СТАБИЛЬНОСТЬ СТРУКТУРЫ И СВЕРХУПРУГОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti-Zr и Ti-Nb С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

[1]Шереметьев В.А., [1]Кудряшова А.А., [1]Лукашевич К.Е., [1]Ияз Ф.М., [1]Конопацкий А.С., [2]Браиловский В., [1]Прокошкин С.Д.

[1]НИТУ «МИСиС» г. Москва, Россия

[2]Ecole de Technologie superieure, Montreal, Canada, E-mail: sheremetyev@misis.ru

Титановые сплавы обладают уникальным сочетанием свойств, которые делают их пригодными для применения в биомедицине: высокая прочность, хорошая деформируемость и превосходная коррозионная стойкость [1]. Однако они имеют гораздо более высокий модуль Юнга (более 100 ГПа) по сравнению с костной тканью (1–27 ГПа), что приводит к нарушению механико-биологического равновесия в организме человека и, как следствие, к разрушению механического соединения в зоне контакта имплантата и кости [2]. В последние десятилетия наблюдается активное развитие исследований безникелевых титановых сплавов с памятью формы (СПФ) в качетсве перспективных материалов для костных имплантатов. Благодаря уникальному сочетанию высокой биологической (только биосовместимые компоненты в составе) и биомеханической совместимости (низкий модуль Юнга (30-60 ГПа) и сверхупругое поведение, схожее с поведением костной ткани) СПФ на основе систем Ti-Nb и Ti-Zr являются наиболее перспективным классом металлических материалов для имплантатов [3].

Инструментом для эффективного управления функциональными свойствами СПФ является термомеханическая обработка (ТМО). Определены режимы ТМО для сплавов на основе Ti-Nb, позволяющие сформировать полигонизованную дислокационную субструктуру β-фазы с размерами структурных элементов в нано- и субмикрометровых диапазонах, которая обеспечивает наилучший комплекс функциональных и механических свойств, в т.ч. низкое значение модуля Юнга (30-40 ГПа) и сверхупругое поведение при температуре человеческого тела [4].

Увеличение срока службы материалов для имплантатов, замещающих костную ткань, повышение стабильности их функциональных свойств является одной из важнейших задач современного металловедения. В этой связи исследование стабильности параметров сверхупругости и структуры в ходе многоцикловых функциональных усталостных испытаний, а также в ходе длительных изотермических выдержек, имеет большое значение с точки зрения практического использования материала для костных имплантов. При исследовании стабильности функционального поведения сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta были установлены закономерности изменения характеристик сверхупругого поведения [5]. Показано, что исходная величина модуля Юнга исследуемых наносубзеренных сплавов низкая (30-40 ГПа), она уменьшается в ходе первой серии циклических испытаний до 22-30 ГПа, восстанавливает исходное значение после выдержки в течение 40 дней, после чего остается стабильной в ходе последующей выдержки 365 дней [6]. Однако стабильность функционального поведения СПФ на основе Ti-Zr с повышенным кристаллографическим ресурсом обратимого мартенситного превращения еще не исследована. Целью настоящей работы было изучение стабильности структуры и сверхупругого поведения сплавов на основе систем Ti-Zr и Ti-Nb в ходе многоцикловых функциональных испытаний и промежуточных выдержек.

Для исследований и испытаний были выбраны сплавы Ti-22Nb-6Zr, Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-2Ta (в ат.%). Слитки сплавов после горячего изостатического прессования разрезали на пластины и подвергли ТМО по режиму: холодная прокатка с истинной степению деформации e=0,3 и последеформационный отжиг (ПДО) при 600°C в течении 30 мин.

Образцы с заранее протравленной повехностью для рентгеноструктурного анализа подвергли испытаниям по схеме, представленной на рисунке 1. Механические испытания на растяжение проходили по схеме: деформация на 2% – разгрузка (10 циклов). Через 1 день после проведения первой серии испытаний эти же образцы подвергли повторным испытаниям по такой же схеме. Затем выдержки между

испытаниями составили 5 и 20 дней. После 4 серии испытаний образцы подвергли температурному сканированию под нагрузкой по схеме: деформация на 3% при температуре -150˚С, нагрев до 250˚С и разгрузка при этой же температуре. За температурным сканированием последовала 5 серия функциональных испытаний по стандартной схеме. В исходном состоянии и после каждой серии испытаний проводили рентгеноструктурный анализ. Рентгенограммы сплава Ti-18Zr-14Nb, полученные в 8-ми экспериментальных точках представлены на рисунке 2.

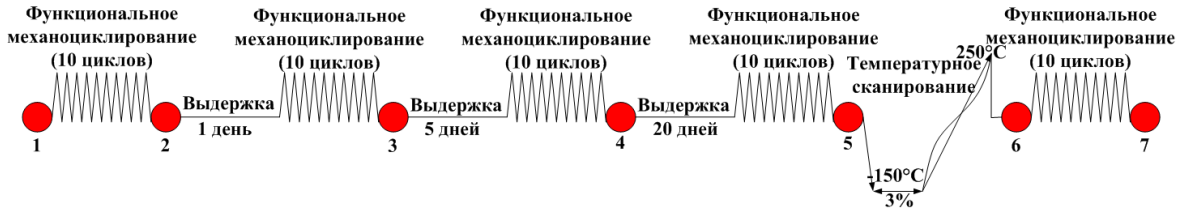

Рисунок 1 – Схема проведения эксперимента

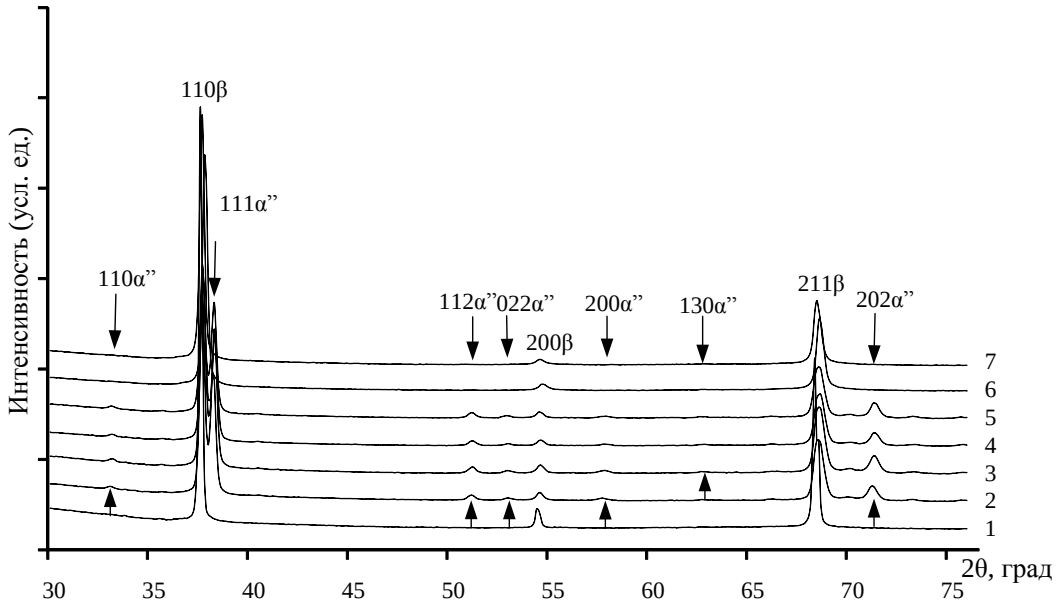

Рисунок 2 – Рентгенограммы сплава Ti-18Zr-14Nb в соответствии с экпериментальными точками

Во всех случаях основной фазой является ОЦК *β*-фаза. Первая серия функциональных циклических испытаний приводит к образованию остаточного *α″*-мартенсита. В ходе последующих 4-х серий испытаний линии *α″*-мартенсита сохраняются на рентгенограмме (см. рис.2). В результате температурного сканирования остаточный *α″*-мартенсит превращается в *β*-фазу под воздействием температуры. Последующая серия испытаний не приводит к повторному образованию *α″*-мартенсита. Были расчитаны параметры решеток фаз, по которым был определен кристаллографический ресурс обратимой деформации, значение которого возрастает с 5 до 6% со 2 по 4 экспериментальные точки.

В результате 5-ти серий функциональных механических испытаний с промежуточными выдержками 1, 5 и 20 дней были получены диаграммы деформации-разгрузки. Типичный набор диаграмм деформации-разгрузки для сплава Ti-18Zr-14Nb представлен на рисунке 3.

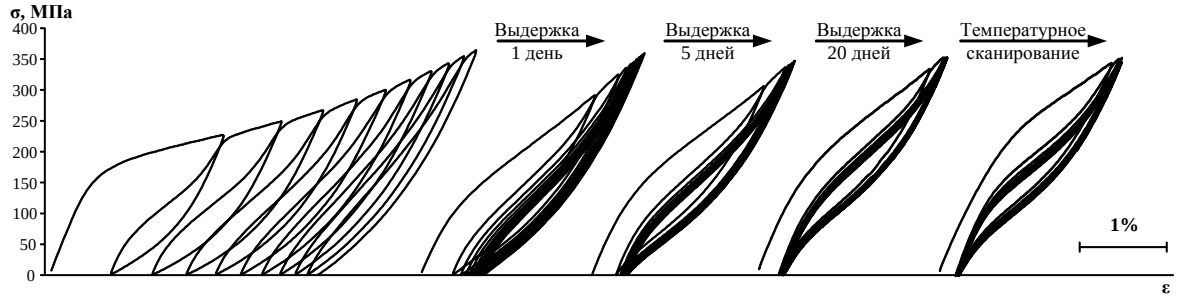

Рисунок 3 – Изменение диаграмм деформации-разгрузки при циклических испытаниях сплава Ti-18Zr-14Nb

В ходе первой серии функционального механоциклирования у сплава Ti-18Zr-14Nb, в отличии от Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr, наблюдается накопление значительной величины остаточной деформации (см. рис.3). Это обьясняет образование остаточного *α″*-мартенсита, наблюдаемого на рентгенограммах после испытания (см. рис.2). В первых 4-х сериях наблюдается стабилизациия сверхупругого поведения сплава Ti-18Zr-14Nb (см. рис.3). У сплавов Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr стабилизация происходит уже в первых 2-х сериях испытаний. 4-я серия испытаний подтверждает стабильное сверхупругое поведение всех сплавов примерно на одном уровне. После температурного сканирования резко возрастает уровень напряжений сплавов Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr и пропадает характерная сверхупругая петля. Сверхупругое поведение сплава Ti-18Zr-14Nb сохраняет характерную петлю, возрастает величина фазового предела текучести, которая резко уменьшается в ходе механоциклирования.

Список литературы:

1. M. Abdel-Hady Gerpeel, M. Niinomi, Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2013, No. 20, pp. 407-415.

2. J. R. Davis (ed.), Handbook of Materials for Medical Devices. – Materials Park, Ohio: ASM International, 2003, pp. 341.

3. Q. Chen, G.A. Thouas, Metallic implant biomaterials, Materials Science and Engineering R., 2015, v. 87, pp. 1-57.

4. S.Prokoshkin, V.Brailovski, S.Dubinskiy, Y.Zhukova, V.Sheremetyev, A.Konopatsky, K.Inaekyan, Manufacturing, structure control and functional testing of Ti-Nb-based SMA for medical application, Shape Memory and Superelasticity, 2016, v. 2, No. 2, pp. 130-144.

5. V.Sheremetyev, S.Prokoshkin, V.Brailovski, S.Dubinskiy, M.Filonov, M.Petrzhik, Long-term stability of superelastic behavior of nanosubgrained Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta shape memory alloys, Materials Today: Proceedings, 2015, v. 2S, pp. 26–31.