

# ULTRAFEIN STRUKTURIERTE METALLISCHE MATERIALIEN DURCH HOCHGRADIGE PLASTISCHE VERFORMUNG

10. nanoNET-meeting

3.3.2017, TFZ Wr. Neustadt

Dr. Bernhard Mingler – Senior Scientist



# AIT AUSTRIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY

AIT Austrian Institute of Technology

Seibersdorf  
Labor GmbH

Nuclear  
Engineering  
Seibersdorf  
GmbH

Energy

Health &  
Bioresources

Digital Safety &  
Security

Vision, Automation &  
Control

Mobility Systems

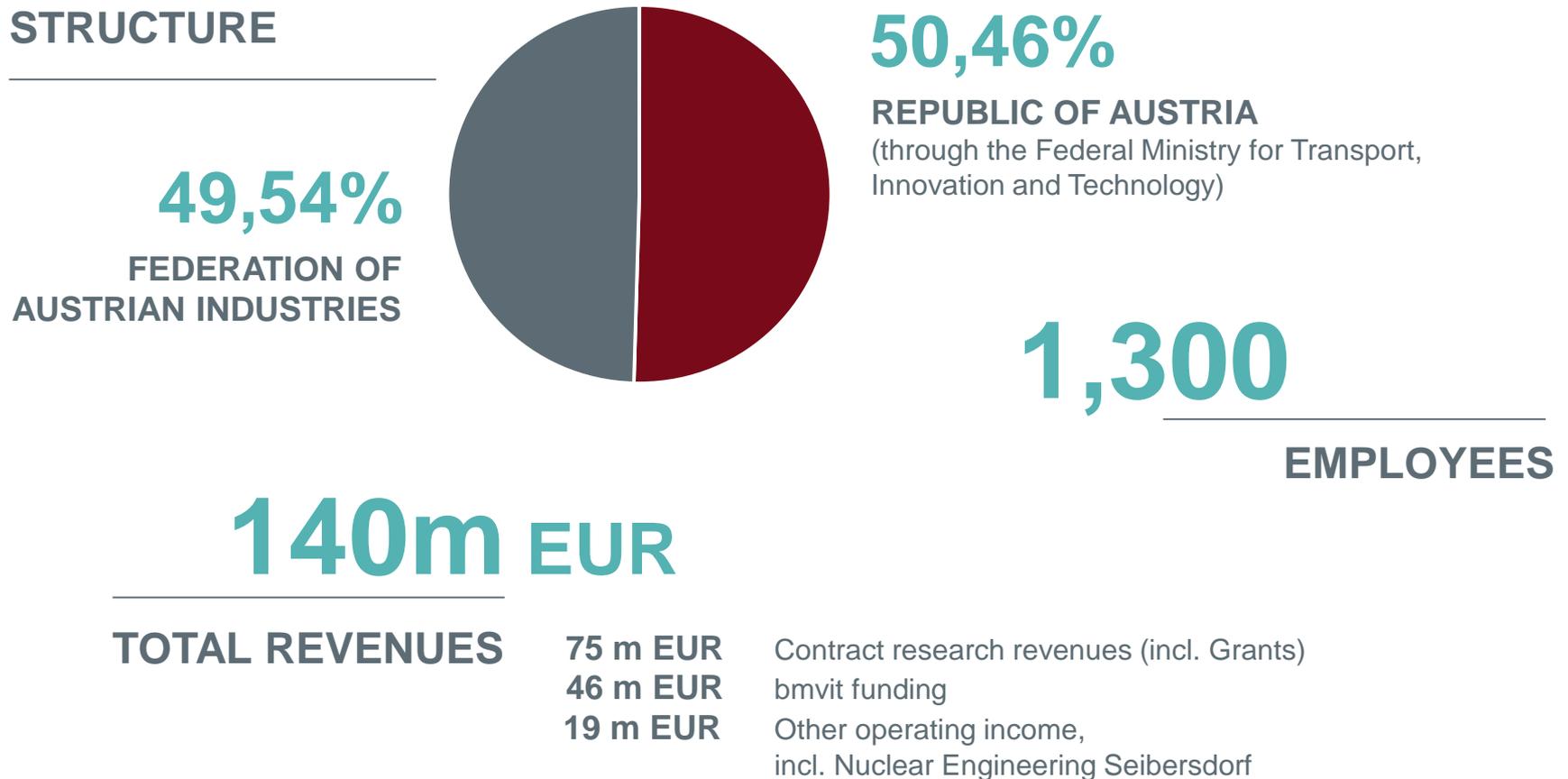
Low-Emission  
Transport

Technology  
Experience

Innovation Systems &  
Policy

# AIT AUSTRIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY

## OWNERSHIP STRUCTURE



**49,54%**

FEDERATION OF  
AUSTRIAN INDUSTRIES

**50,46%**

REPUBLIC OF AUSTRIA  
(through the Federal Ministry for Transport,  
Innovation and Technology)

**1,300**

EMPLOYEES

**140m EUR**

TOTAL REVENUES

75 m EUR  
46 m EUR  
19 m EUR

Contract research revenues (incl. Grants)  
bmvit funding  
Other operating income,  
incl. Nuclear Engineering Seibersdorf

# CENTER FOR HEALTH & BIORESOURCES

**130** EMPLOYEES

**4** BUSINESS UNITS

// Biomedical Systems  
 (certified according ISO 13485 since 2007)

// Bioresources

// Digital Health Information Systems

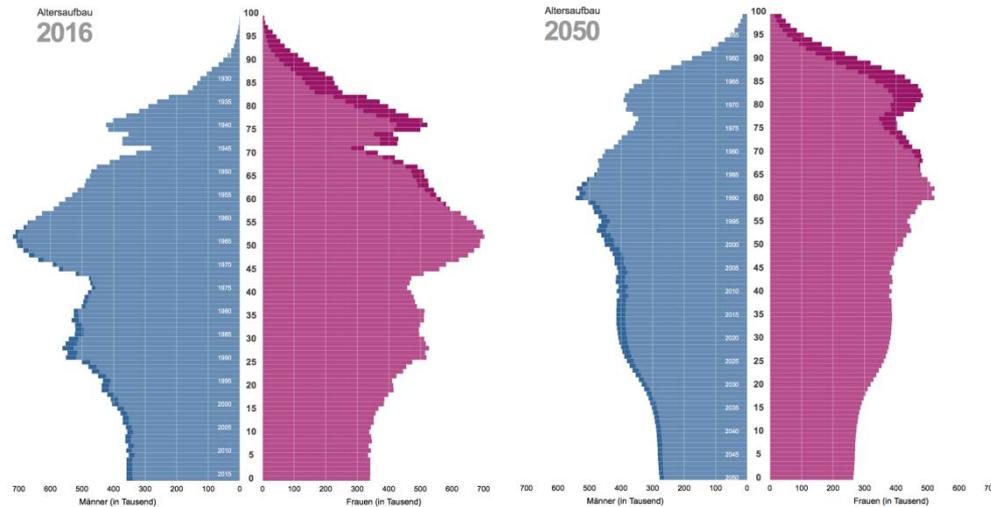
// Molecular Diagnostics

## BIOMEDICAL SYSTEMS Wiener Neustadt



|                                      |         |
|--------------------------------------|---------|
| Employees:                           | 49      |
| PhD and Diploma/Master Students:     | 25      |
| Papers in peer reviewed journals 15: | 27      |
| Impact factor (IF) 15:               | 94,5    |
| Patents 2015 (filed + accepted):     | 12 + 10 |
| Contract research/Licence fees 15:   | 1.36 M€ |
| Income from funded projects 15:      | 2.63 M€ |
| Governmental funding 15:             | 2.70 M€ |

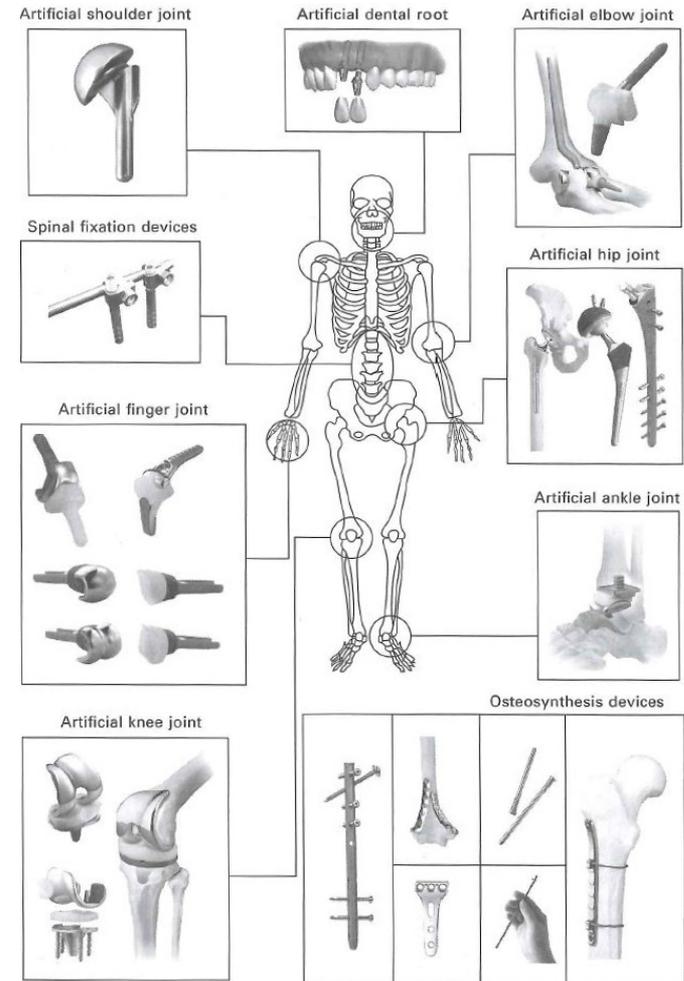
# AUSGANGSSITUATION FÜR ADVANCED IMPLANT SOLUTIONS



Bevölkerungsentwicklung Deutschland, Quelle: www.destatis.de

Alternde Gesellschaft, neue Sportarten, Bewegungsarmut, Übergewicht, Allergien, ...

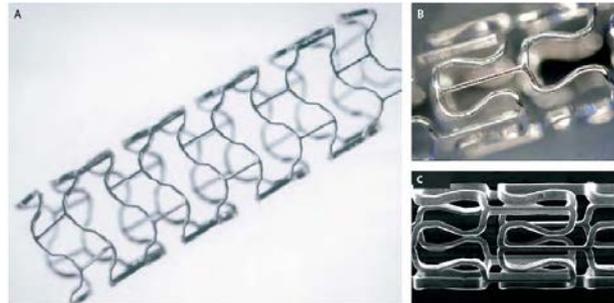
→ steigender Bedarf an Implantaten sowie Innovationen



[Aus „Metals for biomedical devices“, Ed.: M. Niinomi, Woodhead Publishing Limited 2010]

# Forschungsschwerpunkte Advanced Implant Solutions

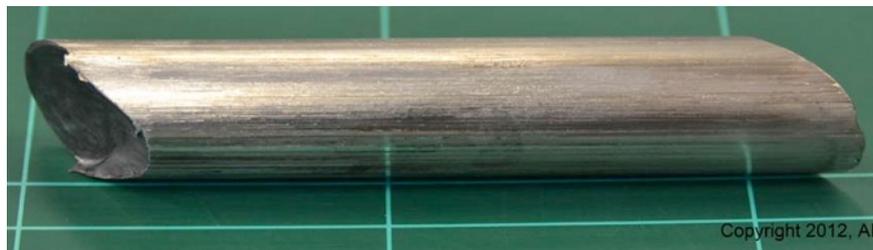
- Entwicklung und Optimierung biodegradierbarer Metalle



- Optimierung permanenter metallischer Implantatwerkstoffe



- ECAP-Prozesstechnologie



Copyright 2012, AIT

# Equal Channel Angular Pressing (ECAP) – das Prinzip

Der Werkstoff wird gepresst

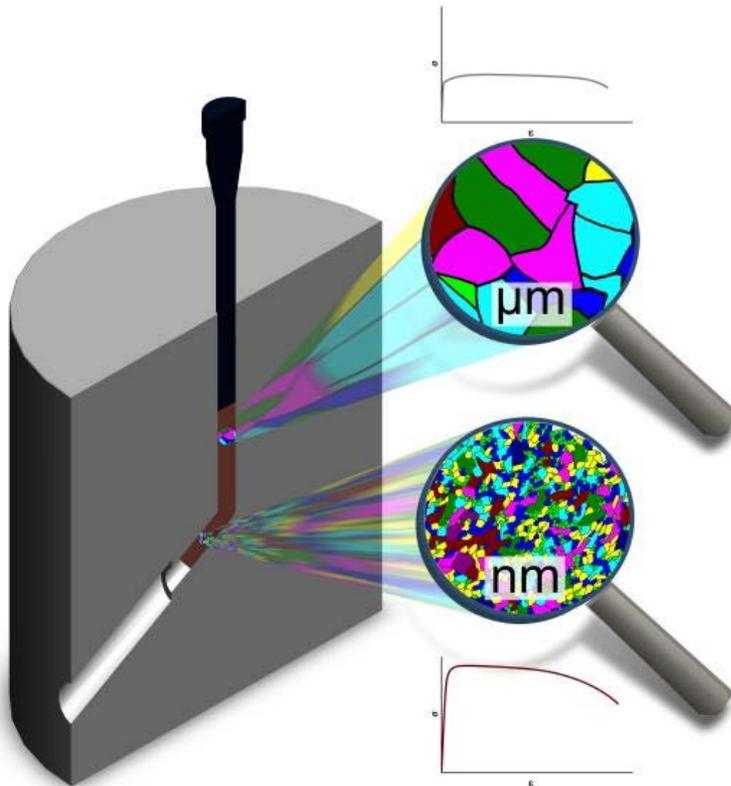
- durch ein Werkzeug bestehend aus
  - zwei Kanälen
  - gleichen Querschnittes
  - die sich unter einem definierten Winkel treffen
- unter **hohem hydrostatischem Druck**
- **ohne Querschnitts-Änderung** der Proben.

Diese Fakten erlauben:

- Umformung selbst von schwer verformbaren oder spröden Materialien (Ti, Mg)
- wiederholte Verarbeitung mit gleichem Werkzeug
- **extrem große plastische Verformungen** (~100% pro Durchgang)

Und dadurch

- Bildung einer **ultrafeinen Struktur** in
- **massiven** metallischen Werkstoffen



Schematische Darstellung des ECAP-Prozesses

## ECAP-Anlage am AIT Austrian Institute of Technology

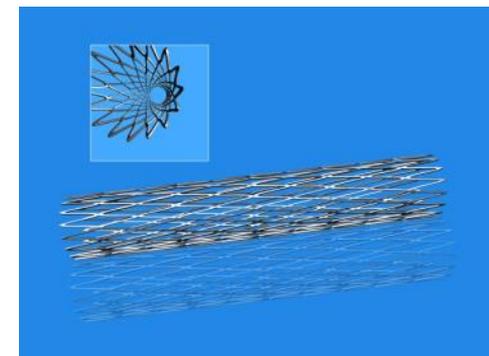


ECAP-Anlage am Standort Wr. Neustadt

- Seit 1.9.2011 in Wr. Neustadt im Betrieb
- Technische Daten:
  - 120°, 105°, und 90° Werkzeuge
  - für runde Bolzen
    - mit Durchmesser 12 bis 40 mm
    - Länge bis zu 120 mm
  - Presskraft bis zu 70 Tonnen
  - Prozess-Temperatur:
    - Werkzeug bis zu 500°C,
    - Werkstück bis 900°C;
  - Pressgeschwindigkeit < 20 mm/s
  - Monitoring aller Prozessparameter  
→ Erzielung einer sehr hohen Reproduzierbarkeit
  - Manueller oder automatisierter Betrieb
  - Patente

## Weiterverarbeitung nach ECAP

- Mechanische Eigenschaften von metallischen Materialien können durch ECAP deutlich gesteigert werden
- Nach ECAP haben die Werkstücke zylindrische Form
- Daher können die ECAP Bolzen weiter verarbeitet werden um die gewünschte Form des Halbzeuges bzw die Endform zu erhalten
- Dies kann erfolgen durch:
  - Spanende Formgebung (Fräsen, Drehen, ...)
  - Umformprozesse (Schmieden, Strangpressen, Walzen, ...)

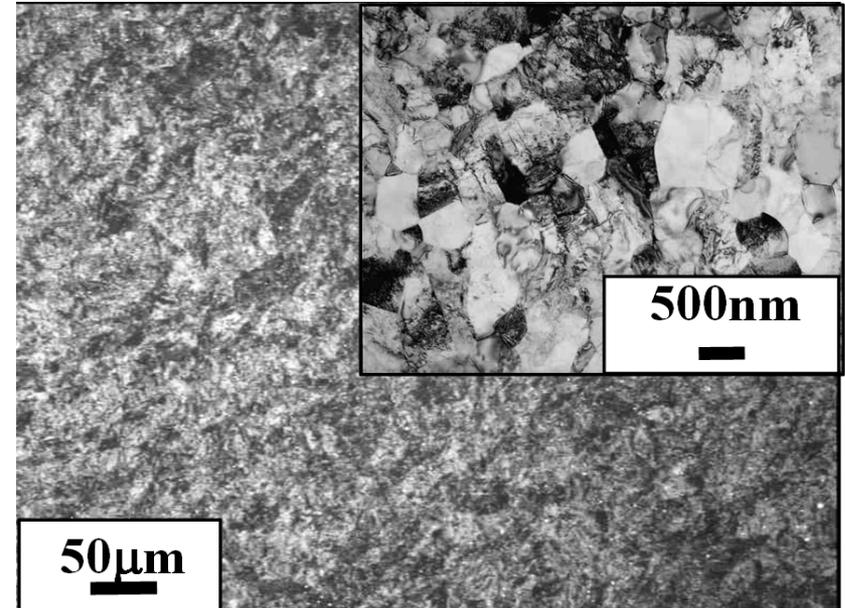
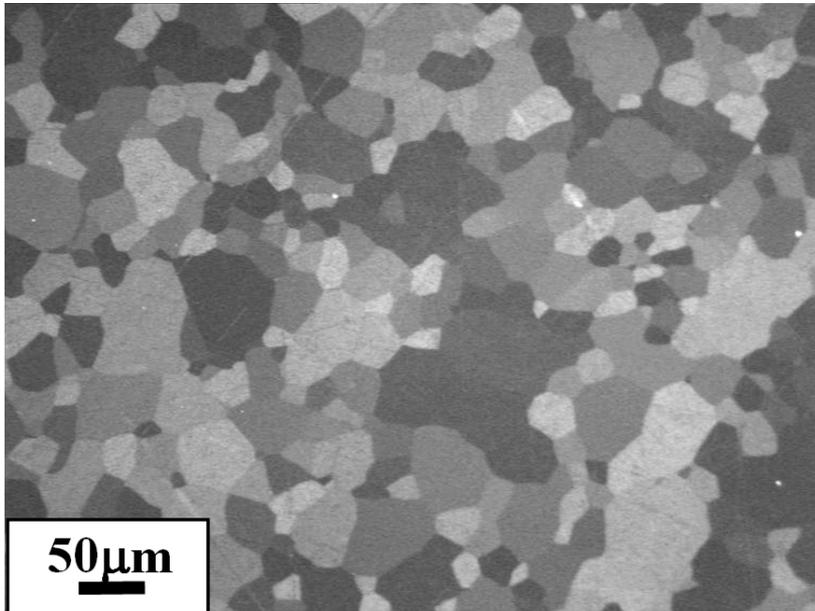


# REIN-TITAN UND TITAN LEGIERUNGEN

Nanostrukturierte Kornstrukturen durch ECAP und Auswirkungen auf die Eigenschaften

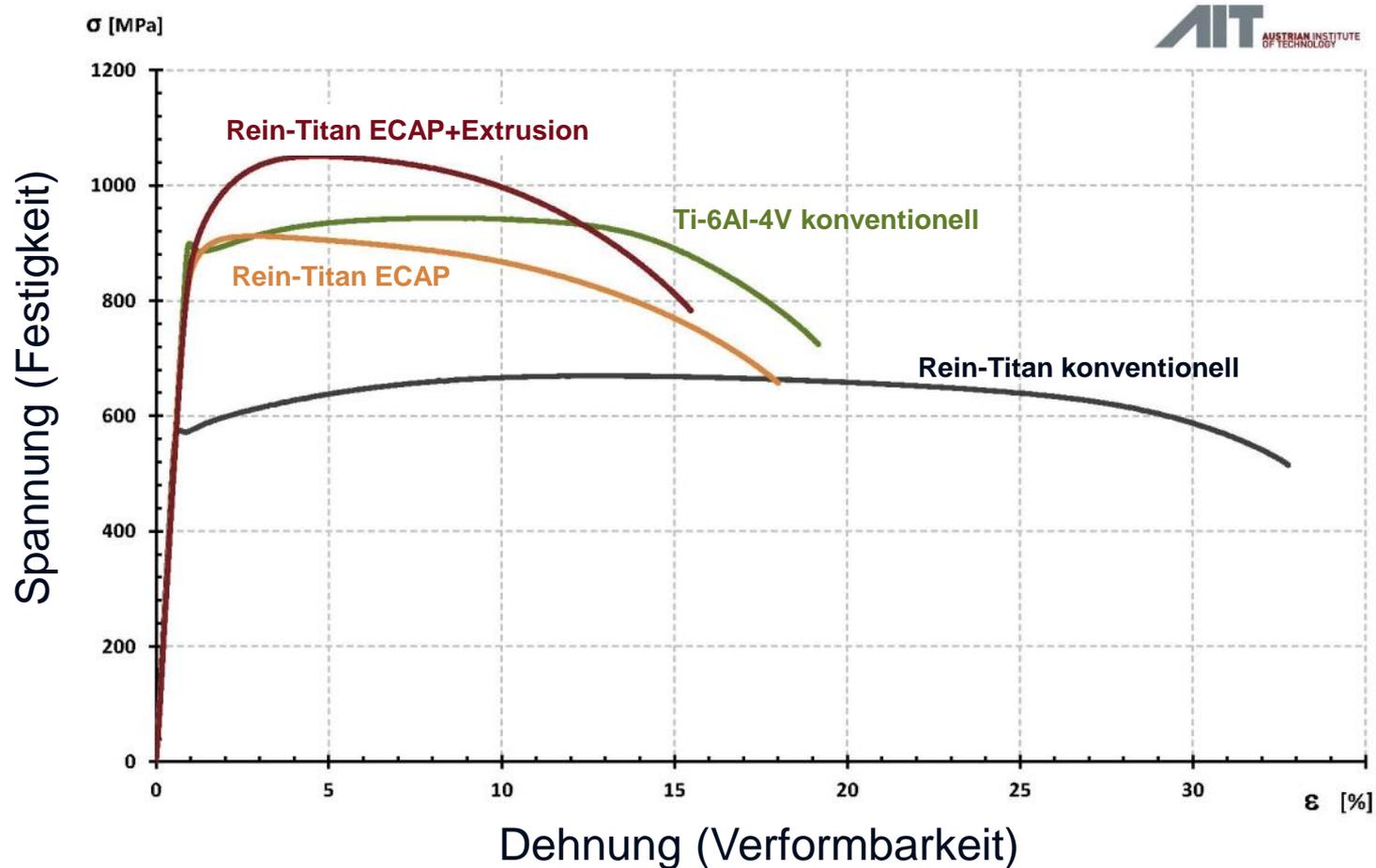


## Kornfeinung durch ECAP: Reines Titan (CP-Ti)

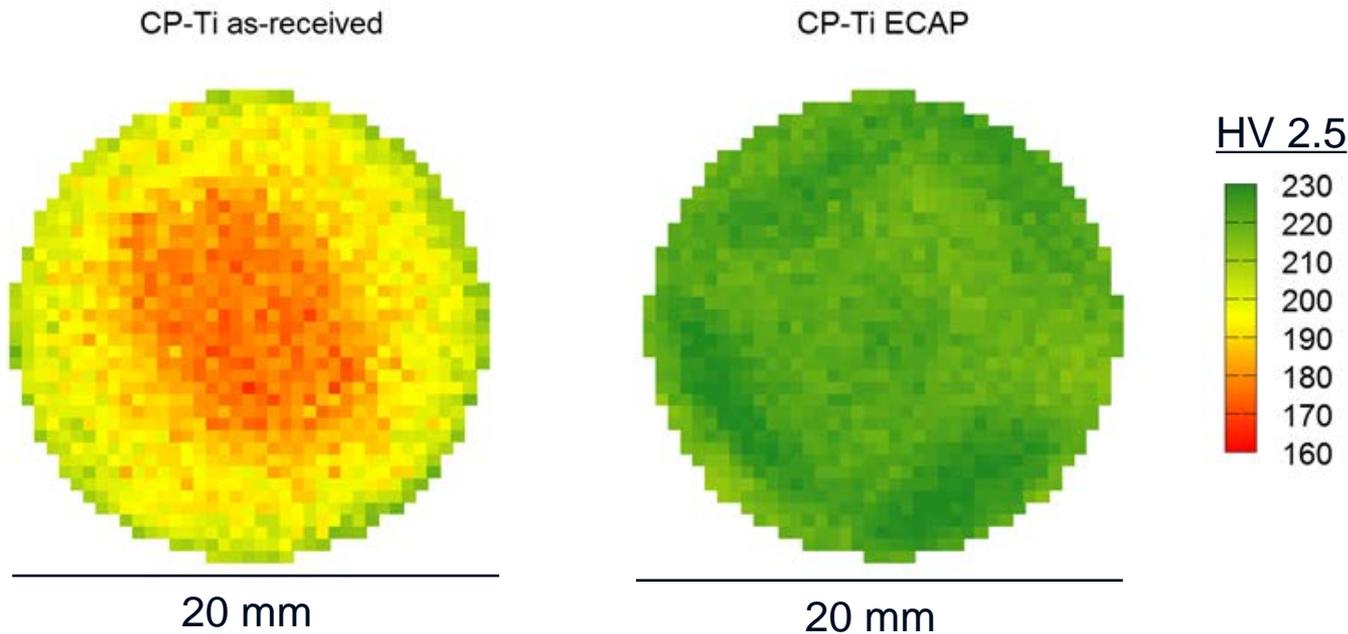


- Änderung der Struktur beim ECAP von cp-Ti (commercially pure titanium) von Ausgangskorngröße 50  $\mu\text{m}$  (links, lichtmikroskopische Aufnahme) zu einer Nanostruktur mit mittlerer Korngröße <500 nm (rechts, Lichtmikroskopie und TEM im Insert)

# ECAP Rein-Titan (Grade 4) im Vergleich mit Ti-6Al-4V ELI

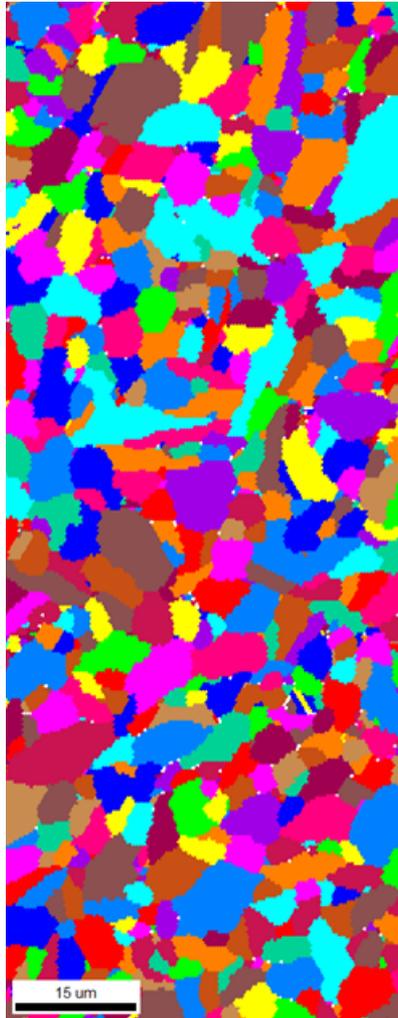


# ECAP CP-Ti: Homogenität der Mikrostruktur

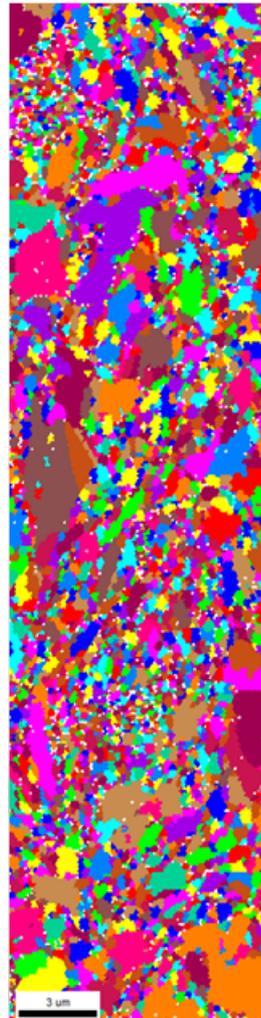


Nach ECAP ist die Mikrostruktur die Härteverteilung betreffend deutlich homogener als im Ausgangszustand. Eine homogen große Härte ist nach ECAP über die gesamte Querschnittsfläche gegeben.

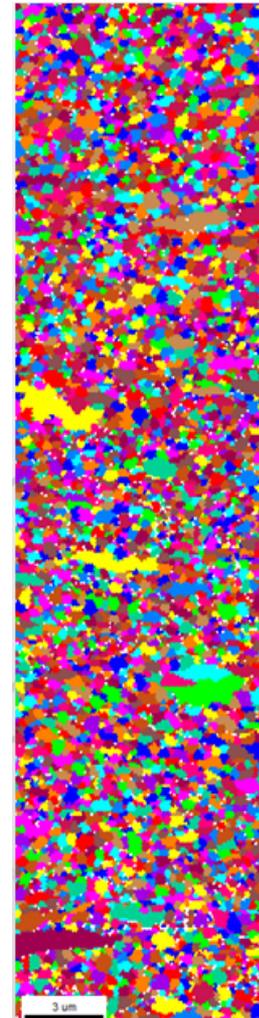
# Kornfeinung durch ECAP: Ti-6Al-4V



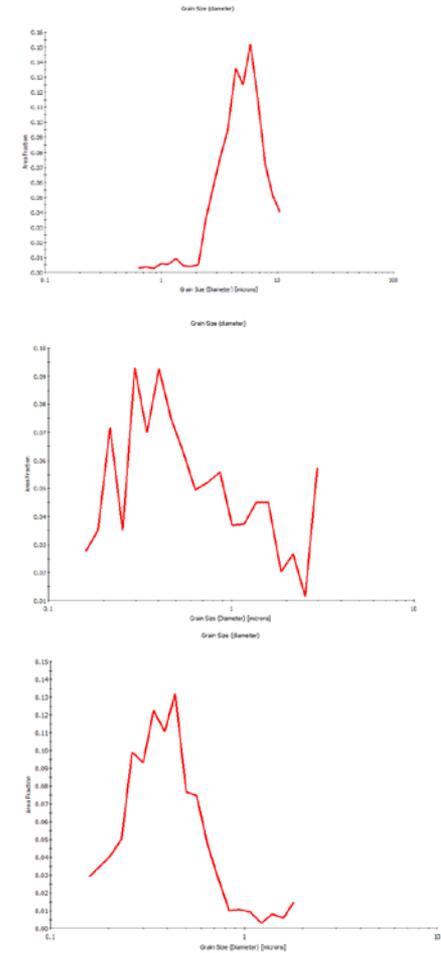
Ausgangszustand



nach ECAP



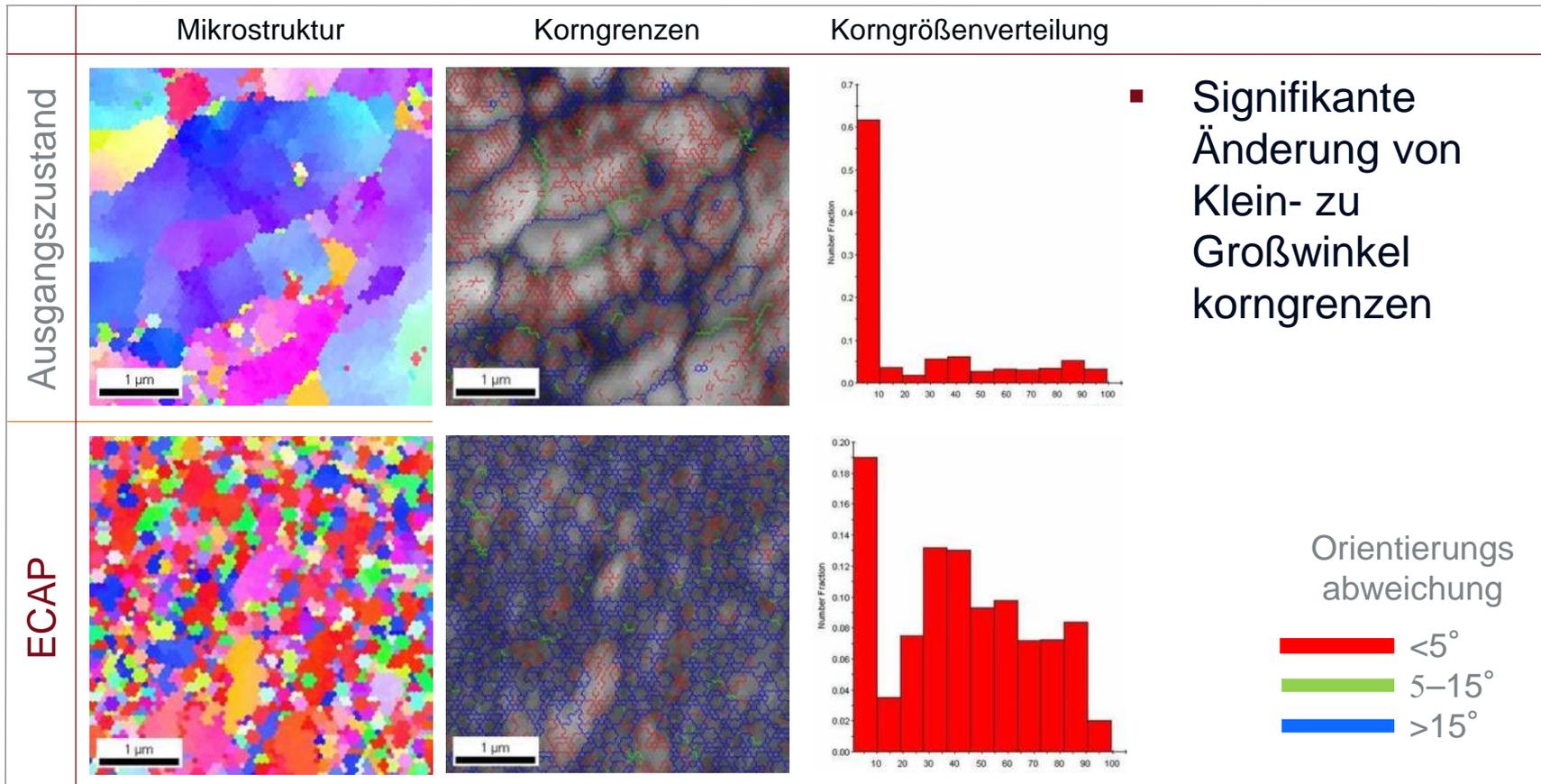
nach ECAP +  
konv. Nachverformung



Korngrößenverteilungen

# Modifikation der Korngrenzen durch ECAP

## ■ Ti64



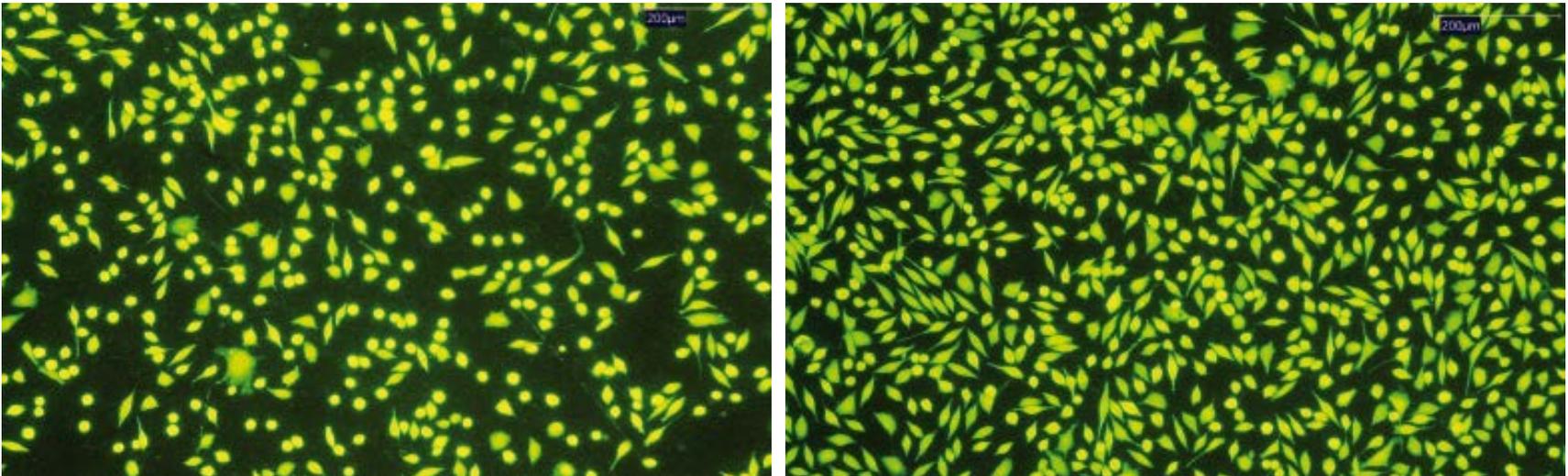
## Tieftemperatur Superplastizität

- Feine Mikrostruktur von Ti-6Al-4V nach ECAP ist die Voraussetzung für Superplastizität bei niedrigen Temperaturen.



- Zugprobe vor dem Zugversuch (oben) und nach Zugtest bei 650° C (unten). Dehnung > 800% ohne Bruch! Dehnrage  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

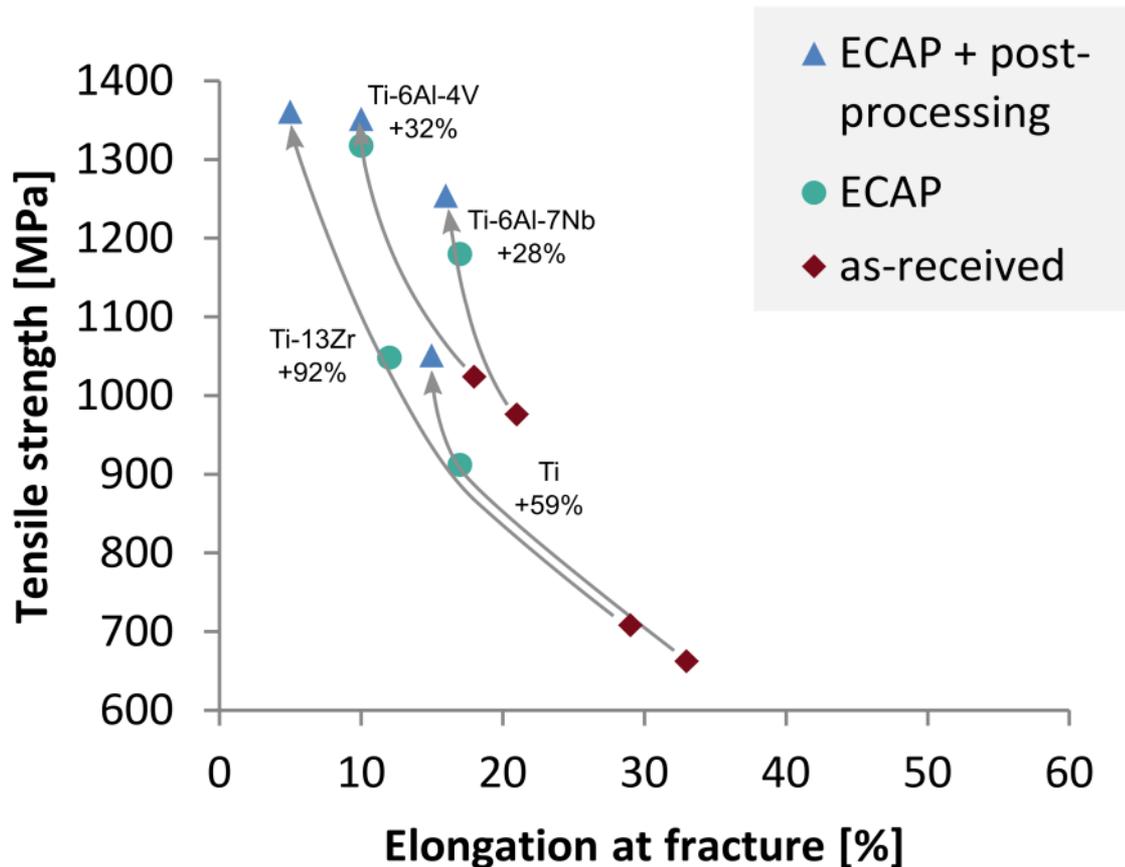
## Vitalität von Zellen auf ECAP Ti-6Al-4V ELI



Vitalfärbung von L929-Zellen nach 24stündiger Inkubation  
 (links Ausgangsmaterial; rechts nach ECAP-Verformung)

- Vitalität von Zellen ist auf der Oberfläche des ECAP-Materials deutlich höher als auf dem Ausgangsmaterial

# Mechanische Eigenschaften von cp-Ti und Ti Legierungen nach ECAP und konventioneller Nachverformung



Nachverformung (Schmieden, Strangpressen, Wärmebehandlungen, ...) von ECAP Ti und Ti Legierungen erhöht die Festigkeit weiter.

# BIODEGRADIERBARE MAGNESIUM LEGIERUNGEN

Nanostrukturierte Kornstrukturen durch ECAP und Auswirkungen  
auf die Eigenschaften



# Vorteile von biodegradierbaren metallischen Implantaten

- Zweite Operation (Explantation) wird vermieden
- Erfüllen ihre Aufgabe nur so lange, wie klinisch notwendig und haben nach dem Abbau keine negativen Wirkungen auf den Körper
- Bessere mechanische Eigenschaften als Polymere
- Über die Legierungsbestandteile und thermomechanische Behandlungen sind die Festigkeit, Duktilität, Dauerwechselfestigkeit und die Degradationsrate in einem weiten Bereich einstellbar
- Implantationstechnik ähnlich wie bei Titan und medizinischem Stahl

|                                  | Natural bone | Synthetic hydroxyapatite | Biodegradable materials |                          |         | Permanent biomaterials |           |                      |
|----------------------------------|--------------|--------------------------|-------------------------|--------------------------|---------|------------------------|-----------|----------------------|
|                                  |              |                          | pure Mg                 | Mg alloys (w.o. Al & RE) | PLA     | pure Ti                | Ti-6Al-4V | Stainless steel 316L |
| Density [g/cm <sup>3</sup> ]     | 1.8-2.1      | 3.1                      | 1.74                    | >1.74                    | 1.2-1.4 | 4.5                    | ~4.4      | 7.9-8.1              |
| Elastic modulus [GPa]            | 3-20         | 73-117                   | 45                      | ~45                      | 1-3     | 105                    | ~120      | 198-205              |
| Tensile yield strength [MPa]     |              |                          |                         | up to 380                |         | min. 275               | min. 758  | ~170                 |
| Ultimate tensile strength [MPa]  | 35-280       |                          | 100-130                 | up to 400                | <50     | min. 345               | min. 860  | ~485                 |
| Tensile fracture strain [%]      |              |                          | 5-10                    | up to 25                 | 5-15    | min. 20                | min. 8    | ~40                  |
| Compressive yield strength [MPa] | 130-180      | 600                      | 65-100                  | up to 350                |         |                        |           | 170-310              |

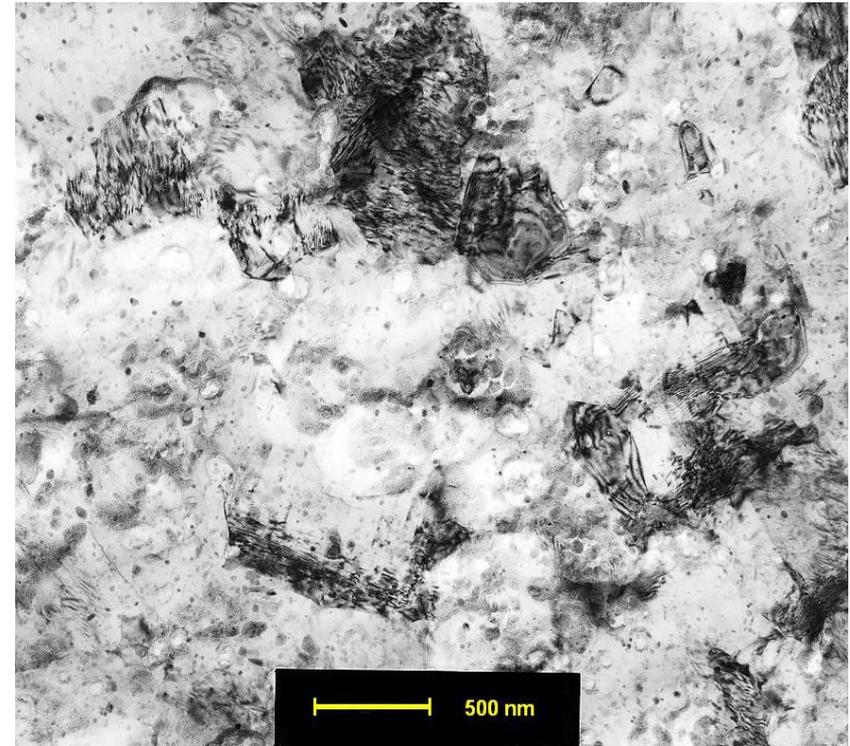
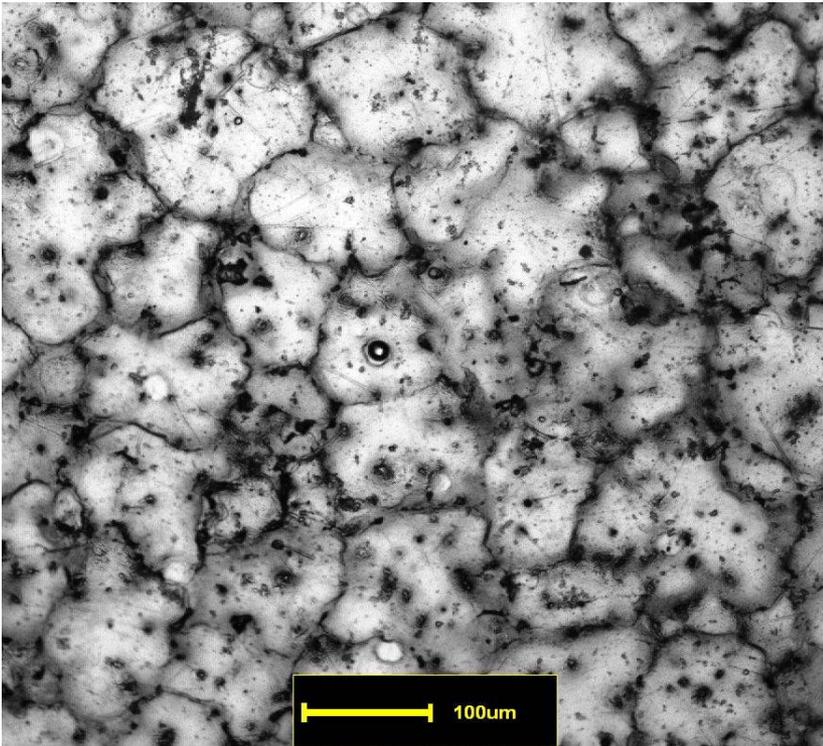
Daten teilweise aus: M.P. Staiger et al., Biomaterials, 27 (2006) 1728-1734

# Empfehlungen für Legierungsdesign und Optimierung von Mg-Zn-Ca Legierungen

## **Ziele: hohe Festigkeit und Duktilität sowie geringe bzw. einstellbare Korrosionsrate**

- Kleine Korngröße ( $< 3 \mu\text{m}$ ) bereits bei der Legierungsherstellung
- Vermeidung von Kornwachstum während der Warmformgebung
- Bevorzugte Bildung von  $(\text{Mg,Zn})_2\text{Ca}$  Ausscheidungen gegenüber  $\text{Mg}_6\text{Zn}_3\text{Ca}_2$
- Gezielte Einstellung der Anteile der beiden Ausscheidungstypen
- Geeignete Prozessführung (hohe Duktilität durch homogene Mikrostruktur)
- Nachträgliche weitere Optimierung in Richtung nanostrukturierte Kornstrukturen mittels ECAP

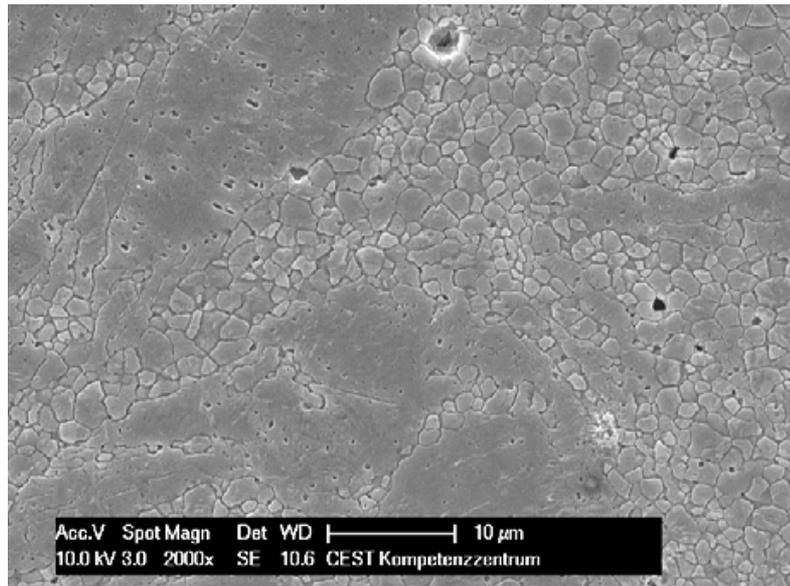
## Kornfeinung durch ECAP: Mg Legierung ZK60



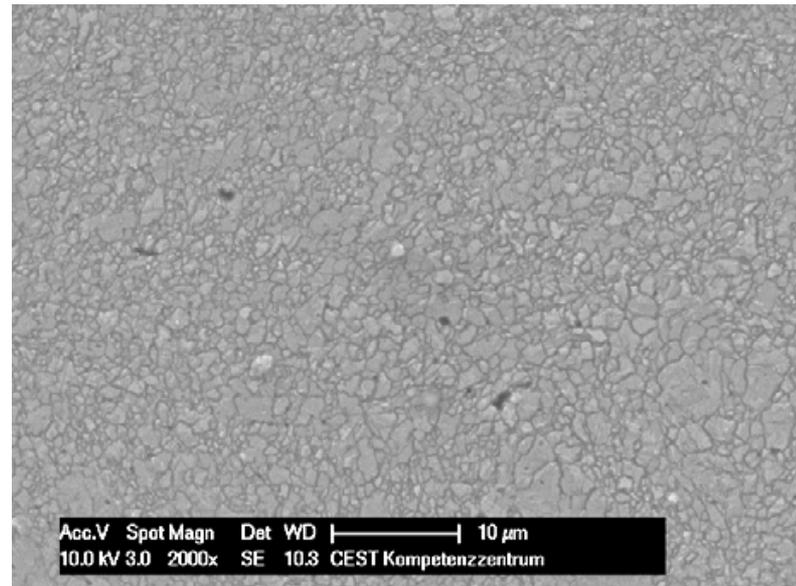
→ Die Gussstruktur (Korngröße ca. 100  $\mu\text{m}$ ; links) wird durch ECAP nanostrukturiert (Korngröße ca. 300 nm; rechts)

# Kornfeinung durch ECAP: niedrig legiertes Mg (Zn, Ca)

Ausgangszustand



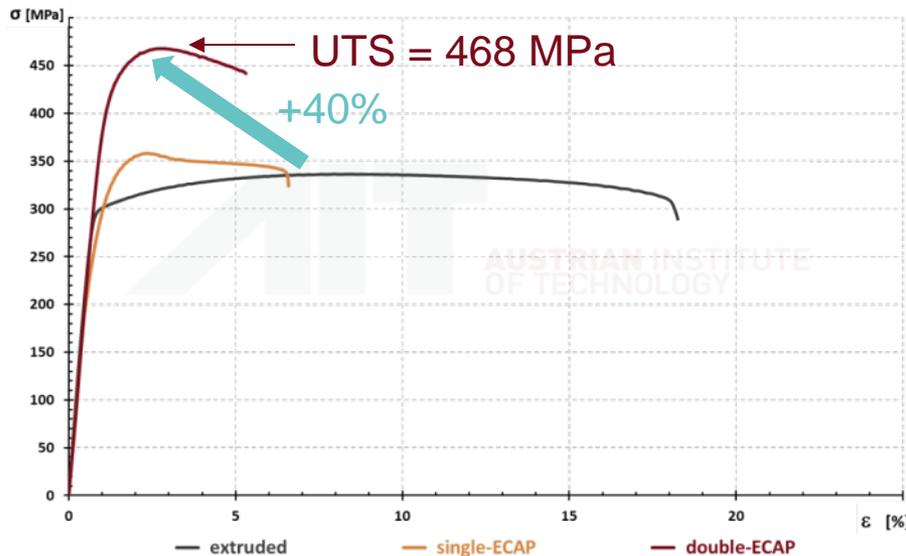
nach ECAP



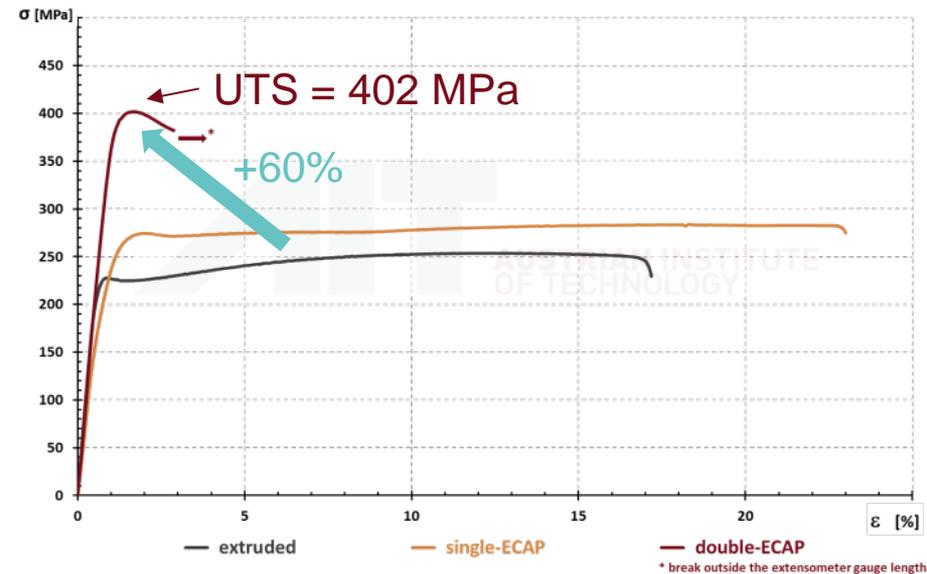
→ homogenere und feinere Kornstruktur nach ECAP

# Spannungs-Dehnungs Kurven von Mg Legierungen

ZX50



ZX00



ECAP von niedrig legiertem Mg (ZX00) führt zu höherer Festigkeit als beim deutlich höher legiertem Mg (ZX50) im Ausgangszustand.

➔ bei Mg-Legierungen werden mit einem neu entwickelten Doppel-ECAP Werkzeug bisher unerreichte Festigkeitswerte erzielt

## Zusammenfassung

- Bearbeitung von Ti- und Mg-Legierungen mittels ECAP führt zu:
    - Nanostrukturierten Kornstrukturen
    - Homogenisierung der Mikrostruktur
    - Deutlichen Verbesserung vor allem der mechanischen Eigenschaften
- ➔ Mit ECAP optimierte Materialien sind sehr vielversprechende Kandidaten für Anwendungen in hochbelasteten Implantaten, für die Miniaturisierung von Implantaten bei gleich bleibender Belastbarkeit und für Hochleistungsanwendungen in anderen Bereichen



## **Team AIS – Advanced Implant Solutions**

Center for Health & Bioresources, Biomedical Systems

AIT Austrian Institute of Technology GmbH

Viktor-Kaplan-Straße 2/1 | 2700 Wr. Neustadt | Austria



# THANK YOU!

Dr. Bernhard Mingler, 03.03.2017

