

**Константин Евгеньевич Лукашевич^{1*}, Вадим Алексеевич Шереметьев¹,
Эдуард Константинович Александровский¹, Сергей Дмитриевич
Прокошкин¹**

¹НИТУ МИСИС, г. Москва, Россия

*m142659@edu.misis.ru

ГОРЯЧАЯ ТРЕХВАЛКОВАЯ ПРОДОЛЬНАЯ ПРОКАТКА СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb ДЛЯ ОРТОПЕДИЧЕСКИХ ИМПЛАНТАТОВ: МИКРОСТРУКТУРА, ТЕКСТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА

В работе исследовано влияние высокотемпературной термомеханической обработки (ТМО), включающей трёхвалковую продольную прокатку (ПП) сплава Ti-18Zr-15Nb на структурно-фазовое состояние, механические и функциональные свойства, с целью изготовления длинномерных прутковых полуфабрикатов. ПП приводит к формированию динамически полигонизованной субструктуры с вытянутыми в направлении прокатки зёрнами β -фазы. Последующая горячая правка (ГП) растяжением способствует развитию частичной рекристаллизации преимущественно в периферийной части прутка, что приводит к небольшому снижению прочности, однако высокий комплекс механических и функциональных свойств ($\sigma_B = 678$ МПа, $\varepsilon_{r\max} = 3.5\%$, $E = 45$ ГПа) прутков после ПП+ГП делает исследуемый режим ТМО перспективным для производства имплантатов.

Ключевые слова: сверхупругий сплав Ti-Zr-Nb, термомеханическая обработка, трёхвалковая продольная прокатка, механические свойства.

**Konstantin E. Lukashevich, Vadim A. Sheremetyev, Eduard K. Aleksandrovskiy,
Sergey D. Prokoshkin**

HOT 3-ROLL LONGITUDINAL ROLLING OF A SUPERELASTIC Ti-Zr-Nb ALLOY FOR ORTHOPEDIC IMPLANTS: MICROSTRUCTURE, TEXTURE, MECHANICAL AND FUNCTIONAL PROPERTIES

The study investigated the effect of high-temperature thermomechanical treatment (TMT), including longitudinal 3-roll (LR) rolling, on the structural, mechanical, and functional properties of the Ti-18Zr-15Nb alloy, aimed at producing long-length bar stock. After LR, a dynamically polygonized substructure with elongated β -phase grains parallel to the rolling direction was formed. The subsequent hot tension straightening (HTS) resulted in partial recrystallization of the bar's peripheral layers, leading to a slight reduction in strength. However, the high mechanical and functional properties ($UTS = 678$ MPa, $\varepsilon_{r\max}^{se} = 3.5\%$, $E = 45$ GPa) after LR+HTS make the TMT mode promising for implant production.

Keywords: superelastic Ti-Zr-Nb alloy, thermomechanical treatment, 3-roll longitudinal rolling, mechanical properties.

В последние годы метастабильные β -титановые сплавы системы Ti-Zr-Nb, содержащие только биохимически совместимые компоненты, привлекли значительное внимание за счёт биомеханической совместимости, которая обусловлена низким модулем Юнга (40–60 ГПа) и сверхупругим поведением при температуре человеческого тела, что позволяет избежать эффекта "экранирования напряжений" и преждевременного выхода имплантатов из строя [1–4].

В недавних исследованиях показано, что термомеханическая обработка (ТМО), включающая горячую радиально-сдвиговую прокатку и горячую ротационную ковку (РК), эффективна для производства длинномерных прутков, которые демонстрируют высокую сверхупругую обратимую деформацию (около 3,1%), а также превосходную усталостную долговечность в условиях изгиба [5]. Однако многочисленные промежуточные нагревы, сопровождающие РК, приводят к росту зерен из-за статической рекристаллизации и к образованию значительного оксидного слоя на поверхности. Рост зерен приводит к снижению прочности полуфабриката, а окисление поверхности усложняет операцию шлифовки [5, 6]. Кроме того, достижение требуемой прямолинейности прутков Ti-Zr-Nb при помощи РК с использованием холодной правки затруднительно [5].

Для устранения вышеуказанных недостатков операцию РК можно заменить продольной прокаткой (ПП). Трёхвалковые станы ПП фирмы «КОКС» известны как эффективный инструмент для получения длинномерных прутковых полуфабрикатов за счёт высокой скорости процесса, что подтверждается большим количеством работ по моделированию трёхвалковой ПП на традиционных сплавах [7, 8]. Применение горячей правки (ГП) растяжением для устранения остаточной кривизны эффективно для $\beta+\alpha$ титановых сплавов, однако её влияние на механические и функциональные свойства не были изучены [9]. Исходя из вышесказанного, цель данного исследования — проанализировать влияние высокотемпературной термомеханической обработки, в частности комбинации ПП и ГП, на микроструктуру, фазовое состояние, кристаллографическую текстуру, а также механические и функциональные свойства прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-18Zr-15Nb.

Слиток сплава Ti-18Zr-15Nb (ат. %) диаметром 160 мм и массой 20 кг, полученный методом вакуумно-дугового переплава, был деформирован мультиосевой ковкой и РК до диаметра 9,2 мм при 1000 °С и 700 °С соответственно. Горячую ПП проводили в трех последовательных клетях трёхвалкового стана фирмы КОКС с калибровкой «треугольник-треугольник-круг». На первом этапе заготовку диаметром 9,2 мм ($S = 66,4 \text{ мм}^2$) нагревали до 700 °С с помощью электроконтактного метода. После первой клетки (1С) форма поперечного сечения была близка к треугольной ($S = 49,5 \text{ мм}^2$). После второй клетки (2С) площадь поперечного

сечения уменьшилось до 42,0 мм². После третьей клетки (3С) форма поперечного сечения стала почти круглой ($S = 38,6$ мм², $D = 7,0$ мм). Полученные прутки были подвергнуты ГП с нагревом до 700 °С электроконтактным методом и механически обработаны до диаметра 6,7 мм и площади поперечного сечения 35,1 мм².

Влияние ТМО на структурно-фазовое состояние сплава

Рентгеноструктурный анализ показал, что основной фазовой составляющей является ОЦК β -фаза, что соответствует предыдущим исследованиям. Линии вторичных фаз ω , α'' и α на рентгеновских дифрактограммах не обнаружены ни до, ни после ГП. После ПП наблюдается незначительное увеличение ширины линий β -фазы из-за субструктурного упрочнения, которое уменьшается после ГП, отражая снижение количества дефектов кристаллической решётки.

В результате анализа микроструктуры методом световой микроскопии установлено, что после 1С формируется неоднородная структура по поперечному сечению прутка. В центре наблюдаются равноосные зерна размером 16–24 мкм, а на периферии структура с высокой плотностью дефектов и двойников. После 3С структура гетерогенна, с зернами размером 16–20 мкм в центре и 7–10 мкм на периферии. В периферийной части продольного сечения прутка присутствуют мелкие равноосные зерна размером 4–5 мкм, тогда как в центральной части зерна вытянуты вдоль направления прокатки. После ГП структура становится более однородной с зернами размером 7–9 мкм, при этом в центре остаются сильно вытянутые зерна, сформированные в результате ПП.

EBSD-анализ продольных сечений показал, что в результате ПП приповерхностные слои содержат полигонизованную субструктуру, характеризующуюся множеством границ с малоугловыми разориентировками внутри мелких зерен. В центральных зонах преобладает полигонизованная субструктура в пределах крупных удлиненных зерен, а мелкие равноосные зерна наблюдаются лишь на некоторых локализованных участках. После ГП микроструктура в приповерхностных слоях преимущественно рекристаллизованная со средним размером зерна 5–15 мкм. В центральных частях прутка после ГП формируется смешанная микроструктура из динамически полигонизованных и статически рекристаллизованных зерен, а большая часть зерен все еще имеет вытянутую форму в направлении вытяжки. В центральных частях продольного сечения образцов после ПП и ГП ориентация кристаллографической текстуры, параллельной направлению прокатки, соответствует направлению $[011]_{\beta}$. Следует отметить, что интенсивность текстуры $[011]_{\beta}$ в центральных частях образцов после ГП, меньше, чем после ПП.

Влияние ТМО на механические и функциональные свойства сплава

После 1С наблюдается повышенная твердость до 218 HV в поперечном сечении на вершине треугольника и 204 HV в центре образца, что связано с

неоднородным распределением дефектов кристаллической решетки. После 2С твердость снижается до 184 HV, а после 3С вновь увеличивается до 218–223 HV на периферии. После ГП твердость выравнивается до среднего значения 199 HV.

Диаграммы, полученные в ходе испытаний на растяжение, показали, что после 3С сплав имеет модуль Юнга около 45 ГПа и прочность на разрыв $\sigma_{\epsilon} \approx 725$ МПа. Правка приводит к снижению прочностных характеристик ($\sigma_{\epsilon} \approx 678$ МПа) и оказывает минимальное влияние на значение модуля Юнга. Такое снижение прочности можно объяснить частичной рекристаллизацией и уменьшением плотности дефектов решетки.

Циклические испытания на растяжение проводили по схеме «деформация на 1%–разгрузка» с увеличением деформации в последующем цикле на 1%. Установлено, что сплав после ПП и ГП демонстрирует превосходную сверхупругость, с характерной «петлей» сверхупругого формовосстановления. Оба состояния сплава демонстрируют схожие изменения функциональных свойств в ходе механоциклирования. Полная и сверхупругая обратимые деформации достигают своих максимальных значений при наведенной деформации 11 %. Среднее максимальное значение сверхупругой обратимой деформации ϵ_r^{se} после прокатки и правки составляет 3,5–3,6 %.

Заключение

Горячая продольная прокатка в трехвалковом калибре приводит к образованию в сплаве Ti-18Zr-15Nb (ат. %) сильнодеформированной динамически полигонизованной субструктуры β -фазы в периферийных участках поперечного сечения прутка. В центральной части прутка наблюдается динамически полигонизованная субструктура с сильно вытянутыми зернами β -фазы и кристаллографической текстурой, близкой к благоприятному направлению $[011]_{\beta}$. В этом структурном состоянии сплав демонстрирует рекордный комплекс механических и функциональных свойств для исследуемого сплава: высокую прочность ($\sigma_{\epsilon} = 725$ МПа) и пластичность ($\delta = 15,2\%$), низкий модуль Юнга ($E = 45$ ГПа) и высокую сверхупругую обратимую деформацию ($\epsilon_r^{se} = 3,6\%$). Последующая кратковременная горячая правка растяжением с электроконтактным нагревом при температуре 700 °С, обеспечивающая требуемую размерную и геометрическую точность длинномерных прутковых полуфабрикатов, приводит к частичной статической рекристаллизации и образованию зерен размером до 10 мкм. В этом структурном состоянии наблюдается незначительное снижение прочности ($\sigma_{\epsilon} = 678$ МПа) без изменения других функциональных свойств сплава.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00776, <https://rscf.ru/project/24-29-00776/>. Авторы работы выражают благодарность Браиловскому В., Васильеву К. и Комарову Р за помощь в выполнении работы.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ / REFERENCES

1. Chen L. Y. Recent Development in Beta Titanium Alloys for Biomedical Applications / L.Y. Chen, Y. W. Cui, L. C. Zhang // *Metals* (Basel). 2020. V. 10. P. 1139. <https://doi.org/10.3390/met10091139>.
2. Kim K. M. Effect of Zr Content on Phase Stability, Deformation Behavior, and Young's Modulus in Ti–Nb–Zr Alloys / K.M. Kim, H.Y. Kim, S. Miyazaki // *Materials*. 2020. V. 13. P. 476. <https://doi.org/10.3390/met10091139>.
3. Huiskes R. The Relationship Between Stress Shielding and Bone Resorption Around Total Hip Stems and the Effects of Flexible Materials / R. Huiskes R, H. Weinans, B. Rietbergen // *Clin Orthop Relat Res*. 1992. V. 274. P. 124–134. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/1728998/>.
4. Qu Y. Ti-24Nb-4Zr-8Sn Alloy Pedicle Screw Improves Internal Vertebral Fixation by Reducing Stress-Shielding Effects in a Porcine Model / Qu Y [et al] // *Biomed Res Int*. 2018. P. 8639648. <https://doi.org/10.1155/2018/8639648>.
5. Sheremetyev V.A. Optimization of a Thermomechanical Treatment of Superelastic Ti-Zr-Nb Alloys for the Production of Bar Stock for Orthopedic Implants / V.A. Sheremetyev et. al. // *J. Alloys Compd*. V. 928. P. 167143. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.167143>.
6. Kudryashova A. Effect of a combined thermomechanical treatment on the microstructure, texture and superelastic properties of Ti-18Zr-14Nb alloy for orthopedic implants / A. Kudryashova et. al. // *J. Alloys Compd*. V. 843. P. 156066. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156066>.
7. Pesin A. Finite Element Analysis of Symmetric and Asymmetric Three-roll Rolling Process / A. Pesin, M. Chukin, D. Pustovoytov // *MATEC Web of Conferences*. 2015. V. 26. P. 3006. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20152603006>.
8. Gavze, A.L. Improvement of the High-Temperature Thermomechanical Treatment of Rolled Bars from Titanium Alloy VT3-1 / A.L. Gavze, Y.P. Korostelev // *Metal Science and Heat Treatment*. 2002. – V. 44. P. 348–350. <https://doi.org/10.1023/A:1021280509776>.
9. HOT STRAIGHTENING BY STRETCHING OF HIGH-TENSILE TITANIUM ALLOY TREATED IN FIELD OF ALPHA/BETA PHASES: pat. 2538467 RU: C22F 1/18, B21D 1/00, B21D 3/12 / BRAJAN,Dehvid,Dzh; Proprietor: EhjTiAj PROPERTIZ, INK № 2013108814/02,; apl. 14.07.2011; pub. 10.01.2015, Bull. № 25. 28 p.