

Применение электронно-лучевой плавки для получения изделий медицинского назначения*

Рассмотрены технологии получения литых изделий медицинского назначения из сплавов на основе титана, циркония и кобальта. Выплавка сплавов и получение заготовок осуществлялась в электронно-лучевых литейных установках. Интенсификация процессов рафинирования сплавов обеспечивалась за счёт электромагнитного перемешивания расплава.

Ключевые слова: электронно-лучевая плавка, литейная установка, медицина, сплав, титан, цирконий, кобальт-хром

Определяющей характеристикой материалов медицинского назначения, наряду с требуемыми физико-механическими свойствами, является их биологическая совместимость с человеческим организмом. Это обуславливает необходимость использования при получении таких материалов и изделий из них технологических процессов, которые обеспечивают повышенную степень рафинирования от вредных примесей (сера, мышьяк, фосфор, свинец, олово, медь и др.) и газов. В настоящее время наиболее эффективное рафинирование металлов и сплавов реализуется при проведении процессов их выплавки в вакууме при электронно-лучевом нагреве. Особенностью работ по получению материалов и изделий медицинского назначения, проводимых в ФТИМС НАНУ, является использование электронно-лучевых литейных технологий, позволяющих наряду с рафинированием металла получать требуемые изделия. При этом принципиальной особенностью разрабатываемых технологий является применение при электронно-лучевой гарнисажной плавке (ЭЛГП) электромагнитного перемешивания расплава, что позволяет как интенсифицировать протекание рафинировочных процессов, так и увеличить массу сливаемого из тигля расплава [1].

В настоящей статье рассмотрены технологии получения изделий медицинского назначения из сплавов по группам на основе титана, циркония и на кобальт-хромовой основе. Технологии разрабатывались с учётом возможности их реализации на имеющемся в институте оборудовании – электронно-лучевых литейных установках с гарнисажными тиглями с системами электромагнитного перемешивания расплава. При этом для удобства проведения исследований сплавы выплавлялись по указанным выше группам, каждая в одном и том же агрегате.

Плавка и литьё сплавов титана. Исследования по плавке и литью сплавов титана проводились на электронно-лучевой установке, смонтированной на базе вакуумно-индукционной печи ИСВ-004. Для выплавки сплавов были разработаны два тигля: один –

для получения больших сливов расплава (до 20 кг) и проверки возможности реализации разных способов разливки [2], а второй – для получения малых сливов (до 6 кг) с разливкой только через сливной носок.

При проведении исследований по плавке и литью сплавов титана были проверены два направления получения литых изделий медицинского назначения – из серийных сплавов и из новых перспективных сплавов, которые можно использовать как для литья, так и для последующей деформации. В качестве конкретных литых изделий, получаемых из серийных сплавов, были выбраны эндопротезы тазобедренного сустава и адаптеры коленного сустава. Для получения указанных изделий были взяты сплавы BT1-0 (адаптеры) и BT5 (эндопротезы). Их выплавляли с использованием в качестве шихты отходов сплава BT1-0, а плавки проводили по традиционной для ЭЛГП технологии со ступенчатым подъёмом мощности и достижением максимальной мощности нагрева в конце плавки [1]. При выплавке сплава BT5 легирование осуществляли алюминием марки А95, который вводили в расплав титана за несколько минут до слива расплава из тигля путём сплавления заготовки электронным лучом, то есть в жидком виде.

Получение литых изделий осуществляли способом литья в стационарные формы, который в настоящее время наиболее широко применяется в практике электронно-лучевой литейной технологии. Формы изготавливали из меди и из углеродистой стали, но на практике предпочтение отдавали формам из стали. Полученные изделия показаны на рис. 1.

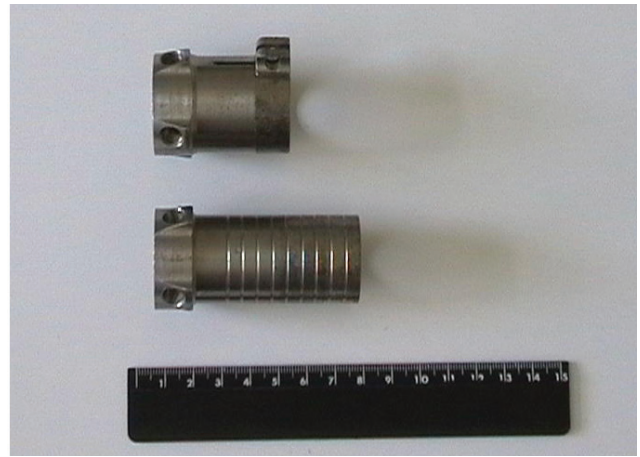
В табл. 1 приведены свойства сплавов BT1-0 и BT5 в полученных отливках, которые свидетельствуют о высоком качестве сплавов, причём эти данные хорошо коррелируют с результатами известных исследований свойств титановых сплавов, получаемых в электронно-лучевых установках [3].

Что касается новых перспективных сплавов титана медицинского назначения, то основной задачей работы в этом направлении было установление возможности замены сплавов, которые содержат токсичные

*Материалы XI Международной конференции «Литьё. Металлургия 2015», которая состоится 26-28 мая 2015 года в г. Запорожье



а



б

Рис. 1. Эндопротезы тазобедренного сустава (а) и адаптеры коленного сустава (б)

Таблица 1

Механические свойства сплавов в отливках типа «адаптер» и «эндопротез»

Отливка	Сплав	Показатели свойств					
		σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, кДж/м ²	НВ, МПа
Адаптер	BT1-0	520-540	380-410	17-18	30-32	810-840	1850-1860
Эндопротез	BT5	830-850	640-660	10-12	33-37	630-690	2550-2600

Таблица 2

Состав новых сплавов титана медицинского назначения, %

Ti-Al-Mo-Nb-Zr (патент Украины 51032)	Ti-Nb-Si (патент США US2014105781 A1)
титан – 73,0-80,3; алюминий – 4,5-6,5; молибден – 1,2-3,8; ниобий – 3,8-4,3; цирконий – 10,2-12,4	титан – 61,5-94,5; ниобий – 5,0-35,0; кремний – 0,5-3,5

элементы (например, наиболее широко используемый сплав BT6, содержащий ванадий) новыми сплавами, не уступающими им по уровню механических свойств.

С этой целью в ФТИМС НАН Украины был разработан сплав системы Ti-Al-Mo-Nb-Zr [4], а в Институте проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины – сплав системы Ti-Nb-Si [5]. Оба сплава предназначены для получения заготовок под деформацию и их составы приведены в табл. 2. Технология выплавки предусматривала использование в качестве шихты листовой обрезки титана, укладываемой на дно тигля, и кусковых материалов тугоплавких металлов, размещаемых сверху на обрезки. Алюминий, как и в рассмотренном выше случае, вводился в уже наведенный в тигле расплав путём расплавления кускового алюминия электронным лучом.

Для обоих сплавов характерно оптимальное соотношение прочности и пластичности в литом состоянии. Сплав системы Ti-Al-Mo-Nb-Zr имеет такие показатели механических свойств: предел прочно-

сти – 1120-1130 МПа, удлинение – 11-12 %, ударная вязкость – 320-380 кДж/м². Сплав системы Ti-Nb-Si характеризуется значениями предела прочности ≥ 940 МПа и модуля Юнга ≤ 150 ГПа.

Из выплавленных сплавов заготовки для последующего передела получали литьём в стационарные металлические формы. На рис. 2 показаны заготовки из сплава системы Ti-Nb-Si.

Одним из направлений по плавке и литью сплавов титана для медицинских целей была проверка



а



б

Рис. 2. Заготовки из сплава системы Ti-Nb-Si Ø 24 мм (а) и 65 мм (б)

возможности получения литых заготовок из сплава с эффектом памяти формы Ti-Ni, которые также предполагается использовать для получения необходимых изделий методом деформации. В этом случае основная сложность состояла в том, что не удавалось получить требуемый состав путём плавления в тигле шихты из титана и никеля при любом варианте заправки. В конечном итоге задачу удалось решить введением никеля в расплав титана в тигле в конце плавки в жидком виде по режимам, близким к вводу алюминия [1]. Фотографии полученных заготовок приведены на рис. 3.



Рис. 3. Заготовки из сплава с эффектом памяти формы

Следует отметить, что для выплавки сплава системы Ti-Ni перспективной может оказаться технология, которая предусматривает проведение плавки непосредственно в литейной форме [6]. Преимуществами этого способа являются возможность исключения влияния гарнисажа и сокращение времени пребывания материалов под прямым воздействием электронного луча. Экспериментальной проверки при выплавке сплава системы Ti-Ni указанный способ пока не проходил.

Плавка и литьё сплавов циркония. Исследования по плавке сплавов циркония осуществляли на ли-



а

тейной установке, смонтированной на базе опытной холодноподовой электронно-лучевой печи ХЭЛП-1, в гарнисажном тигле с донным сливом расплава.

В отличие от сплавов титана для получения изделий медицинского назначения использовали только серийные сплавы циркония – отечественный сплав КТЦ110 на основе циркония кальцийтермического восстановления и российский сплав Э110 на основе циркония электролитического восстановления. Оба сплава представляют собой композиции состава Zr-1Nb [7].

Выплавка сплава проводилась по технологии [1], то есть предусматривающей формирование в тигле ванны циркония и на заключительном этапе плавки – введение в расплав металлического порошка ниобия. Полученные из сплава КТЦ110 заготовки показаны на рис. 4.

Получаемые на практике заготовки из серийных сплавов циркония применяются в основном для производства медицинской проволоки. В настоящее время начали разрабатываться специальные сплавы циркония, предназначенные для изготовления также других изделий медицинского назначения. При этом электронно-лучевая технология их получения рассматривается как одна из наиболее подходящих для этой цели.

*Плавка и литьё сплавов на кобальт-хромовой основе**.* Особенностью работ по выплавке сплавов медицинского назначения на кобальт-хромовой основе является, во-первых то, что сами сплавы представляют собой оригинальное весьма перспективное, в частности в области протезирования, направление в медицинском материаловедении. И во-вторых, предложенный для их выплавки способ представляет собой принципиально новый технологический процесс – совмещенный индукционный и электронно-лучевой нагрев [8]. Этот процесс был разработан для плавки жаропрочных сплавов и показал свою эффективность при получении сплавов для лопаток ГТД с использованием литейных отходов [1].

В табл. 3 приведены составы разработанных новых сплавов медицинского назначения, а области их применения описаны в [9].



б

Рис. 4. Литые заготовки из сплава циркония Ø 26 мм (а) и 15 мм (б); заготовки Ø 15 мм – после механической обработки

** Работа проводилась под руководством канд. техн. наук И. И. Максюты

Состав сплавов на кобальт-хромовой основе

Сплав	Содержание элементов, %мас.						
	Co	Fe	C	Ni	Cr	Mo	∑Ti, Al, Si
Керадент	основа	-	-	5,0-7,0	22,5- 25,0	4,0-7,0	≤ 1,0
Керадент-1			0,2-0,6	0,5-2,0	22,5-27,0		
Пластокрист		26,0-32,4	0,10	20,0	20	-	-

Тигель для вакуумно-индукционной плавки (ВИП) представлял собой стандартную керамическую ёмкость с индукционным нагревом при частоте тока 2400 Гц. Электронно-лучевой нагрев (ЭЛН) осуществлялся термокатодной аксиальной пушкой при разгоняющем напряжении до 30 кВ.

Параметры проведения выплавки сплавов приведены в табл. 4.

Как и во всех рассмотренных выше случаях, заливку расплава проводили в стационарные металлические формы. Полученные заготовки показаны на рис. 5 и предназначены для стоматологических целей.

Учитывая принципиальную новизну предложенной для выплавки сплавов на кобальт-хромовой основе технологии, ниже представлено её более подробное описание для данного конкретного случая.

У совмещенной плавки ВИП+ЭЛН выделяются три стадии.

На первой стадии осуществляется нагрев и частичное расплавление шихты с началом формирования жидкометаллической ванны. Эта стадия проводится при индукционном нагреве и в данном конкретном случае продолжается не более 10 минут. Характерным является интенсивная дегазация шихты, которая по мере нагрева и оплавления осаждается, уплотняется и частично расплавляется с образованием неглубокой ванны. Стадия считается завершённой, когда расплав достигает стенки тигля.

На второй стадии плавки, которая протекает с использованием электронно-лучевого нагрева, происходит полное расплавление шихты. Режим регулирования мощности электронно-лучевого нагрева – ступенчатый с постепенным её повышением до максимального значения и электромагнитным перемешиванием на каждой ступени нагрева. По мере расплавления шихты интенсивность перемешивания возрастает, что создаёт благоприятные условия для испарения легколетучих элементов, дегазации и удаления неметаллических включений. К моменту завершения второй стадии плавки температура рас-

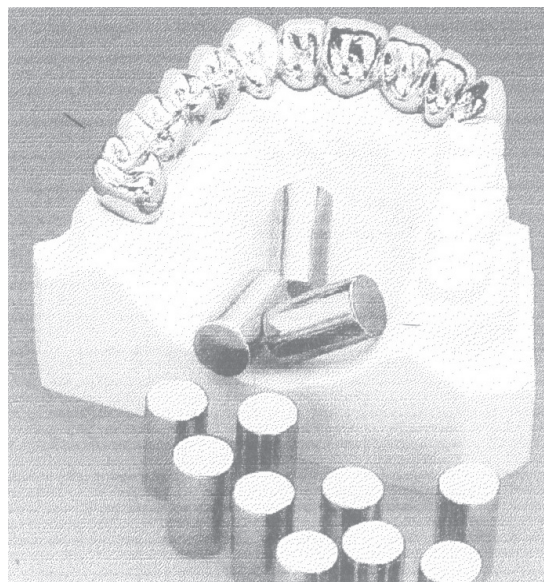


Рис. 5. Литые заготовки из нового биоинертного сплава на кобальт-хромовой основе, полученные по технологии совмещенной плавки ВИП+ЭЛН

плава на 300-400 °С превышает температуру ликвидуса сплава.

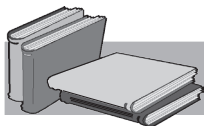
На третьей стадии осуществляется гомогенизация расплава и его подготовка к выпуску, что требует не только обеспечения необходимой для заливки изделия температуры расплава, но и проведения легирования, введения присадок (при необходимости), испарения остатков шлака и др. Особенностью этой стадии является также завершение термовременной обработки, высокая эффективность которой является одним из важнейших преимуществ ЭЛП перед другими методами плавки [10]. Поскольку при совмещенной плавке перегрев всей массы расплава в тигле заменяется локальным, это не только снижает расход электроэнергии, но и уменьшает негативное влияние расплава на футеровку вследствие его более низкой интегральной температуры.

Таблица 4

Параметры выплавки сплавов на кобальт-хромовой основе

Сплав	Масса шихты, кг	Параметры ВИП, кВт / час	Параметры ЭЛН, кВт / час	Глубина вакуума, Па	Масса слива, кг
Керадент	6	20,0 / 0,3	24,0 / 0,2	0,13	5,4
Керадент-1					
Пластокрист		21,0 / 0,3	25,0 / 0,1	0,65	5,5

Примечание: шихта для выплавки сплавов включает такие компоненты (%мас.): керадент-1 (Co – основа; C – 0,2; Cr – 25; Ni – 2,0; Mo – 7,0; Ti, Si ≤ 1); пластокрист (Co – основа; C – 0,2; Cr – 20; Ni – 20; Fe – 20; Ti, Si ≤ 1); в шихте для выплавки сплава керадент отсутствует углерод



ЛИТЕРАТУРА

1. *Ладохин С. В.* Электронно-лучевая плавка в литейном производстве / Под ред. С. В. Ладохина. – Киев: Сталь, 2007. – 626 с.
2. *Ладохин С. В.* Электронно-лучевая литейная установка многоцелевого назначения / С. В. Ладохин // *Металл и литьё Украины*. – 2014. – № 10. – С. 3-7.
3. *Ladokhin S.* High Temperature Mechanical Properties of Titanium Alloys Produced by Electron Beam Skull Technology / S. Ladokhin, N. Levitsky // *Proc/ Conf. "Electron Beam Melting and Refining – State of the Art 1996"*. R. Bakish Ed., Bakish Material Corp., Englewood, NJ. – P. 240-246.
4. Патент України 51032, МПК C21C 14/00. Ливарний сплав на основі титану/ М. І. Левицький, В. І. Мірошніченко, Ю. П. Анікін та ін. – Опубл. 15.11.2002.
5. Патент США US2014105781 (A1), (МПК) C22C 14/00, D22D 25/06. Titanium Based Ceramic Reinforced Alloy for Use in Medical Implants / Fisk Andruve, Demchyshin Anatolii, Kuzmenko Mykola etc. – Опубл. 17.04.2014.
6. Патент України 46291A, МПКH05B 7/00. Спосіб одержання відливок / В. І. Мірошніченко, М. І. Левицький, Ю. П. Анікін та ін. – Опубл. 15.05.2002.
7. Цирконий и его сплавы: технология производства, области применения / В. М. Ажажа, П. Н. Вьюгов, С. Д. Лавриненко и др. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 1998. – 89 с.
8. *Квасницька Ю. Г.* Технологія одержання шихтової заготовки з ливарних відходів жароміцних корозійностійких сплавів для виробництва лопаток ГТД: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Київ, 2004. – 20 с.
9. Розробка складу та технологічних процесів одержання корозійностійких біонертних сплавів на кобальтовій, нікелевій, цирконієвій та титановій основах для виготовлення литих та деформованих пристроїв медичного призначення: Звіт по НДР/ ФТМС НАН України. – № ДР 0103U003318. – Київ, 2004. – 163 с.
10. *Патон Б. Е.* Электронно-лучевая плавка тугоплавких и высокорреакционных металлов / Б. Е. Патон, Н. П. Тригуб, С. В. Ахонин. – Киев: Наук. думка, 2008. – 312 с.

Анотація

Ладохин С. В., Левицький М. І., Лапшук Т. В., Дрозд Є. О., Матвієць Є. О., Ворон М. М.

Використання електронно-променевої плавки для одержання виробів медичного призначення

Розглянуто технології одержання виробів медичного призначення зі сплавів на основі титану, цирконію і кобальту. Виплавка сплавів і одержання заготовок проводились в електронно-променевих ливарних установках. Інтенсифікація процесів рафінування сплавів забезпечувалась за рахунок електромагнітного перемішування розплаву.

Ключові слова

електронно-променева плавка, ливарна установка, медицина, сплав, титан, цирконій, кобальт-хром

Summary

Ladokhin S., Levitsky N., Lapshuk T., Drozd E., Matviec E., Voron M.
The electron-beam melting use for medical cast parts production

The technologies of cast production for medical purpose from titanium, zirconium and cobalt alloys are considered. The alloys melting and billets manufacture are realized in electron-beam casting installations. The alloys refining intensification is assured by electromagnetic stirring of melt.

Keywords

electron-beam melting, casting installation, medicine, alloy, titanium, zirconium, cobalt-chromium

Поступила 08.04.2015