

ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ  
ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОГО СПЛАВА  
Ti-18Zr-14Nb (В АТ.%) МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

<sup>1</sup>Кудряшова А.А., <sup>1</sup>Шереметьев В.А., <sup>1</sup>Цатурянц М.С., <sup>1</sup>Дубинский С.М.,  
<sup>1</sup>Галкин С.П., <sup>1</sup>Прокошкин С.Д., <sup>1</sup>Филонов М.Р., <sup>2</sup>Браиловский В.

<sup>1</sup>НИТУ «МИСус» г. Москва, Россия

<sup>2</sup>Ecole de Technologie superieure,

Montreal, Canada, E-mail: [nastyia.cudriaschova@yandex.ru](mailto:nastyia.cudriaschova@yandex.ru)

С развитием медицины, в частности имплантологии, возрастают требования к металлическим материалам для костных имплантатов. Материал для костных имплантатов должен отвечать требованиям биомеханической совместимости с костной тканью, он должен быть близок к ней по механическому поведению. Металлические материалы для современных имплантатов имеют гораздо более высокий модуль Юнга (более 100 ГПа) по сравнению с костной тканью (1–27 ГПа). Различие в упругих модулях приводит к нарушению механико-биологического равновесия в организме человека и, как следствие, к разрушению механического соединения в зоне контакта имплантата и кости во время циклических нагрузок [1].

Низкие значения модуля Юнга (50–80 ГПа) и сверхупругое поведение, близкое к поведению костной ткани, демонстрируют сплавы с памятью формы (СПФ) [2]. Традиционный СПФ никелид титана (Ti-Ni) содержит токсичный никель, что ограничивает его медицинское применение [3]. В последние десятилетия все больший интерес ученых привлекают безникелевые СПФ на основе систем Ti-Nb, Ti-Zr и Ti-Zr-Nb [4,5]. Главным преимуществом этих сплавов является более высокая биомеханическая и биохимическая совместимость по сравнению с другими титановыми сплавами.

Известно, что термомеханическая обработка (ТМО) является инструментом для эффективного управления структурой и функциональными свойствами СПФ. Выбор рациональной схемы ТМО приводит к существенному увеличению функциональной усталостной долговечности сплавов на основе Ti-Nb [6]. Радиально-сдвиговая прокатка (РСП), как один из методов термомеханической обработки, эффективна для производства круглого сортового проката широкого сортамента размеров, необходимого при изготовлении костных имплантатов. Применение радиально-сдвиговой прокатки обеспечивает формирование уникального структурного строения металла путем глубокой проработки его структуры в длинномерных объемах. У материала после такой обработки резко повышается комплекс механических и функциональных свойств. Таким образом, изучение возможностей получения СПФ на основе Ti-Zr-Nb с высоким комплексом функциональных свойств методами ТМО является перспективным направлением для исследований.

В данной работе сплав Ti-18Zr-14Nb (в ат.%) был подвергнут многостадийной ТМО, включающей РСП (прокатка осуществлена на оборудовании НПЦ «ОМД» (министан 10-30)) ( $\epsilon=49\%$ ) при температуре 900°C, холодную деформацию прокаткой ( $\epsilon=25\%$ ) и последеформационный отжиг (ПДО) при температурах от 450-900°C. Структуру и фазовый состав сплава до и после ТМО изучали методами световой микроскопии (микроскоп) и рентгеноструктурного анализа (дифрактометр «PANalytical X'pert Pro» при использовании  $Cu-K_{\alpha}$  излучения в интервале брэгговских углов  $2\theta$  от 30° до 100°). Усталостные испытания на растяжение образцов с длиной рабочей части 60 мм проводили при комнатной температуре на испытательной машине «MTS MiniBionix 858» по схеме «деформация растяжением на  $\epsilon_c=2\%$  – разгрузка» до разрушения. Из полученных диаграмм деформации-разгрузки определяли условный модуль Юнга  $E$ , остаточную деформацию в цикле  $\epsilon_f$ , максимальное напряжение в цикле  $\sigma_{max}$  и фазовый предел текучести  $\sigma_{tr}$ . Также определяли количество циклов до разрушения ( $N_{max}$ ) и накопленную в ходе механоциклирования до разрушения остаточную деформацию ( $\epsilon_{acc}$ ).

В результате исследования методом световой микроскопии определили характер неоднородности структуры после радиально-сдвиговой прокатки. По всему периметру слитка поверхностный слой толщиной около 3 мм имеет мелкозернистую структуру,

смесь мелких рекристаллизованных (средний размер около 30 мкм) и более крупных полигонизованных зерен (средний размер 80 мкм). Внутренняя структура заготовки после РСП состоит из полигонизованных зерен (средний размер 120 мкм). Из внутренней части были вырезаны пластины для последующей ТМО.

На рисунке 1 представлены рентгеновские дифрактограммы поверхности сплава Ti-18Zr-14Nb после ТМО по разным режимам. Во всех случаях основной линией является ОЦК  $\beta$ -фаза. Рефлексы  $\omega$ -фазы после горячей прокатки и последующего охлаждения на воздухе не обнаружены. После холодной прокатки присутствуют линии  $\alpha'$ -мартенсита. При отжиге в интервале 450-500°C наблюдали незначительное количество низкотемпературной  $\alpha$ -фазы.

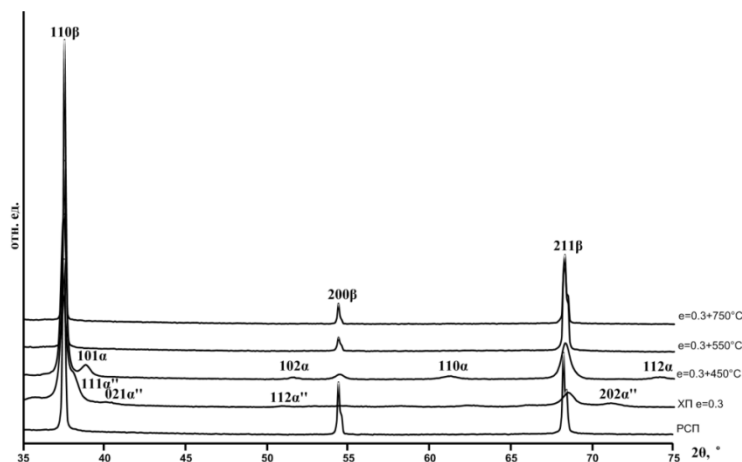


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы поверхности сплава Ti-18Zr-14Nb после ПДО по разным режимам

По изменению ширины линий  $\beta$ -фазы определяли дефектность структуры в разных состояниях. С увеличением температуры ПДО ширина линий уменьшается, что связано с протекающими процессами разупрочнения деформированного сплава. После ПДО при 450°C наблюдали дислокационную субструктуру возврата. Повышение температуры ПДО до 600°C приводит к формированию полигонизованной субструктуры  $\beta$ -фазы субзернами в интервале размеров от нано до субмикрометрового диапазона. Выше 600°C проходит рекристаллизация и последующий рост рекристаллизованных зерен. Стоит особо отметить, что линии после РСП шире, чем в рекристаллизованном состоянии (после ПДО 700-750°C), что свидетельствует о наличии в составе частично полигонизованной субструктуры. Величина кристаллографического ресурса обратимого мартенситного превращения, определенная по параметрам решеток  $\beta$ - и  $\alpha'$ -фаз составила 6 %.

На рисунке 2 представлены типичные диаграммы деформации-разгрузки, полученные в результате функциональных усталостных испытаний. Во всех случаях в первых циклах наблюдается несовершенное сверхупругое поведение, о чем можно судить по незамкнутой сверхупругой петле. По мере увеличения количества циклов сверхупругое поведение сплавов совершенствуется. Наиболее совершенное сверхупругое поведение и высокое сопротивление функциональной усталости сплав проявляет после РСП, особенно в мелкозернистом состоянии (внешний слой заготовки). Дополнительная ТМО приводит к уменьшению усталостной долговечности сплава, однако, увеличивается комплекс функциональных свойств (разница между дислокационным и фазовым пределами текучести, реактивное напряжение). Судя по результатам функциональных испытаний оптимальные температуры ПДО лежат в диапазоне 500-550°C.

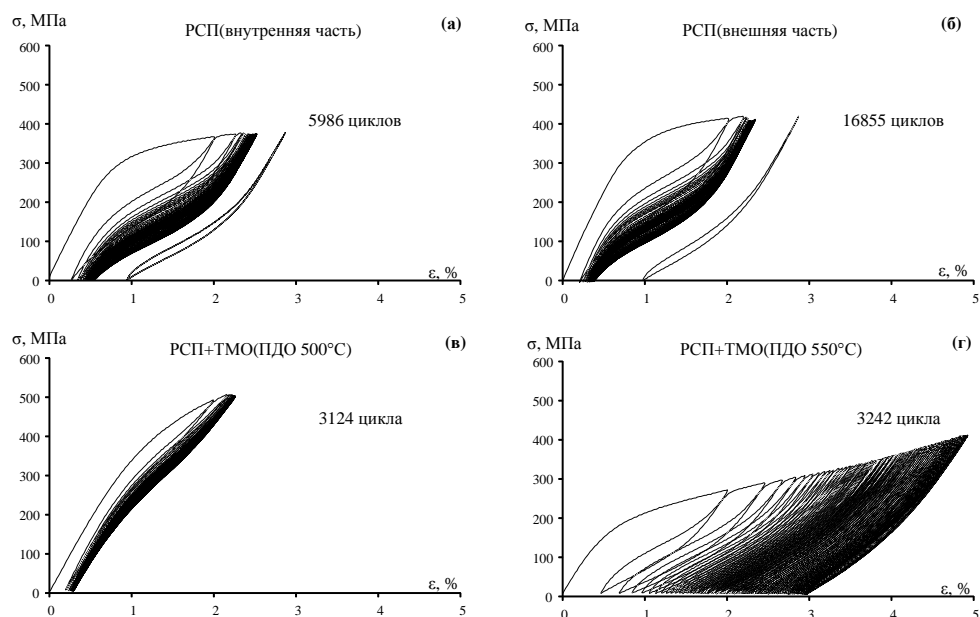


Рисунок 2 – Типичные диаграммы деформации-разгрузки сплава Ti-18Zr-14Nb после РСП внутренняя часть заготовки (а), внешняя часть заготовки (б), после ПДО при 500°C (в), после ПДО при 550°C (г)

#### Список литературы:

1. J. R. Davis (ed.), Handbook of Materials for Medical Devices. – Materials Park, Ohio: ASM International, 2003, pp. 341.
2. L. Jahia, Shape Memory Implants, Springer-Verlag, 2000.
3. K. Takamura, K. Hayashi, N. Ishinishi, T. Yamada, Y. Sugioka, Evaluation of carcinogenicity and chronic toxicity associated with orthopedic implants in mice, Journal of Biomedical Materials Research, 1980, No. 28, pp. 583-589.
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.Brailovski, S.Prokoshkin, K.Inaekyan, M.Petrzhik, M.Filonov, Y.Pustov, S.Dubinskiy, Y.Zhukova, A.Korotitskiy, V.Sheremetyev. Thermomechanical treatment of Ti-Nb solid solution based SMA. Materials Science Foundations, 2015, v. 81-82, pp. 342-405.
6. V.Sheremetyev, V.Brailovski, S.Prokoshkin, K.Inaekyan, S.Dubinskiy, Functional fatigue behavior of superelastic beta Ti-22Nb-6Zr(at%) alloy for load-bearing biomedical applications, Materials Science and Engineering C, 2016, v. 58, pp. 935-944.