PACS: 61.72.Mm, 81.40.Lm

И.И. Папиров, В.С. Шокуров, А.И. Пикалов, С.В. Сивцов, В.А. Шкуропатенко

УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ МАГНИЕВЫЙ СПЛАВ И ТАНТАЛ, ПОЛУЧЕННЫЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина E-mail: papirov@kipt.kharkov.ua

Методами интенсивной программированной деформации получены заготовки ультрамелкозернистых магниевого сплава (размер зерен 0.5–1 µm) и тантала (размер зерен 3–5 µm). Показано, что такие материалы обладают повышенными механическими характеристиками: сплав магния — предел прочности 330 MPa, относительное удлинение 20%; тантал — соответственно ~ 600 MPa и 30–35%.

Введение

В настоящее время для лечения и профилактики инфаркта миокарда широко применяется установка коронарных стентов [1]. К стентам предъявляются достаточно высокие требования: высокая гибкость (для легкого продвижения по кровеносной системе к месту установки), высокая пластичность (для обеспечения возможности увеличения диаметра стента до необходимого размера в месте установки), высокие прочность и жесткость (для обеспечения радиальной устойчивости в процессе эксплуатации), высокая рентгеноконтрастность (для хорошей видимости в антиографе и ретгеновском томографе), биосовместимость с организмом (для предотвращения возможных реакций отторжения стента).

Стенты могут быть изготовлены из нержавеющей стали, сплавов кобальта, никеля, титана, тантала, магния и др. Как конструкционная основа коронарных стентов каждый из перечисленных материалов имеет свои преимущества и недостатки. Тантал — один из немногих материалов, приемлемых для решения проблем биосовместимости и рентгеноконтрастности стентов, однако механические характеристики этого материала не удовлетворяют техническим условиям, предъявляемым к таким устройствам. Низкие прочность и пластичность сплавов магния также сдерживают применение этого металла в качестве основы современных биорастворимых стентов [2].

Целью данной работы является получение ультрамелкозернистых магниевого сплава и тантала с повышенными прочностными и пластическими характеристиками для их использования в качестве материала медицинских стентов.

Магниевый сплав

Исходный сплав WE-43 из группы магний-иттрий-редкоземельные металлы (иттрий – 3.7%, P3M – 2.8%, примеси (Cu, Ag, Si, Zr и др.) – до 1.5%, остаток – магний) имеет следующие механические свойства при растяжении: предел текучести – 195 MPa, предел прочности – 276 MPa, удлинение до разрушения – 16%. Средний размер зерна равен 10 μ m.

Известно, что прочность и пластичность металла резко повышаются при уменьшении размера его зерна. Отношения между пределом прочности σ_b и размером зерна d определены уравнением Петча—Стро:

$$\sigma_b = \sigma_{0b} + \kappa_b d^{-1/2},$$

где σ_{0b} и κ_b – постоянные материала.

Ранее И.И. Папиров и Г.Ф. Тихинский предложили два метода получения ультрамелкозернистого бериллия: программированной разнонаправленной деформации [3] и интенсивной пластической деформации [4].

Эти методы измельчения зерна мы использовали для магниевого сплава: программированную пластическую деформацию по схеме чередования выдавливания и осадки исходной заготовки при постепенно понижающейся температуре деформации и интенсивную деформацию с использованием равноканальной угловой пресс-формы. После 5 циклов выдавливания и осадки при температуре 350— 380° С размеры зерен в разных зонах заготовки магниевого сплава составляют 1—10 µm. При этом прочность такого материала в деформированном состоянии превышает 300 MPa, а пластичность резко понижается (удлинение $\delta = 7\%$). Лучшие результаты были получены после циклической деформации магниевого сплава в равноканальной угловой пресс-форме (рис. 1, 2). С увеличением количества циклов равноканальной угловой деформации заметно измельчается средний размер зерна (до 0.5—1 µm). При этом происходит рост прочностных (на 25%) и пластических (на 25%) характеристик по сравнению с исходным материалом (табл. 1).

Тантал

Из исходного крупнозернистого слитка тантала чистотой > 99.9% вырезали цилиндрические заготовки диаметром Ø 28.5 mm и длиной 67 mm. Образцы деформировали путем чередующихся выдавливания и осадки при температурах в области $800-700^{\circ}$ C. Во избежание образования микротрещин заготовки подвергали вакуумному рекристаллизационному отжигу, температуру которого на разных стадиях деформации варьировали в области $950-800^{\circ}$ C. После нескольких циклов осадки—выдавливания заготовки тантала

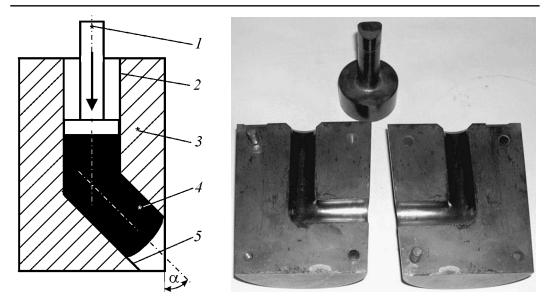


Рис. 1. Схема деформации при равноканальном угловом (угол $\alpha = 45$ –90°) выдавливании: I – плунжер, 2 – входной канал, 3 – пресс-форма, 4 – деформируемый образец, 5 – выходной канал

Рис. 2. Пресс-форма для углового выдавливания

Таблица 1 Механические свойства магниевого сплава исходного и после равноканального углового выдавливания

Метод обработки	Количест-	σ_b ,	- MDa	δ, %	Размер
метод оораоотки	во циклов	MPa	σ_y , MPa	0, 70	зерна, µт
Исходный, промышленный	_	265	195	16	7–15
Равноканальное угловое выдавливание:					
исходный, деформированный	4	301	265	11	_
отжиг: 250°C, 1 h	_	290	230	16	3–4
360°C, 1 h	_	270	200	18	3–4
400°C, 1.5 h	-	245	171	21	3–5
исходный, деформированный	8	327	305	9	_
отжиг: 250°C, 1 h	_	285	236	21	2–3
исходный, деформированный	12	340	291	12	_
отжиг: 310°C, 1 h	_	330	270	20	0.5-1
360°C, 1 h	_	298	253	25	0.5–1

подвергали экструзии с \varnothing 40 mm до \varnothing 8 mm (в три приема), а затем последовательно — волочению до \varnothing 6 mm, прокатке на ручьевых валках до \varnothing 4 mm и финишному волочению до \varnothing 0.72 mm (с деформациями от 50 до 75% за цикл между промежуточными отжигами). Указанные операции выполняли при комнатной температуре с использованием очехлованных заготовок.

При исследовании механических свойств полученного мелкозернистого тантала было обнаружено его сильное деформационное упрочнение в наклепанном состоянии. В этом состоянии предел текучести тантала составляет

920 МРа, предел прочности – 980–990 МРа, а относительное удлинение – 1–3%. Рекристаллизационный отжиг понижает предел текучести до 290 МРа, предел прочности – до 530 МРа и повышает относительное удлинение до 26–30%. В табл. 2 приведены механические свойства мелкозернистого тантала, полученные на плоских стандартных образцах с базой 10 mm, в зависимости от температуры и продолжительности рекристаллизационных отжигов. Наилучшее сочетание прочностных и пластических свойств тантала получено после отжига при температуре 820°C, длительностью 6 h и температуре 870°C, длительностью 1.5 h.

Таблица 2 Изменение механических свойств тантала в зависимости от режимов рекристаллизационных отжигов

Температура	Продолжи-	Предел текучести	Относительное удлине-	
отжига, °С	тельность, h	MPa		ние, % (на базе 50 mm)
800	1	309	613	25.5
820	1.5	435	677	17.0
820	3	275	550	25.5
820	6	292	597	29.6
870	1.5	287	531	28.5
900	1	261	486	24.5
950	1	263	461	30.1

Таким образом, был получен мелкозернистый (средний размер зерна 3–5 µm) тантал с прочностью около 600 MPa и относительным удлинением, приближающимся к 30% (на образцах с базой 30 mm удлинение достигает 35%). Такой тантал полностью удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалам стентов.

Выводы

- 1. Получены ультрамелкозернистые магниевый сплав (размер зерен 0.5–1 µm) и тантал (размер зерен 3–5 µm) путем использования методов интенсивной программированной термомеханической обработки.
- 2. Ультрамелкозернистые материалы обладают улучшенными механическими характеристиками и могут быть использованы в качестве материалов коронарных стентов.
- 1. *Handbook* of coronary stents, P.W. Serrugs, V.Y. Kutzuk, M. Dunitz (eds.), Thorax Center Group, London (1998).
- 2. B. Heublein, R. Rohdee et al., Heart (British Cardiac Society) 89, 651 (2003).
- 3. И.И. Папиров, Г.Ф. Тихинский, ФММ 29, 1057 (1970).
- 4. *И.И. Папиров, Г.Ф. Тихинский*, Пластическая деформация бериллия, Атоиздат, Москва (1973).

І.І. Папіров, В.С. Шокуров, А.І. Пікалов, С.В. Сивцов, В.А. Шкуропатенко

УЛЬТРАДРІБНОЗЕРНИСТІ МАГНІЄВІ СПЛАВИ І ТАНТАЛ, ОТРИМАНІ ІНТЕНСИВНОЮ ПЛАСТИЧНОЮ ДЕФОРМАЦІЄЮ

Методами інтенсивної програмованої деформації отримано заготовки ультрадрібнозернистих магнієвого сплаву (розмір зерен $0.5-1~\mu m$) і танталу (розмір зерен $3-5~\mu m$). Показано, що такі матеріали мають підвищені механічні характеристики: сплав магнію — границя міцності 330 MPa, відносне подовження 20%; тантал — відповідно $\sim 600~\text{MPa}$ та 30-35%.

I.I. Papirov, V.S. Shokurov, A.I. Pikalov, S.V. Sivtsov, V.A. Shkuropatenko

ULTRAFINE-GRAINED MAGNESIUM ALLOY AND TANTALUM PRODUCED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Ultrafine-grained preforms of magnesium alloys (grain size $0.5-1~\mu m$) and tantalum (grain size $3-5~\mu m$) have been produced by methods of programmed severe deformation. It shown that such materials have improved mechanical characteristics: magnesium alloy – strength 330 MPa, elongation 20%; tantalum – \sim 600 MPa and 30–35%, respectively.

Fig. 1. Deformation scheme for equal-channel angular (angle $\alpha = 45-90^{\circ}$) extrusion: I - ram, 2 - input channel, 3 - mould, 4 - deformed specimen, 5 - output channel

Fig. 2. A mould for angular extrusion