

Исследование упругости пористого титана акустическим неразрушающим методом

А. В. Вдовиченко, Г. А. Мешкова, В. А. Назаренко

Исследованы образцы порошкового титана пористостью 0,05—0,40, полученные холодным прессованием и последующим спеканием в вакууме при температурах 573 и 773 К. Получены экспериментальные зависимости скорости распространения продольной акустической волны и модуля волны сжатия от пористости. Установлено наличие анизотропии свойств упругости в зависимости от направления прессования образцов.

Введение

Титан и его сплавы, в том числе изготовленные из порошков, широко используются в качестве материалов специального назначения. Технически чистый титан удовлетворяет требованиям, предъявляемым к химическим и механическим свойствам материалов биомедицинского назначения. Он обладает более высокой удельной прочностью, более низкой жесткостью, лучшей коррозионной стойкостью в биологической среде по сравнению с нержавеющей сталью и сплавами на основе хрома и кобальта [1, 2].

Применение металлических имплантатов в ортопедической хирургии ограничивается тем, что модули упругости металлов в 10—20 раз выше модуля упругости кости, что может привести к разрушению костной ткани. Использование пористых материалов позволяет получить дополнительные преимущества, а именно уменьшить модуль упругости материала имплантата до величин, сопоставимых с модулем упругости костных тканей, и улучшить сцепление имплантата с костью. Еще одним преимуществом пористых материалов является возможность “прорастания” костной ткани через поры. Поэтому в последнее время неизменным остается интерес отечественных и зарубежных исследователей к получению пористых титановых материалов, в том числе методами порошковой металлургии [3, 4].

Настоящая работа посвящена исследованию скорости распространения акустической волны в материалах с различной пористостью, изготовленных из титанового порошка, на ранних стадиях их консолидации. Скорость звука напрямую связана с модулями упругости материала, поэтому полученные данные могут быть использованы при мониторинге имплантатов *in-vivo*. В то же время исследования изменения скорости распространения упругой волны в зависимости от технологических параметров позволяют получить информацию о процессах формирования структуры и свойств порошковых материалов на разных стадиях их изготовления [5, 6].

Исследуемые материалы и методика эксперимента

Исследовали материалы, полученные из титанового порошка марки ПТЭС различных фракций. Образцы готовили двухсторонним прессова-

© А. В. Вдовиченко, Г. А. Мешкова, В. А. Назаренко, 2008

нием в закрытой пресс-форме без ограничителя. Давление прессования изменяли от 100 до 800 МПа. При этом в зависимости от давления прессования пористость образцов изменялась от 0,05 до 0,4. Подробно технология получения материалов описана в работе [3].

Влияние пористости и размера частиц порошка на характеристики упругости сырых прессовок изучали на цилиндрических образцах диаметром 11,3 и высотой 10 мм. Исследованы три партии образцов, изготовленных прессованием порошка различных фракций: -630+500, -500+315 и -315+200 мкм.

Влияние температуры спекания на акустические характеристики определяли на образцах из порошка тех же фракций, а также из полифракционного порошка -630 мкм. Образцы представляли собой стержни прямоугольного поперечного сечения длиной $l = 45$ мм, шириной $b = 7$ мм и высотой $h = 3—5$ мм. Давление прессования было направлено по оси h . Измерения проводили на образцах трех партий: одну партию составляли сырые прессовки, а две другие — образцы, спеченные после прессования в вакууме при температурах 573 и 773 К соответственно.

Скорость распространения продольной акустической волны определяли методом сквозного прозвучивания. Метод состоял в том, что исследуемый образец помещали между двумя ультразвуковыми преобразователями, один из которых излучал импульсы частотой 0,6 МГц. Другой преобразователь принимал прошедший через образец импульс, а скорость распространения продольной акустической волны V_l рассчитывали по измеренному пути и времени прохождения импульса. Подробно экспериментальная установка и особенности выбора параметров используемых измерительных преобразователей описаны в работе [6]. В качестве иммерсионной жидкости, обеспечивающей акустический контакт между преобразователями и образцом, использовали воду. Для предотвращения попадания жидкости в поры перед измерением на грани образцов наклеивали тонкую полимерную пленку. Схема, изображающая направления, в которых производили измерения, по отношению к направлению усилия прессования приведена на рис. 1. Определяли скорость распространения волны V_l^h в направлении оси прессования (направление h на рис. 1) и скорость V_l^b в перпендикулярном ему направлении (направление b).

Результаты и их обсуждение

Результаты определения характеристик упругости на цилиндрических образцах исследуемых материалов приведены на рис. 2. Как видно (рис. 2, а), скорость распространения продольной акустической волны в направлении прессования в цилиндрических прессовках при увеличении пористости от 0,1 до 0,2 в целом убывает. Однако с увеличением

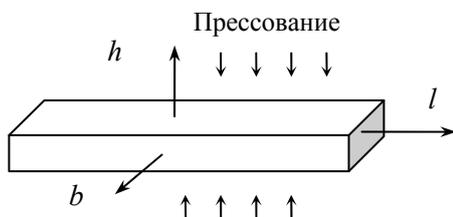


Рис. 1. Направления усилия прессования и измерения скорости акустической волны в стержневых образцах.

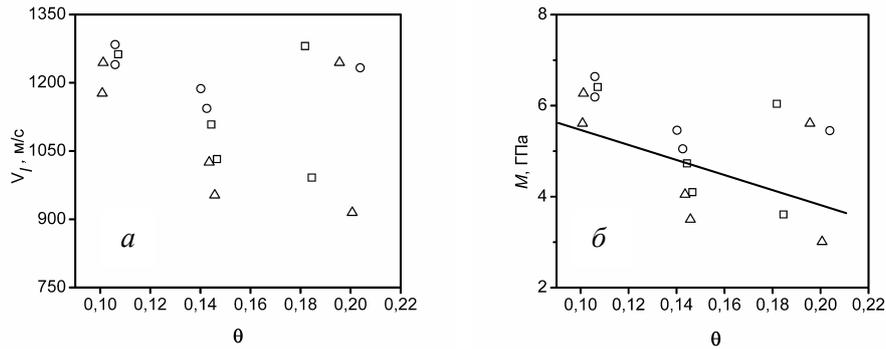


Рис. 2. Скорость распространения продольной упругой волны (а) и модуль волны сжатия (б) в направлении прессования цилиндрических образцов из титанового порошка фракций -630+500 (○), -500+315 (Δ), -315+200 мкм (□) в зависимости от пористости.

пористости возрастает разброс экспериментальных данных. В материалах пористостью 0,1 среднее значение скорости звука составляет $\bar{V}_1 = 1241$ м/с, а среднее квадратическое отклонение (СКО) — $s_{0,1} = 40$ м/с. С увеличением пористости до 0,15 среднее значение скорости убывает до $\bar{V}_1 = 1075$ м/с, в то время как СКО удваивается и составляет $s_{0,15} = 87$ м/с. Дальнейшее увеличение пористости на 0,05 снова приводит к удвоению СКО — до $s_{0,20} = 167$ м/с. Среднее значение измеренных скоростей в материале пористостью 0,2 при этом превышает таковое в более плотных материалах и составляет $\bar{V}_1 = 1133$ м/с.

Несмотря на небольшое количество образцов в каждой группе, можно сделать вывод о вероятном существовании зависимости между размером порошка и скоростью звука в прессовке. Однако, учитывая довольно значительный разброс экспериментальных точек, этот вопрос нуждается в дополнительных исследованиях. Отметим только, что авторы монографии [5] наблюдали экстремальный характер зависимости скорости акустической волны от гранулометрического состава порошкового железа в диапазоне пористостей 0,1—0,25.

Расчет скорости ультразвука в компактном титане по формуле [7]

$$V_{l0} = \left(\frac{E_0 \cdot (1 - \nu_0)}{\rho_0 \cdot (1 + \nu_0) \cdot (1 - 2\nu_0)} \right)^{1/2} \quad (1)$$

с учетом известных из справочников данных о плотности ρ_0 , модуле Юнга E_0 и коэффициенте Пуассона ν_0 компактного титана дает значение $V_{l0} = 6410$ м/с. Как видно, скорость продольной упругой волны в прессовках пористостью 0,1 составляет 19% таковой в компактном титане.

Из формулы (1) следует, что скорость распространения продольной упругой волны V_l зависит от двух модулей упругости материала и, следовательно, невозможно рассчитать модуль Юнга по результатам измерения одной акустической характеристики. Однако экспериментально определить другую акустическую характеристику прессовок — скорость распространения сдвиговой волны — не удалось из-за большого затухания этого типа волны в слабokonсолидированных пористых материалах.

Анализ формулы (1) показывает, что, кроме характеристик упругости, на скорость V_1 влияет плотность материала ρ . Причем если увеличение пористости, с одной стороны, снижает плотность, что должно приводить к повышению скорости звука, то, с другой стороны, оно уменьшает модуль Юнга, что ведет к снижению V_1 . Экспериментальные данные о влиянии пористости на коэффициент Пуассона противоречивы. Для того чтобы выделить из полученных нами экспериментальных данных информацию об упругости исследованных материалов, был рассчитан так называемый модуль волны сжатия или продольно-волновой модуль:

$$M = \frac{E \cdot (1 - \nu)}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)} = V_l^2 \cdot \rho, \quad (2)$$

где V_1 и ρ — экспериментально определенная скорость распространения продольной упругой волны и плотность материала соответственно.

Сравнение значений, приведенных на рис. 2, б, с рассчитанным модулем волны сжатия компактного титана $M_0 = 173$ ГПа показывает, что эта характеристика исследованных цилиндрических прессовок составляет 1,7—3,8% от M_0 .

Результаты определения скорости распространения продольной упругой волны вдоль и поперек направления прессования (направления h и b на рис. 1 соответственно) для материалов разных пористостей, изготовленных из порошка различных фракций, приведены на рис. 3. Измерения в обоих направлениях проводили на одних и тех же образцах. Как видно из рис. 3, скорость звука в образцах, спеченных при 773 К, пористостью 0,05—0,1 близка к скорости звука во влажной бедренной кости, которая составляет 3000 м/с [8].

Полученные результаты свидетельствуют об анизотропии материала исследованных образцов — скорость распространения продольной упругой волны в направлении прессования V_1^h (рис. 3, а) меньше скорости распространения продольной упругой волны поперек направления прессования V_1^b (рис. 3, б) как для сырых прессовок, так и для частично спеченных образцов. Сравнение этих результатов с данными, приведенными на рис. 2, а, показывает, что скорости V_1^h сырых прессовок близки к скорости ультразвука, измеренной на цилиндрических образцах соответствующей пористости в направлении прессования, но все же несколько превышают их.

Подобную анизотропию экспериментально наблюдали и другие авторы. В работе [5] приведены данные о того же рода анизотропии скорости распространения упругой волны в ряде пористых порошковых материалов: железе, железохромовой и железграфитовой композициях. Этот эффект объясняется особенностью расположения контактов между деформированными в процессе прессования частицами, а также разрушением контактных площадок, образовавшихся при прессовании вследствие упругого последствия при снятии прессующей нагрузки. Следует отметить, что наличие таких разрушенных контактных площадок, которые фактически являются плоскостными порами, ведет к нелинейности деформирования материала при прохождении упругой волны, а также к рассеянию энергии вследствие трения в этих разрушенных контактах. В результате этого происходит сильное затухание упругой волны в порошковых, в особенности в слабоспеченных, материа-

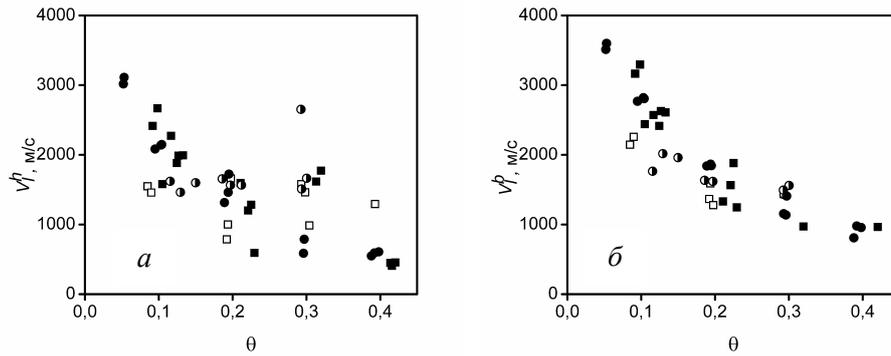


Рис. 3. Зависимость скорости распространения продольной акустической волны вдоль (а) и поперек (б) направления прессования стержневых прессовок (□) и спеченных при 573 (○) и 773 К (■, ●) образцов из титанового порошка фракций -630+500 (○); -630 (●) и -315+200 (□, ■).

лах. Полагаем, что еще одной причиной анизотропии упругости исследуемых материалов может быть градиент плотности по толщине образца, обусловленный трением частиц порошка о стенки пресс-формы при прессовании.

Поскольку усадка при спекании исследуемых материалов практически отсутствовала, именно по изменению характеристик упругости можно судить о консолидации. Как отмечалось ранее, анализ изменения характеристик упругости материалов с различной пористостью при повышении температуры спекания по скорости распространения продольной упругой волны осложняется тем фактом, что на скорость ультразвука влияет еще и плотность (пористость) материала. Для выявления особенностей консолидации материалов разной пористости на начальных стадиях спекания оценивали модуль Юнга E исследованных материалов (рис. 4). При расчетах полагали, что коэффициент Пуассона ν , входящий в формулу (2), связывающую скорость V_l и модуль Юнга, изменяется с пористостью по закону $\nu = \nu_0(1 - \theta)$, где ν_0 — коэффициент Пуассона компактного титана, а θ — пористость. Следует подчеркнуть, что приведенные результаты являются оценкой, поскольку неизвестно, насколько использованная зависимость отражает изменение с пористостью коэффициента Пуассона слабоконсолидированных порошковых материалов.

Представленные на рис. 4 результаты позволяют сделать ряд заключений о протекании процесса спекания титанового порошка. Во-первых, при температуре 573 К спекания не происходит и модуль упругости образцов остается на уровне сырой прессовки. С повышением температуры спекания до 773 К модуль Юнга исследованных материалов увеличивается, однако этот эффект проявляется при пористостях до 0,2. Спекание при данной температуре более пористых материалов не приводит к заметному росту их упругости. На рис. 4 приведены также аппроксимирующие кривые для полифракционного титана, спеченного при 773 К (сплошная линия), и для прессовок, изготовленных из порошка фракции -315+200 мкм (прерывистая линия). Как видно, разница в значениях модулей Юнга неспеченных и спеченных при 773 К материалов увеличивается с уменьшением пористости. Экстраполяция на нулевую

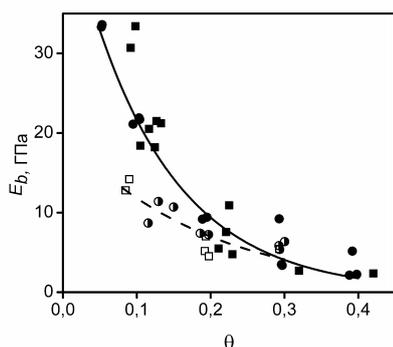


Рис. 4. Зависимость модуля Юнга поперек направления прессования стержневых прессовок (\square) и спеченных при 573 (\circ) и 773 К (\blacksquare , \bullet) образцов, из титанового порошка фракций -630+500 (\circ), -630 (\bullet) и -315+200 мкм (\square , \blacksquare).

пористость дает значения $E_n^* = 20$ ГПа для прессовок и 50 ГПа для частично спеченных материалов. Поскольку усадка при спекании практически отсутствует, консолидация происходит лишь за счет

процессов, не требующих большого массопереноса, а именно формирования совершенных металлических связей в области деформированных контактов между частицами (плоскостных пор). Повышение относительной площади плоскостных пор при увеличении относительной плотности заготовки и может являться причиной отмеченной активации спекания.

Выводы

Скорость распространения продольной упругой волны в образцах материалов пористостью 0,05—0,1, спеченных при температуре 773 К, близка к скорости распространения ультразвука в бедренной кости.

Как прессовкам, так и спеченному материалу присуща анизотропия характеристик упругости, которая может быть вызвана как наличием плоскостных пор, так и градиентом пористости по толщине образца.

Характеристики упругости после спекания при температуре 573 К не изменяются. После спекания при температуре 773 К повышается упругость, величина ее зависит от пористости: при малых пористостях модуль Юнга увеличивается в 1,5—2 раза, в то время как при пористости 0,3 изменений характеристик упругости не наблюдалось. Этот эффект объясняется особенностями формирования контактов между частицами.

1. *Oh I. H., Nomura N., Masahashi N., Hanada S.* Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering // *Scripta Mater.* — 2003. — **49**. — P. 1197—1202.
2. *Erk K. A., Dunand D. C., Shull K. R.* Titanium with controllable pore fractions by thermoreversible gelcasting of TiH_2 // *Acta Mater.* — 2008. — **56**. — P. 5147—5157.
3. *Борисовская Е. М., Назаренко В. А., Подрезов Ю. Н. и др.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. I. Кривые уплотняемости заготовок из титанового порошка // *Порошковая металлургия.* — 2008. — № 7/8. — С. 43—53.
4. *Ryan G. E., Pandit A. S., Apatsidis D. P.* Porous titanium scaffolds fabricated using a rapid prototyping and powder metallurgy technique // *Biomaterials.* — 2008. — **29**. — P. 3625—3635.
5. *Роман О. В., Скороход В. В., Фридман Г. Р.* Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии. — Минск: Выш. школа, 1989. — 182 с.
6. *Безьянный Ю. Г., Вдовиченко А. В., Кузьменко В. А.* Некоторые результаты акустических исследований материалов, изготовляемых методами порошковой металлургии. — Киев, 1994. — 64 с. — (Преп. / Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины).
7. *Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М.* Теоретическая физика: В 10-ти т. Т. VII. Теория упругости. — М.: Наука, 1987. — 248 с.
8. *Lakes R., Yoon H. S., Katz J. L.* Ultrasonic wave propagation and attenuation in wet bone // *J. Biomed. Eng.* — 1986. — **8**. — P. 143—148.