

Динамічна пружність і здатність до демпфування спечених титанових пресовок

О. В. Вдовиченко

Досліджено залежності модуля Юнга і декременту коливань порошкового титану, спеченого при температурах 773—1473 К, від пористості. Встановлено, що декремент коливань матеріалу з досконалими контактами між частинками має порядок цієї величини литого титану і не залежить від пористості. Джерелом збільшення дисипації енергії є недосконалі контакти. Видима залежність здатності до демпфування від пористості свідчить про зростання вмісту недосконалих контактів в неповній спеченому титані при збільшенні його пористості.

Вступ

Метали та сплави, які використовуються для виготовлення штучних твердих тканин, наприклад тазостегнових суглобів, повинні відповідати вимогам високої біохімічної, структурної та механічної сумісності з оточуючими органічними тканинами. Серед металевих біоматеріалів поширення набули титан та його сплави внаслідок їх відмінної біосумісності, корозійної стійкості та високої питомої міцності [1]. Проте невідповідність модуля Юнга титану та кісткової тканини є однією з головних проблем, що утруднює застосування титану в ортопедичній хірургії. Для подолання цієї перешкоди використовують порошкові матеріали з контрольованою пористістю [2, 3]. Це дозволяє знизити пружність і таким чином зменшити пошкодження суміжних тканин і, на додаток, покращити інтеграцію з кістковою тканиною внаслідок більшої питомої поверхні імплантату. Тому одержання пористих матеріалів з титану, які водночас мають достатню міцність, є актуальним [3—5]. Під час функціонування штучні суглоби піддаються суттєвим динамічним навантаженням, тому ще однією вимогою до створюваних матеріалів є висока здатність до демпфування без руйнування матеріалу. Так, одним з основних обмежень використання керамічних матеріалів для виготовлення штучних твердих тканин є їх схильність до крихкого руйнування. Натомість відомо, що пористі матеріали мають високу здатність до демпфування [6, 7]. Згадані властивості роблять пористий титан перспективним для застосування і в інших галузях, наприклад в аерокосмічній техніці, де конструкції піддаються дії високочастотних вібрацій.

Метою даної роботи є дослідження динамічного модуля Юнга і здатності до демпфування порошкового титану різної пористості після пресування і спікання при температурах від 773 до 1473 К в діапазоні частот 100 Гц—100 кГц для визначення експлуатаційних характеристик та одержання інформації про формування структури при спіканні.

Матеріали та методика експерименту

Досліджувані матеріали були виготовлені пресуванням титанового порошку марки ПТЭС з частинками розміром менш як 630 мкм в закритій

прес-формі тиском від 100 до 1000 МПа, завдяки чому зразки мали різну пористість. Властивості порошків і особливості процесу пресування описані в роботі [8]. Одержані зразки спікали в вакуумі при температурах від 573 до 1473 К [5]. Зразки для досліджень мали вигляд стрижнів прямокутного поперечного перерізу розмірами 45×7×5 мм.

Пористість зразків визначали за результатами зважування на цифрових вагах з кроком квантування 0,01 г та вимірювання лінійних розмірів за допомогою мікроскопу з ціною поділки 0,01 мм.

Динамічні характеристики вивчали методом механічної резонансної спектроскопії. Цей метод полягає в вимірюванні частот різних мод власних коливань зразка певної форми та розмірів, а також ширини резонансної кривої і визначенні за цими характеристиками сталих пружності (для ізотропних матеріалів — модулів пружності) і декременту коливань, що є показником здатності матеріалу до демпфування коливань.

Дослідження проводили за двома схемами. Згідно з першою, зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами так, що зразок контактував з перетворювачами протилежними кутами довгої сторони. Таким чином, вся поверхня зразка, за винятком двох точок, залишалась вільною і закріплення зразка мінімально впливало на форми і частоти власних коливань. Один з перетворювачів збурював зразок, а протилежний трансформувал механічний відгук в електричний сигнал, що надходив на цифровий прилад, за допомогою якого вимірювали частоту та амплітуду сигналу. За другою схемою зразок консольно затискали на рухомому столі вібраційного електродинамічного стенду і через закріплення збурювали в ньому поперечні коливання. Вимірювали частоту синусоїдального сигналу, що надходив з генератора на вібростенд, і амплітуди переміщень вільного і затисненого кінців зразка. За обома схемами вимірювання проводили в умовах вимушених коливань зразка.

В роботах [9, 10] показано, що в частково спеченому титані спостерігається анізотропія швидкості поширення звукової хвилі, яка свідчить про анізотропію характеристик пружності. Проте, оскільки тенденції зміни характеристик пружності схожі в усіх напрямках вимірювання, для порівняльних досліджень матеріал вважали псевдо-ізотропним. Тому динамічний модуль Юнга E розраховували по частоті першої моди поздовжніх коливань зразка f_r , що визначена за першою схемою вимірювань, з використанням формули теорії пружності ізотропного матеріалу [11]:

$$E = \rho(2l \cdot f_r)^2, \quad (1)$$

де ρ — густина матеріалу, а l — довжина стрижневого зразка.

Здатність до демпфування, або внутрішнє тертя, визначали за шириною резонансної кривої на рівні половини її амплітуди при сталому сигналі збурення за формулою

$$\delta = \frac{\pi}{\sqrt{3}} \frac{f_2 - f_1}{f_0}, \quad (2)$$

де f_1 і f_2 — частоти відповідно до і після резонансу, при яких амплітуда коливань зразка набуває значення половини амплітуди коливань при резонансній частоті f_0 . Величина δ , що визначена в такий спосіб у консолідованих (литих) матеріалів, збігається з величиною декременту

(згасання) коливань, яка визначена в умовах вільних коливань зразка. Проте відомо, що резонансна крива частково спечених матеріалів є асиметричною внаслідок суттєвої нелінійності коливань таких матеріалів [12]. Така асиметрія спостерігалась і в нашому випадку, причому вона збільшувалась із збільшенням амплітуди коливань зразка. Тому для мінімізації впливу цього фактору порівнювали величини δ , які визначені при малих рівнях деформації, нехтуючи асиметрією кривої. Наслідком нелінійності механічного відгуку матеріалу на сигнал збурення була також помітна амплітудна залежність резонансних частот коливань. Тому модуль Юнга визначали за резонансними частотами, що вимірювали при мінімальних амплітудах коливань, коли максимальні відносні циклічні деформації не перевищували $\epsilon_{\max} = 10^{-6}$.

Результати та їх обговорення

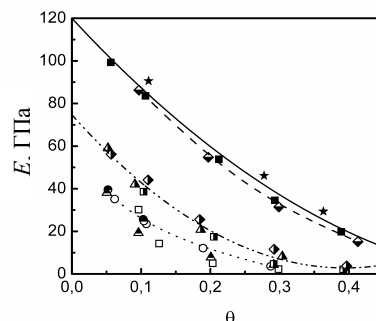
Результати визначення в псевдоізотропному наближенні модуля Юнга титану наведені на рис. 1. Дані свідчать, що уявне розсіювання експериментальних точок викликано тим фактом, що динамічна пружність частково спеченого матеріалу залежить від розміру частинок порошку: збільшення розміру частинок призводить до зменшення модуля Юнга. Можливі причини цього впливу полягають в особливостях формування контактів при спіканні [5]. Проте це не впливає на загальні тенденції зміни пружності від пористості та температури спікання.

Як видно на рис. 1, спікання при температурах, що не перевищують 773 К, не призводить до зміни модуля Юнга в усьому діапазоні пористості. Підвищення температури спікання до 973 К спричиняє збільшення модуля Юнга при пористості матеріалу до 0,3. Наявні на графіку дані не дозволяють зробити висновок щодо спікання при $T_s = 973$ К матеріалу пористістю 0,4. Після спікання при температурі 1273 К модуль Юнга всіх досліджених матеріалів суттєво збільшився і подальше підвищення температури до 1473 К спричинило лише незначне зростання пружності.

На рис. 2 наведено експериментальні дані про здатність до демпфування, що одержані за першою схемою при поздовжніх коливаннях зразка (рис. 2, а) і за другою схемою при поперечних коливаннях (рис. 2, б).

При вимірюваннях за першою схемою (поздовжні коливання стрижня з малими амплітудами) встановлено, що декремент коливань всіх матеріалів, незалежно від пористості і температури спікання, при збільшенні сигналу збудження і, відповідно, амплітуди коливань на порядок практично не змінювався або змінювався в незначній мірі. Натомість при вимірюваннях за другою схемою (поперечні коливання

Рис. 1. Залежність модуля Юнга від пористості титану після пресування (світлі символи) і спікання при температурах 773 (затемнені згори), 973 (затемнені збоку), 1273 (затемнені знизу) та 1473 К (темні) поліфракційного порошку -630 (○) та фракцій -630...+500 (□); -500...+315 (Δ); -315...+200 (◇) та -200...+100 мкм (*).



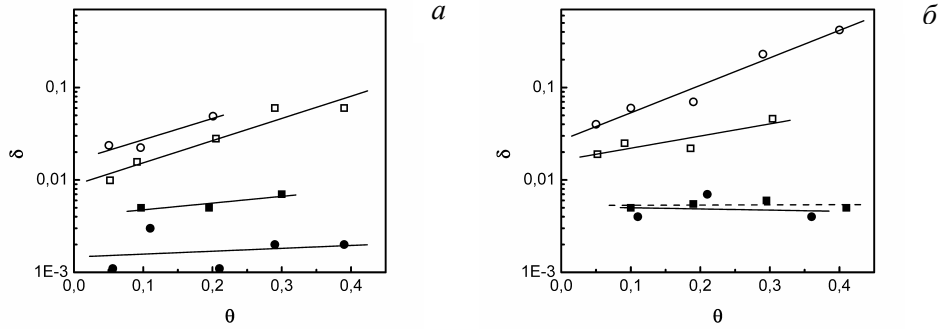


Рис. 2. Залежність декременту коливань, який визначений при поздовжніх (а) та поперечних (б) коливаннях зразків матеріалів, що спечені при температурах 773 (○), 973 (□), 1273 (■) і 1473 К (●), від пористості.

стрижня з більшими амплітудами) із збільшенням амплітуди на порядок декремент коливань зростає в рази в залежності від пористості та температури спікання матеріалу. Тому на рис. 2, а наведено середні дані вимірювань при різних амплітудах, а на рис. 2, б — дані, що одержані при найменшій амплітуді, при якій можливо було визначити ширину резонансної кривої.

Дані на рис. 2 свідчать, що декремент коливань неповністю спечених матеріалів складає від одного до десятків відсотків і збільшується при зростанні пористості, що дозволяє віднести неповністю спечені титанові пресовки до матеріалів з високою здатністю до демпфування. Незалежно від схеми вимірювання, із підвищенням температури спікання здатність до демпфування суттєво зменшується при всіх досліджених пористостях. Більше того, збільшення температури спікання зменшує залежність параметра демпфування від пористості і в матеріалах, які спечені при температурі 1473 К, декремент коливань становить приблизно 0,001—0,002 і не залежить від пористості. Ця величина є близькою до значень декременту коливань литого титану, який, за даними роботи [13], при коливаннях “чистого” згину призматичних зразків в діапазоні максимальних циклічних напружень від 40 до 110 МПа змінюється з 0,0008 до 0,0012. Одержані результати спростовують висновок про збільшення декременту коливань при зростанні пористості внаслідок більшої концентрації напружень біля поверхні пор [6].

Деякі більші значення δ матеріалу, спеченого при 1473 К, що одержані за другою схемою, можуть бути результатом розсіювання енергії в експериментальній установці (попередні дослідження показали, що декремент коливань установки в даному діапазоні частот має порядок 0,001).

Порівняння результатів, які наведені на рис. 2, а і б, показує, що тенденція зміни величини декременту коливань однакова для обох методів дослідження, а величини δ добре спечених матеріалів, котрі одержані обома методами, є близькими. Значення δ слабо спечених матеріалів дещо менші при вимірюваннях за першою схемою і ця різниця збільшується при зростанні пористості. Натомість екстраполяція на нульову пористість дає для цих матеріалів близькі значення δ .

Оскільки декремент коливань у матеріалах з однаковою пористістю зменшується при зростанні температури спікання, очевидно, що джерелом підвищення розсіювання пружної енергії є недосконалі контакти. Цей

висновок дозволяє проаналізувати одержані дані з погляду еволюції структури при спіканні. По-перше, наведені дані суперечать припущенню про незмінність стану контактів між частинками із зміною пористості, яке звичайно приймають при вивченні впливу пористості на властивості порошкових матеріалів. Очевидно, що із збільшенням пористості стан контакту між частинками порошку в пресовках і слабо спечених матеріалах погіршується. По-друге, при підвищенні температури з 773 до 973 К спікання відбувається в усьому діапазоні пористості. Причому при більшій пористості ці процеси ідуть, вочевидь, не менш активно, про що свідчить стрімке зменшення декременту коливань, не залишаючи сумнівів щодо спікання матеріалу пористістю 0,4. Можна також стверджувати, що, незважаючи на близькі значення модуля Юнга, матеріали, які спечені при 1273 К, ще не досягли досконалого структурного стану, що притаманний спеченим при 1473 К матеріалам.

Питання критерію оцінки якості спікання пористих матеріалів є актуальним, тому що, крім досконалості контактів, на механічні характеристики впливають пористість, форма пор та інші чинники. Визначення якості спікання за демпфуванням коливань порошкових матеріалів, зокрема титану, у якого малий декремент коливань твердої фази, має низку переваг перед іншими критеріями [5]. По-перше, декремент коливань матеріалу з якісними контактами не залежить від пористості і тому не потребує додаткових припущень щодо впливу цього параметра. По-друге, найбільших змін параметр демпфування зазнає саме на ранніх стадіях спікання, тому він є більш придатним для вивчення цього діапазону спікання, де застосування методів визначення пружності утруднене. Часто для дослідження спікання застосовують методи, що ґрунтуються на визначенні електричних характеристик при спіканні. Проте, на відміну від електричного опору, демпфування коливань характеризує процеси, що обумовлені саме механічною поведінкою матеріалів.

Висновки

Встановлено, що висока здатність до демпфування притаманна лише частково спеченому пористому титану. Величина декременту коливань повністю консолідованого порошкового титану має порядок декременту коливань литого титану і не залежить від пористості.

Джерелом підвищення здатності пористих матеріалів до демпфування є процеси, що відбуваються в матеріалі внаслідок наявності недосконалих в механічному сенсі контактів.

Параметри внутрішнього тертя є більш чутливими до наявності недосконалих контактів, ніж характеристики пружності, і більш придатні для вивчення процесу спікання на ранніх його стадіях.

Проведені дослідження дозволили встановити закономірності зміни структури титанових пресовок з різною пористістю при спіканні за закономірностями зміни їх динамічного модуля Юнга та здатності до демпфування.

1. *Niinomi M.* Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications // *J. Mech. Behavior Biomed. Mater.* — 2008. — **1**. — P. 30—42.
2. *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.

3. *Medeiros W. S., Oliveira M. V., Pereira L. C., Andrade M. C.* Bioactive porous titanium: an alternative to surgical implants // *Artificial Organs.* — 2008. — **32** (4). — P. 277—282.
4. *Борисовская Е. М., Назаренко В. А., Подрезов Ю. Н. и др.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. II. Механическое поведение пористых титановых прессовок // *Порошковая металлургия.* — 2008. — № 9/10. — С. 46—54.
5. *Подрезов Ю. Н., Назаренко В. А., Вдовиченко А. В. и др.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. III. Анализ процесса контактообразования в порошковом титане по результатам исследования физико-механических свойств при спекании // *Там же.* — 2009. — № 3/4. — С. 98—111.
6. *Тучинский Л. И., Шаранов В. Г., Хильчевский В. В. и др.* Демпфирующие свойства пористого титана и псевдосплавов на его основе // *Там же.* — 1985. — № 5. — С. 81—85.
7. *Вдовиченко А. В., Подрезов Ю. Н.* Эволюция динамического модуля Юнга и демпфирующей способности пористого железа // *Металлофиз. новейшие технологии.* — 2005. — **27**, № 11. — С. 1429—1440.
8. *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.
9. *Вдовиченко А. В., Мешкова Г. А., Назаренко В. А.* Исследование упругости пористого титана акустическим неразрушающим методом // *Современные проблемы физического материаловедения.* — К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2008. — Вып. 17. — С. 145—151.
10. *Вдовиченко О. В., Мосолаб О. О., Назаренко В. А.* Оцінка дефектності пористого титану неруйнівними ультразвуковими методами // *Електронна мікроскопія і прочність матеріалів.* — К.: Ін-т пробл. матеріалознавства НАН України. — 2009. — Вып. 16. — С. 80—87.
11. *Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М.* Теоретическая физика: В 10-ти т. Т. VII. Теория упругости. — М.: Наука, 1987. — 248 с.
12. *Вдовиченко А. В., Подрезов Ю. Н., Скороход В. В.* Исследование эволюции межчастичных границ в высокоплотных прессовках из железного порошка методом механической резонансной спектроскопии // *Порошковая металлургия.* — 2008. — № 5/6. — С. 128—137.
13. *Писаренко Г. С., Яковлев А. П., Матвеев В. В.* Вибропоглощающие свойства конструкционных материалов. — К.: Наук. думка, 1971. — 375 с.