

УДК 669.721:539

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Mg-1%Zn-0,2%Ca, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

О. Б. Кулясова¹, Р. К. Исламгалиев²

¹elokbox@mail.ru, ²rinatis@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 25.12.2017

Аннотация. Приведены результаты исследования структуры и механических свойств магниевых сплавов Mg-1%Zn-0,2%Ca после интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования (РКУП). Микроструктуру сплава после различной степени деформации методом РКУП изучали методами оптической и сканирующей электронной микроскопии. Установлено, что с увеличением степени деформации формируется наиболее однородная млекозернистая структура. Показано, что после степени деформации 7,2 методом РКУП формируется минимальный средний размер зерен 2 мкм. Установлено, что при такой степени деформации образцы характеризуются высокими значениями микротвердости $69,5 \pm 6,7$ Нв. Одновременно выявлено, что с увеличением степени деформации материала происходит повышение механических свойств сплава при растяжении. Наибольшее значение предела прочности было достигнуто при наибольшей степени деформации и, соответственно, наименьшем среднем размере зерна и равнялось 282 ± 9 МПа, что в 2 раза выше по сравнению с гомогенизированным состоянием 138 ± 5 МПа, при сохранении пластичности.

Ключевые слова: магниевый сплав; УМЗ структура; механические свойства.

ВВЕДЕНИЕ

Создание новых биodeградируемых материалов является одним из приоритетных направлений развития материаловедения для нужд медицины. Итогом этого развивающегося направления является разработка прочного и деградирующего с контролируемой скоростью имплантата, не оказывающего вредного воздействия на организм человека [1–3] и выполняющего свои функции в течение необходимого для восстановления поврежденной кости времени (12–14 нед). Магний, который может быть использован в качестве биodeградируемых имплантатов, уделяется повышенное внимание специали-

стов, т.к. он является полностью биосовместимым [1]. Сложность заключается в том, что чистый магний непрочен и растворяется очень быстро в высокохлоридной среде физиологической системы, тем самым теряя свои функции раньше, чем кость полностью восстановится. Повышения прочностных характеристик магния можно добиться с помощью большого количества упрочняющих добавок. Однако ввиду растворимости сплава в организме человека выбор легирующих элементов существенно сужается, т.к. они должны быть биологически инертными [4, 5]. Более того, было установлено, что в результате большого содержания легирующих добавок в сплавах образуются вторич-

ные фазы, которые являются барьерами движения дислокаций при пластической деформации и, соответственно, у сплава резко снижается пластичность. Тем самым был выбран слаболегированный сплав Mg-1%Zn-0,2%Ca, в котором минимизируется объемная доля вторичных фаз, а с помощью тех, которые образуются, возможно создание высокопрочного структурно-фазового состояния деформационно-термическими методами. Выбранные легирующие химические элементы не являются токсичными для организма и не вызывают негативных последствий [6–9]. Также повышения прочности различных металлов и сплавов, в том числе и магниевых сплавов, возможно достичь измельчением зеренной структуры различными методами [10–13], например, методом равноканального углового прессования (РКУП). Таким образом, целью данной работы стало выявление эволюции структуры в процессе РКУП и ее влияние на механические характеристики.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований был выбран сплав Mg-1%Zn-0,2%Ca в литом состоянии. Исходные литые образцы были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 450°C в течение 24 ч с охлаждением в воду. Термическая обработка образцов проводилась в муфельной печи Nabertherm. Измельчение структуры осуществляли методом равноканального углового прессования. РКУП проводили в оснастке с углом пересечения каналов 120° со скоростью 6 мм/мин на образцах диаметром 20 мм после предварительного прогрева заготовки при температуре прессования в течение 20 мин. Для выявления эволюции структуры было проведено несколько режимов РКУП. При режиме 1 было проведено 2 прохода прессования при температуре 400°C. При режиме 2 к имеющимся 2 про-

ходам при температуре 400°C добавили еще 2 прохода при температуре 350°C. При режиме 3 к имеющимся 2 проходам при температуре 400°C, 2 проходам при температуре 350°C добавили еще 2 прохода при температуре 300°C. При режиме 4 к имеющимся 2 проходам при температуре 400°C, 2 проходам при температуре 350°C, 2 проходам при температуре 300°C добавили еще 2 прохода при температуре 250°C. Степень деформации при режимах 1, 2, 3 и 4 составила 1,8, 3,6, 5,4 и 7,2 соответственно. Макроструктуру исследовали на оптическом микроскопе Olympus GX51. Анализ микроструктуры проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEM-6390 и просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 с ускоряющими напряжениями 10 кВ и 200 кВ соответственно. Измерение микротвердости (Hv) осуществляли методом Виккерса на микротвердометре Micromet 5101 с нагрузкой 50 г и временем выдержки 10 с. Механические испытания на растяжение были выполнены на испытательном динамометре Instron 5982. Образцы с поперечным сечением рабочей базы 0,6×1 мм² имели длину базы 4,5 мм. Испытания на растяжение проводили при комнатной температуре и скорости растяжения 10⁻³ с⁻¹. На каждое состояние было испытано минимум по 5 образцов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Структура сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca после гомогенизационного отжига состоит из равноосных зерен α -Mg со средним размером 270 мкм (рис. 1, а). В теле зерен также присутствуют Mg₂Ca частицы размером до 1 мкм, а на границе размер этих частиц составил 4 мкм, общая объемная доля частиц Mg₂Ca в образцах сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca составил 4%. В структуре всех исследуемых образцов хорошо просматривались двойники отжига различных размеров (рис. 1, б).

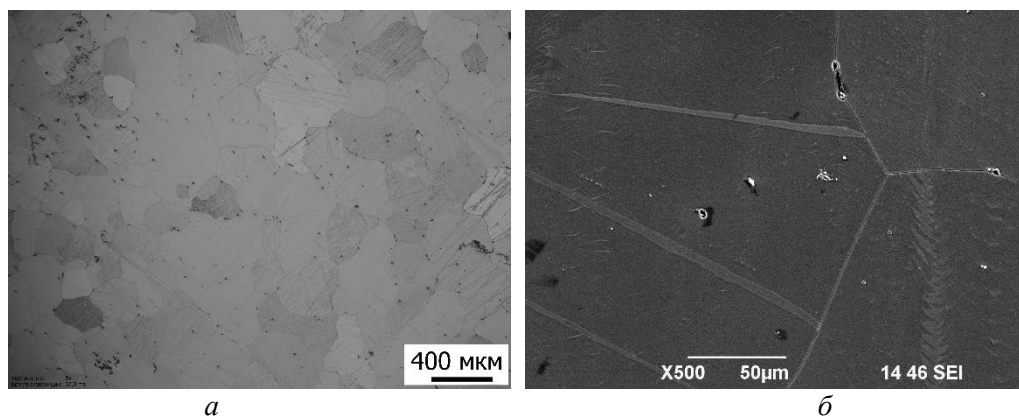


Рис. 1. Структура магниевого сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca после гомогенизационного отжига:
a – оптическая микроскопия; *б* – сканирующая электронная микроскопия

После двух проходов РКУП наблюдается измельчение структуры (рис. 2, *a*). Однако структура сильно неоднородна по объему. Примерно 40% занимают области с вытянутыми зернами. В остальном объеме сформированы равноосные зерна со средним размером 5,1 мкм. Частиц в структуре не было обнаружено. Возможной и наиболее вероятной

причиной может являться их измельчение и превращение в мелкодисперсную форму.

При увеличении количества проходов РКУП до 4 формируется еще более мелкая структура со средним размером зерен примерно 4,0 мкм (рис. 2, *б*). Однако неоднородность все же сохраняется, т.к. хорошо видны отдельные пакеты вытянутых зерен.

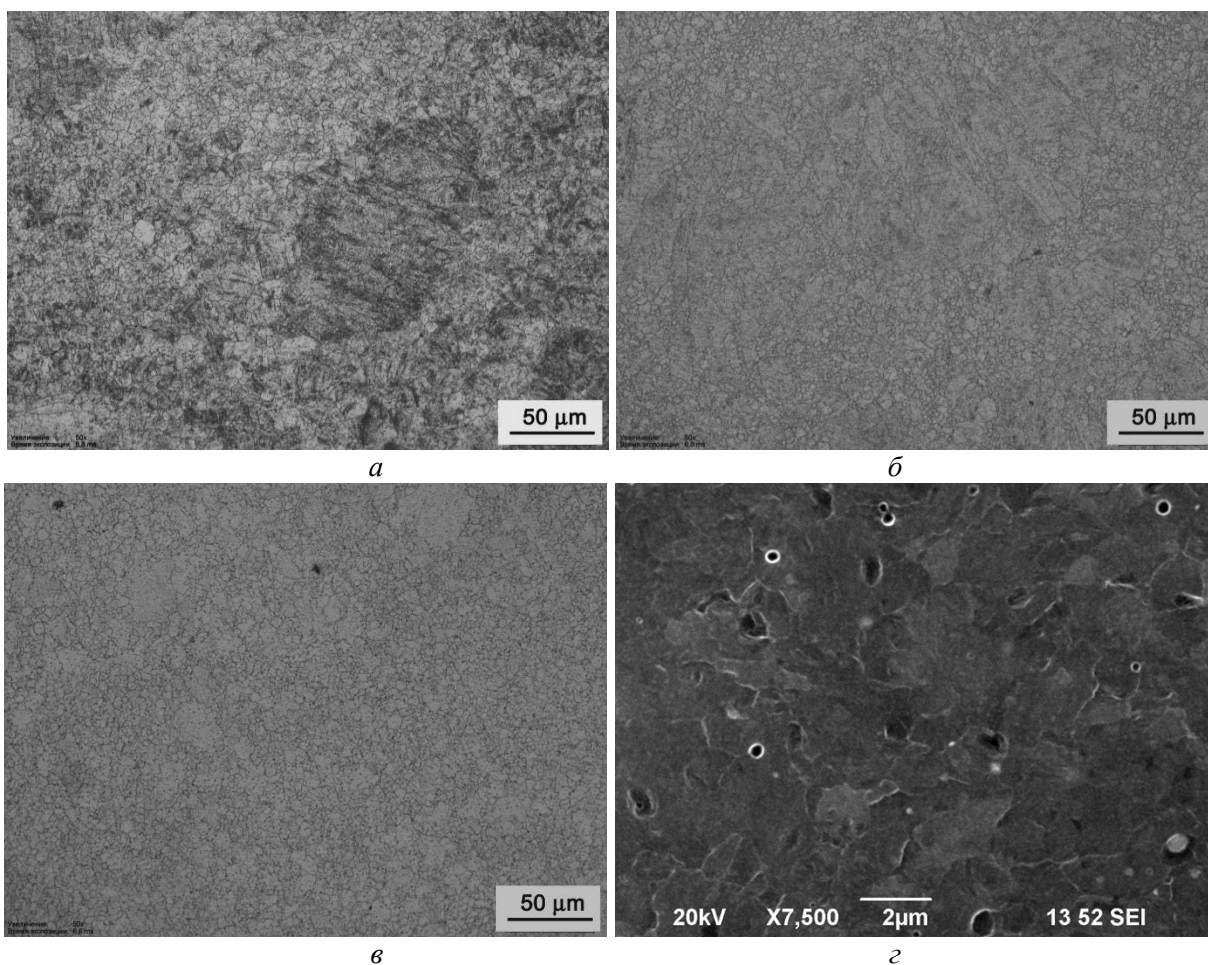


Рис. 2. Структура образцов Mg-1%Zn-0,2%Ca сплавов после РКУП:
a – 2 прохода; *б* – 4 прохода; *в* – 6 проходов; *г* – 8 проходов

Однородная по объему структура была сформирована при числе проходов РКУП, равным 6. Средний размер зерен составил 3,7 мкм (рис. 2, в).

Наименьший средний размер зерна 2 мкм и однородная структура (рис. 2, г) была сформирована при суммарном количестве проходов, равным 8.

Микротвердость гомогенизированного крупнозернистого состояния составила $42,3 \pm 4,8$ Нv. Структурные изменения в процессе РКУП привели к повышению значений микротвердости. Так, после двух проходов РКУП значения микротвердости были повышены до $49,6 \pm 5,6$ Нv, а после 4, 6 и 8 проходов – до $59,5 \pm 5,8$, $63,1 \pm 6,3$ и $69,5 \pm 6,7$ Нv соответственно (рис. 3). Очевидно, что чем больше степень деформации, тем меньше средний размер зерен и тем выше величина микротвердости. Соответственно, наибольших значений микротвердости ($69,5 \pm 6,7$ Нv) было достигнуто при наибольшей степени деформации (7,2) и наименьшем среднем размере зерна (2 мкм).

На рис. 4 приведены диаграммы растяжения исследуемого сплава для различных состояний. Сплав Mg-1%Zn-0,2%Ca в гомогенизированном состоянии обладает большей прочностью (138 МПа), чем чистый магний (35 МПа [14]). В деформированном состоянии его свойства улучшились постепенно, как и ожидалось, с увеличением

степени деформации. Так, после 2 проходов предел прочности составил только 150 МПа, после 4 и 6 проходов достиг значений 205 и 240 МПа, а после 8 проходов РКУП вырос до значения 282 МПа, что в 2 раза больше по сравнению с гомогенизированным состоянием. Также существенно был повышен предел текучести со значений 34 МПа в гомогенизированном состоянии до 205 МПа после деформации методом РКУП с общим числом проходов, равным 8. По полученным результатам можно сделать вывод о влиянии среднего размера зерен на параметры прочности сплава – чем меньше средний размер зерна, тем выше прочностные характеристики. В литературе известны данные о повышении прочностных характеристик магниевых сплавов посредством измельчения среднего размера зерна. Однако по сравнению с известными данными [15] такие высокие значения предела прочности были получены впервые. Из диаграммы растяжения также можно заметить, что после 2 и 4 проходов РКУП наблюдалось снижение относительного удлинения при растяжении. Данный эффект, вероятно, связан с формированием в структуре пакетов вытянутых зерен, которые охрупчивают материал. С увеличением количества проходов пластичность немного увеличивается за счет формирования однородной структуры по всему объему образцов.

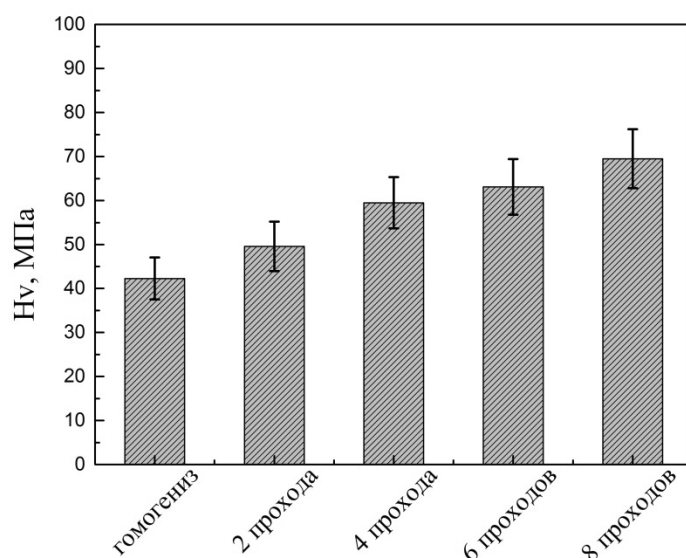


Рис. 3. Микротвердость сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca в гомогенизированном состоянии и подвергнутого РКУП с различным количеством проходов

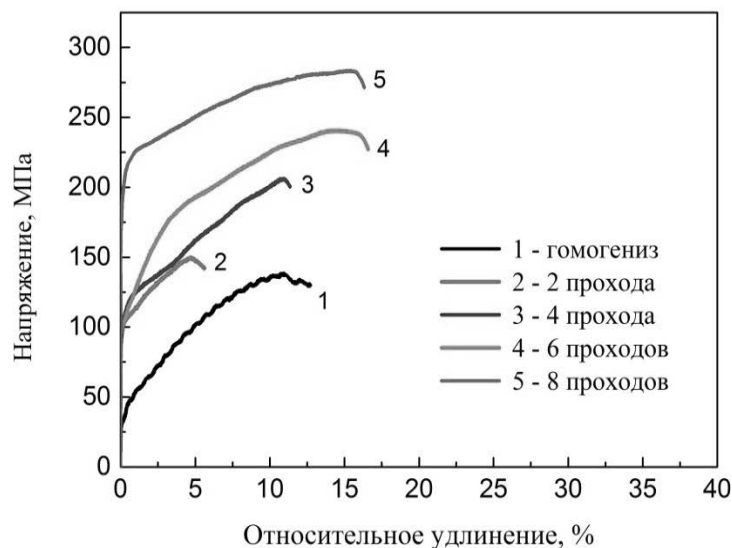


Рис. 4. Механические испытания на растяжение сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca в гомогенизированном состоянии и подвергнутого РКУП с различным количеством проходов

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована микроструктура и механические характеристики сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca, перспективного для применения в качестве биodeградируемых имплантатов в гомогенизированном состоянии и после деформации методом равноканального углового прессования. Показано, что увеличение степени деформации ведет к формированию более однородной структуры с более мелким средним размером зерна. Наименьший средний размер зерна (2 мкм) был достигнут при наибольшей степени деформации (7,2). Полученные при этой деформации структурные параметры обеспечили наибольший прирост прочностных характеристик. Предел прочности составил 282 МПа, что в 2 раза выше по сравнению с гомогенизированным состоянием (138 МПа). Характеристики пластичности при этом не ухудшились. Полученные результаты представляют большой интерес и делают этот сплав перспективным для его использования в качестве материала для изготовления биорезорбируемых имплантатов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Peng T., Xuanyong L. Surface modification of biodegradable magnesium and its alloys for biomedical applications // *Regenerative Biomaterials*. 2015. V. 2, P. 135-151. [T.Peng, L.Xuanyong "Surface modification of biodegradable magnesium and its alloys for biomedical applications", in *Regenerative Biomaterials*, vol. 2, pp. 135-151, 2015.]

2. **Magnesium** and its alloys as orthopedic biomaterials: A review / M. P. Staiger et al. // *Biomaterials*. 2006. V. 27. P. 1728-1734. [M. P. Staiger, et. al, "Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review", in *Biomaterials*, vol. 27, pp. 1728-1734, 2006.]

3. **Biodegradability** engineering of biodegradable Mg alloys: Tailoring the electrochemical properties and microstructure of constituent phases / P. R. Cha et. al. // *Sci. Rep.* 2013. V. 3, № 28. P. 2367-2375. [P. R. Cha, et. al., "Biodegradability engineering of biodegradable Mg alloys: Tailoring the electrochemical properties and microstructure of constituent phases", in *Sci. Rep.*, vol.3, no. 28, pp. 2367-2375, 2013.]

4. **Characterization** and corrosion behaviour of biodegradable Mg-Ca and Mg-Ca-Zn implant alloys / H. R. Bakhsheshi-Rad, et. al. // *Applied Mechanics and Materials*. 2012. V. 121-126, P. 568-572. [H. R. Bakhsheshi-Rad, et. al., "Characterization and corrosion behavior of biodegradable Mg-Ca and Mg-Ca-Zn implant alloys", in *Appl. Mech. Mat.*, vd.121, pp. 568-572, 2012.]

5. **Nowosielski R.** Fabrication and properties of magnesium based alloys Mg-Ca // *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2013. Vol. 61, № 2, pp. 367-374. [R. Nowosielski, "Fabrication and properties of magnesium based alloys Mg-Ca", in *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vd. 61, no. 2, pp. 367-374, 2013.]

6. **Coherent** nanoscale ternary precipitates in crystallized $\text{Ca}_4\text{Mg}_{72}\text{Zn}_{24}$ metallic glass / Y. N. Zhang, et. al. // *Scr. Mater.* 2013. v. 68. № 8, pp. 647-650. [Y. N. Zhang, et. al, "Coherent nanoscale ternary precipitates in crystallized $\text{Ca}_4\text{Mg}_{72}\text{Zn}_{24}$ metallic glass", in *Scr. Mater.*, vol. 68, no. 8, pp. 647-650, 2013.]

7. **Guo Y. B., Salahshoor M.** Biodegradable orthopedic magnesium calcium alloys, processing, and corrosion performance // *Mater.* 2012. v. 5. P. 135-155. [Y. B. Guo, M. Salahshoor, "Biodegradable orthopedic magnesium-calcium alloys, processing, and corrosion performance", in *Mater.*, v. 5, pp. 135-155, 2012.]

8. **Bakhsheshi-Rad H. R.** Mechanical and bio-corrosion properties of quaternary Mg–Ca–Mn–Zn alloys compared with binary Mg–Ca alloys // *Mater. Design*. 2014. V. 53. P. 283–292. [H. R. Bakhsheshi-Rad, "Mechanical and bio-corrosion properties of quaternary Mg–Ca–Mn–Zn alloys compared with binary Mg–Ca alloys", in *Mater. Design*, vol. 53, pp. 283-292, 2014.]

9. **Investigation** of structures in as-cast alloys from the Mg–Zn–Ca system / K. Kubok, et. al. // *Arch. Metal. Mater*. 2013. v. 58, № 2. pp. 329–323. [K. Kubok, et. al. "Investigation of structures in as-cast alloys from the Mg–Zn–Ca system", in *Arch. Metal. Mater*, vol. 58, no. 2, pp. 329-333, 2013.]

10. **Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V.** Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progr. Mat. Sci.* 2000. V. 45, № 2. P. 103–189. [R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", in *Progr. Mat. Sci.*, vol. 45, no. 2, pp. 103-189, 2000.]

11. **Enhancement** of the mechanical properties of an Mg–Zn–Ca alloy using high-pressure torsion / O. B. Kulyasova, et. al. // *Advanced Engineering Materials*. 2015. V. 17, № 12. P. 1–4. [O. B. Kulyasova O.B., et. al. "Enhancement of the mechanical properties of an Mg–Zn–Ca alloy using high-pressure torsion", in *Advanced Engineering Materials*, vol. 17, no. 12, pp. 1-4, 2015.]

12. **Microstructure** development and ductility of ultra-fine grained Mg–Gd alloy prepared by high pressure torsion / J. Cizek, et. al. // *Materials Science Forum*. 2010. Vol. 633–634, pp. 353–363. [J. Cizek, et. al., "Microstructure development and ductility of ultra-fine grained Mg–Gd alloy prepared by high pressure torsion" in *Materials Science Forum*, vol. 633-634, pp. 353-363, 2010.]

13. **Superplastic** behavior of magnesium-based Mg–10 wt % Gd alloy after severe plastic deformation by torsion / O. B. Kulyasova, et. al. // *Physics of Metals and Metallography*. 2006. V. 101, № 6. P. 585–590. [O. B. Kulyasova, et. al. "Superplastic behavior of magnesium-based Mg–10 wt % Gd alloy after severe plastic deformation by torsion", in *Physics of Metals and Metallography*, vol. 101, no. 6, pp. 585-590, 2006.]

14. **Влияние** равноканального углового прессования на структуру и механические свойства магниевых сплавов Mg–Zn–Ca / А. Ю. Виноградов и др. // *Вектор Науки ТГУ*. 2015. Т. 34, № 4. С. 18–24. [А. Ю. Виноградов, et. al. "The influence equal channel angular pressing on the structure and mechanical properties of Mg–Zn–Ca alloy", (in Russian), in *Vector Nauki TGU*, vol. 34, no. 4, pp. 18-24, 2015.]

15. **High-strength low-alloy (HSLA) Mg–Zn–Ca** alloys with excellent biodegradation performance / J. Hofstetter, et. al. // *JOM*. 2014. V. 66. № 4. P. 566–572. [J. Hofstetter, et. al. "High-strength low-alloy (HSLA) Mg–Zn–Ca alloys with excellent biodegradation performance", in *JOM*, vol. 66, no. 4, pp. 566-572, 2014.]

ОБ АВТОРАХ

КУЛЯСОВА Ольга Борисова, ст. науч. сотр. НИИ ФПМ УГАТУ, маг. техн. и технол. (УГАТУ, 2001). Канд. техн. наук по спец. «Металловедение и термическая обр. металлов и сплавов» (2008). Иссл. в обл. структуры и свойств магниевых сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации.

ИСЛАМГАЛИЕВ Ринат Кадыханович, проф. каф. НТ факультета АТС УГАТУ. Физик, препод. (БГУ, 1980). Д-р. физ.-мат. наук по спец. «Физика конденсированного состояния» (ИФМК, 1999). Иссл. в обл. ультрамелкозернистых материалов и их свойств, полученных методами интенсивной пластической деформацией.

METADATA

Title: The influence of the structural changes in the Mg-1%Zn-0,2%Ca alloy, produced by ECAP on its mechanical properties.

Authors: O. B. Kulyasova¹, R. K. Islamgaliev²

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹elokbox@mail.ru, ²rinatis@mail.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 22, no. 3 (81), pp. 24–29, 2018. ISSN 2225–2789 (Online), ISSN 1992–6502 (Print).

Abstract: The structure and mechanical properties of magnesium alloy Mg-1%Zn-0,2%Ca after intensive plastic deformation by the method of equal-channel angular pressing (ECAP) are studied. The microstructure of the alloy after various strains by the ECAP method was studied by optical and scanning electron microscopy. It is established that with increasing of strains, the most homogeneous structure is formed. It is shown that after the strain of 7,2 by the ECAP method, a minimum average grain size of 2 μm is formed. It was found that at this strain the samples are characterized by high microhardness values of 69,5±6,7 Hv. Simultaneously, it was revealed that with increasing of strain, the mechanical properties of the alloy increase. The greatest value of the tensile strength was achieved with the most value of strain and, correspondingly, the smallest average grain size and was equal to 282±9MPa, which is in 2 times higher in comparison with the homogenized state of 138±5 MPa, while maintaining plasticity.

Key words: Magnesium alloy; structure; mechanical properties.

About authors:

KULYASOVA, Olga Borisovna, Senior researcher. Area of expertise is ultrafine-grained microstructure and mechanical properties of magnesium alloys processed by severe plastic deformation.

ISLAMGALIEV, Rinat Kadyhanovich, Professor of the Department of Nanotechnology in the Faculty of Aircraft Technology Systems of Ufa State Aviation Technical University. Physicist, lecturer (Bashkir State University, 1980). Doctor's Degree in Physics and Mathematics in the specialty "Physics of Condensed Matter" (Institute of Physics of Molecules and Crystals, 1999). Research on ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation, and their properties.