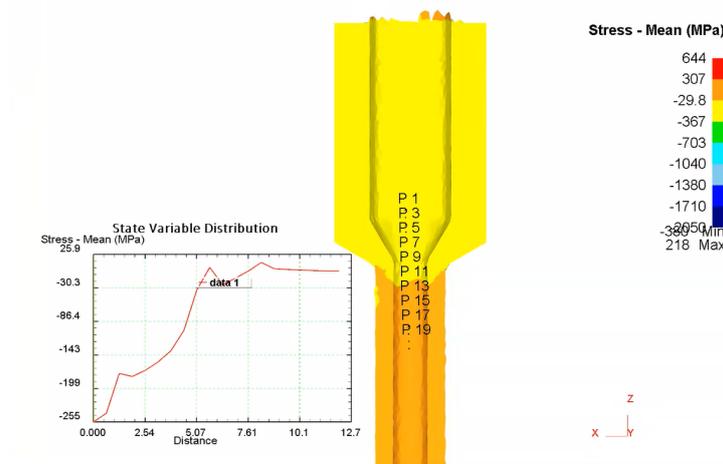


Рис. 4. Напряженное состояние заготовки

Fig. 4. Stressed state of the workpiece

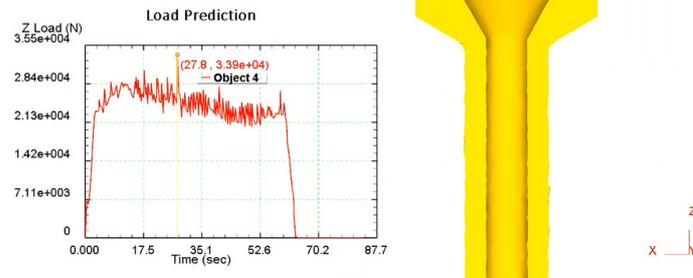


Рис. 5. Силовые условия

Fig. 5. Force conditions

В данной работе были проведены экспериментальные работы по апробации исследуемой схемы прессования. Была продеформирована трубка с использованием графитовой смазки при скорости 1 мм/с. В качестве вставки был использован стержень из нержавеющей стали диаметром 1,5 мм и возникла трудность с извлечением

цинкового сплава со стержня. Также, как видно из рис. 6, на полученной трубчатой заготовке присутствуют трещины. Возможно проблема заключалась в неправильно подобранном смазочном материале и материале стержня. Работы по получению трубки из цинкового сплава будут продолжены.



Рис. 6. Экспериментальный образец трубки из сплава Zn-4Ag-Cu

Fig. 6. Experimental tube made of Zn-4Ag-Cu alloy

Выводы

По результатам компьютерного моделирования в ПК Deform-3D было установлено: максимальная скорость течения металла составила 2,42 мм/сек, накопленная степень деформации возрастает плавно и достигает 2,59 единиц после прохождения очага деформации. Анализ средних напряжений показал, что в процессе деформации преобладают напряжения сжатия, их значения достигают 255 МПа, растягивающие напряжения около 25 МПа, можно прогнозировать получение бездефектных образцов. Силовые условия оценивались по оси Z, максимальное значение составило примерно 33,9 кН.

Экспериментальные работы по получению трубки показали налипание цинка на стержень, поэтому работы будут продолжаться.

Благодарности / Acknowledgments

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ФГБОУ ВО «УГАТУ» (соглашение № 075-03-2022-318/1) молодежная научно-исследовательская лаборатория НОЦ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».

Исследование прочностных свойств РКУП образцов выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Научного и технологического исследовательского совета Турции в рамках научного проекта № 21-53-46017.

The research was carried out with the financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the framework of the state task «USATU» (Agreement No. 075-03-2022-318/1) Youth Research Laboratory of the REC «Metals and Alloys under Extreme Impacts».

The research was carried out with financial support Russian Foundation for Basic Research within the framework of project 21-53-46017 ST_a «Investigation on fabrication and characterization of novel ultrafine grained biodegradable ureteral stents».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Папиров И. И., Шкуропатенко В. А., Шокуров В. С., Пикапов А. И. Материалы медицинских стентов: Обзор. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2010. 40 с.
2. Pearson D., Edik J., Tauscher A., Pokorny E., Bowen P., Gelbo J., Stinson J., Getty H., Lee C. H., Drelich Y., Goldman J. A simplified in vivo approach for evaluating bioabsorbable properties of candidate materials for stents // J. Biomed. Mater. rel. В Appendix. Biomaterial. 2012. V. 100B, Iss. 1. P. 58–67. DOI: 10.1002/jbm.b.31922.
3. Li L. C., Gao J. C., Wang Y. Evaluation of cytotoxicity and corrosion behavior of alkali-heat-treated magnesium in simulated body fluid // SurfCoatTech. 2004. V. 185, Iss. 1. P. 92–98. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.01.004.
4. Peuster M., Wohlsein P., Brugmann M., Ehlerding M., Seidler K., Fink C., Brauer H., Fischer A., Hausdorf G. A novel approach to temporary stenting: degradable cardiovascular stents produced from corrodible metal—results 6–18 months after implantation into New Zealand white rabbits // Heart. 2001. V. 86, Iss. 5. P. 563–569. DOI: 10.1136/heart.86.5.563.
5. Bowen P. K., Drelich J., Goldman J. Zinc exhibits ideal physiological corrosion behavior for bioabsorbable stents // Adv. Mater. 2013. V. 25, Iss. 18. P. 2577–2582. DOI: 10.1002/adma.201300226.
6. Heiss A., Thatikonda V. S., Richter A., Schmitt L.-Y., Park D., Klotz U. E. Development, Processing and Aging of Novel Zn-Ag-Cu Based Biodegradable Alloys // Materials (Basel). 2023. V. 16, Iss. 8. Article number 3198. DOI: 10.3390/ma16083198.
7. Хафизова Э. Д., Исламгалиев Р. К., Фахретдинова Э. И., Йылмазер Х., Поленок М. В. Биоразлагаемые металлические материалы для медицины // Materials. Technologies. Design. 2021. Т. 3, № 4 (6). DOI: 10.54708/26587572_2021_34654.
8. Ahadi F., Azadi M., Biglari M., Bodaghi M., Khaleghian A. Evaluation of coronary stents: A review of types, materials, processing techniques, design, and problems // Heliyon. 2023. V. 9, Iss. 2. Article number 13575. DOI: 10.1016/j.heliyon.2023.e13575.
9. Lia G., Yang H., Zheng Y., Chen X.-H., Yang J.-A., Zhu D., Ruan L., Takashima K. Problems of using zinc and its alloys as biodegradable metals: prospects for biomechanical compatibility // Acta Biomaterialia. 2019. V. 97. P. 23–45. DOI: 10.1016/j.actbio.2019.07.038.
10. Werkhoven R. J., Sillekens W. H., van Lieshout J. B. J. M. Processing Aspects of Magnesium Alloy Stent Tube // Magnesium Technology. 2011. P. 419–424. DOI: 10.1002/9781118062029.ch79.
11. Seitz J.-M., Durisin M., Goldman J., Drelich J. W. Recent Advances in Biodegradable Metals for Medical

- Sutures: A Critical Review // *Adv. Healthc. Mater.* 2015. V. 4. P. 1915–1936. DOI: 10.1002/adhm.201500189.
12. Liu Q., Li A., Liu S., Fu Q., Xu Y., Dai J., Li P., Xu S. Cytotoxicity of Biodegradable Zinc and Its Alloys: A Systematic Review // *J Funct Biomater.* 2023. V. 14, Iss. 4. Article number 206. DOI: 10.3390/jfb14040206.
13. Li G., Yang H., Zheng Y., Chen X. H., Yang J. A., Zhu D., Ruan L., Takashima K. Challenges in the use of zinc and its alloys as biodegradable metals: Perspective from biomechanical compatibility // *Acta Biomater.* 2019. V. 97. P. 23–45. DOI: 10.1016/j.actbio.2019.07.038.
14. Лицензия. Р.С. SFTS. Key #9190/ Ufa, Russia.
15. Фахретдинова Э. И., Хафизова Э. Д., Асфандияров Р. Н., Рааб Г. И., Исламгалиев Р. К., Семенов А. С. Исследование влияния температурно-скоростных условий на механические свойства биорезорбируемого цинкового сплава Zn-4Ag-Cu в процессе равноканального углового прессования // *Frontier Materials & Technologies.* 2022. № 3. С. 68–78. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-3-2-68-78.
16. Dambatta M. S., Izman S., Kurniawan D., Hermawan H. Processing of Zn-3Mg alloy by equal-channel angular pressing for biodegradable metal implants // *Journal of King Saud University – Science.* 2017. V. 29. P. 455–461. DOI: 10.1016/j.jksus.2017.07.008.
17. Sikora-Yasinskaya M., Mostaed E., Mostaed A., Binland R., Mantovani D., Vedani M. Manufacture, mechanical properties and behavior during in vitro degradation of newly developed Zn-Ag alloys for degradable implants // *Materials Science and Engineering: C.* 2017. V. 77. P. 1170–1181. DOI: 10.1016/j.msec.2017.04.023H.
18. Estrin Y., Janecek M., Raab G. I., Valiev R. Z., Zi A. Severe Plastic Deformation as a Means of Producing Ultra-Fine-Grained Net-Shaped Micro Electro-Mechanical Systems Parts // *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2007. V. 38. P. 1906–1909. DOI: 10.1007/s11661-007-9120-y.
19. Utyashev F. Z., Raab G. I. Deformation methods of obtaining and processing ultrafine-grained and nanostructured materials. Ufa: Gilem, NICK Bask. encycl., 2013. P. 376.
20. Utyashev F. Z., Raab G. I., Valitov V. A. Deformation nanostructuring of metals and alloys. Monograph. St. Petersburg: Science-intensive technologies, 2020. P. 185.