

Дослідження процесів консолідації пористого порошкового титану за результатами вимірювань параметрів резонансних коливань

О. В. Вдовиченко

Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України,
Київ, e-mail: vdovych@gmail.com

Досліджено залежності параметрів, що характеризують нелінійність резонансних коливань порошкового титану, спеченого за температур 773—1473 К, від розміру частинок та пористості. Встановлено, що в неповністю спеченому титані пористістю 0,05—0,4 якість контактів між частинками порошку погіршується зі збільшенням пористості і розміру частинок, але після спікання за температур 1273 К і вище ці залежності зникають. Це свідчить про зникнення площинних дефектів.

Ключові слова: порошковий титан, пористість, площинні дефекти, нелінійні резонансні методи, нелінійні коливання.

Вступ

Пористий титан є конструкційним матеріалом, перспективним для використання в багатьох галузях. Зокрема, він задовольняє вимогам, що висуваються до матеріалів біомедичного призначення, і демонструє високі питому міцність, біосумісність та корозійну стійкість [1]. Наявність пор в титанових імплантах зменшує їхню пружність до рівня пружності кісткової тканини і таким чином запобігає її пошкодженню через несумісності з імплантатом та покращує його інтеграцію в тканину [2, 3].

Одним з методів одержання пористих титанових матеріалів є пресування порошків з подальшим спіканням зі збереженням залишкової пористості [3, 4]. Проте в матеріалах можуть залишатися недосконалі в механічному сенсі контакти між частинками порошку, а також макротріщини, які є потенційним джерелом руйнування виробу в процесі його функціонування. Тому технології створення пористих матеріалів, що експлуатуються в умовах механічних навантажень, повинні забезпечувати формування досконалих контактів. Еволюцію структури вивчають, зокрема, лінійними акустичними методами за змінами швидкості звуку, резонансної частоти та амплітуди сигналу. Однак ідентифікація дефектів в пористих матеріалах традиційними методами є складним завданням [5—9]. Нещодавно було показано, що можливо встановити вид дефекту в порошкових матеріалах, зокрема в залізі [10] та в оксиді алюмінію [11, 12], за нелінійними ефектами, які супроводжують пружні коливання виробів в умовах резонансу.

Мета даної роботи — дослідити процес формування структури і встановити закономірності зміни механічних властивостей пористого порошкового титану після пресування і спікання за температур 573—1473 К за кількісними параметрами нелінійних ефектів, що виникають під час резонансних коливань зразків за різними модами.

Матеріали та методи експерименту

Досліджувані матеріали виготовлено пресуванням титанового порошку марки ПТЭС з розміром частинок менших за 630 мкм, а також окремих його фракцій –630+500, –500+313, –315+200 та –200+100 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 роботах [4, 5]. Одержані зразки спікали в вакуумі за температур 573—1473 К [6]. Зразки у вигляді стрижнів прямокутного поперечного перерізу мали розміри $45 \times 7 \times 5$ 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. Дослідження проводили методами нелінійної резонансної спектроскопії. Ці методи полягають у збуренні коливань на частотах, близьких до резонансних частот різних мод коливань зразків, і визначенні параметрів нелінійних ефектів, що виникають під час коливань. До таких ефектів належать залежності резонансних частот від амплітуди коливань або від амплітуди деформації зразка.

Дослідження здійснювали в умовах вимушених коливань зразка за двома схемами. За першою зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами так, щоби контакт зразка з перетворювачами відбувався лише в двох кутах, які лежали на довгій діагоналі зразка. Таким чином, вся поверхня зразка, за винятком цих двох точок, залишалась вільною і закріплення зразка мінімально впливало на форми і частоти власних коливань. Один перетворювач збурював коливання зразка, а інший трансформувал механічний відгук в електричний сигнал, який надходив на цифровий прилад, за допомогою якого вимірювали його частоту та амплітуду. За другою схемою зразок консольно закріплювали на рухомому столі вібраційного електродинамічного стенду і через закріплення збурювали в ньому поперечні коливання. Визначали частоту синусоїдального сигналу, що надходив з генератора на вібростенд, і амплітуди переміщень вільного та закріпленого кінців зразка. Резонансні частоти f_n вимірювали при декількох амплітудах сигналу збурення і обчислювали зсув резонансної частоти Δf_n як різницю між резонансною частотою при нульовій амплітуді коливань f_0 і f_n за методикою, докладно описаною в роботі [11]. На рис. 1 наведено схему визначення f_0 за резонансними кривими (амплітудно-частотними характеристиками), побудованими при поздовжніх (рис. 1, а) та поперечних (рис. 1, б) коливаннях зразків. Вважали, що амплітуда електричної напруги $U_{\text{вих}}$, яка виникає на приймальному перетворювачі, пропорційна амплітуді переміщень вільних кінців зразка і тому результати вимірювання амплітуди поздовжніх коливань наведені в одиницях електричної напруги. Натомість у випадку поперечних коливань за методикою, наведеною в роботі [10], обчислювали амплітуду максимальних циклічних деформацій ϵ , що виникали в зразку.

Вимірювання при поздовжніх коливаннях проводили в діапазоні частот 10—55 кГц при рівні амплітуди відносних максимальних циклічних деформацій порядку 10^{-8} — 10^{-6} [13], а при поперечних коливаннях — при частотах 0,3—1,4 кГц в діапазоні амплітуд відносних максимальних циклічних деформацій 10^{-5} — $8 \cdot 10^{-4}$.

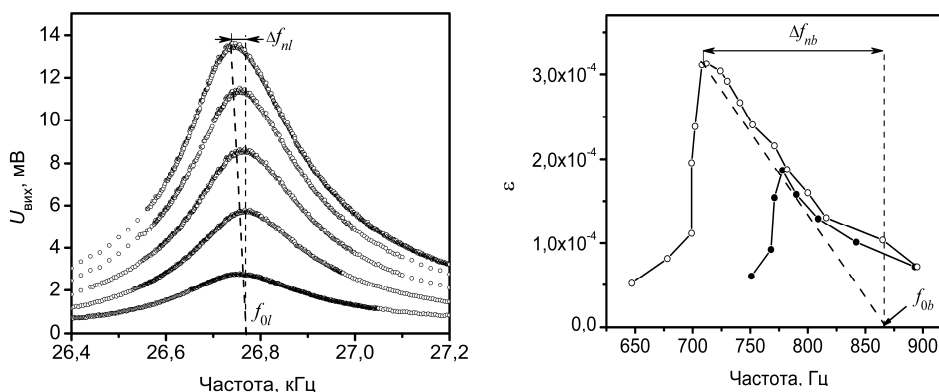


Рис. 1. Схема визначення резонансної частоти коливань f_0 та зсуву резонансної частоти Δf_n при поздовжніх (а) і поперечних (б) коливаннях зразка пористістю 0,11, спресованого з порошку з розміром частинок <630 мкм. Індекс l стосується частот поздовжніх коливань, а b — поперечних.

Результати досліджень та їх обговорення

Дослідження показали, що резонансна частота як поздовжніх, так і поперечних коливань більшості зразків при збільшенні амплітуди коливань зменшувалась, причому це зменшення можна описати лінійною залежністю частоти від амплітуди коливань (вираженої в одиницях напруги вихідного сигналу) або від відносної деформації. Тому похідну функції відносної резонансної частоти f_n / f_0 по відносній деформації, яка є пропорційною до значення сигналу $U_{\text{вих}}$ в умовах резонансу, вважали константою і визначали (рис. 2) як кут нахилу залежності зсуву відносної резонансної частоти $\frac{\Delta f_n}{f_0} = \frac{f_0 - f_n}{f_0}$ від амплітуди вихідного сигналу $U_{\text{вих}}$

(при поздовжніх коливаннях)

$$\frac{\Delta f_l(U_{\text{вих}})}{f_{0l}} = C_U U_{\text{вих}} \quad (1)$$

або від амплітуди максимальної циклічної деформації ϵ (при поперечних коливаннях)

$$\frac{\Delta f_b(\epsilon)}{f_{0b}} = C_\epsilon \epsilon, \quad (2)$$

де f_0 — резонансна частота при нульовій амплітуді коливань; f — резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення; C — числовий коефіцієнт. Індеси l та b тут і надалі вказують, що величина виміряна відповідно при поздовжніх та поперечних коливаннях. Зауважимо, що коефіцієнт C_ϵ є безрозмірним, а C_U має розмірність $[B^{-1}]$.

Результати визначення коефіцієнтів C_U та C_ϵ титанових зразків різної пористості наведені на рис. 3. Як свідчать одержані дані, обидва коефіцієнти, що характеризують нелінійність коливань і відбивають стан контактів між частинками порошку, загалом демонструють схожу поведінку і зменшуються зі збільшенням температури спікання в усьому дослідженому діапазоні пористості. Проте був виявлений суттєвий вплив на формування контактів між частинками розміру вихідного порошку.

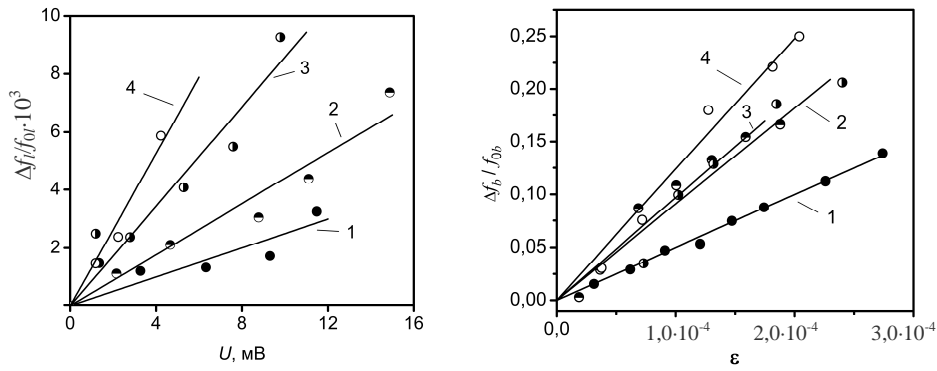


Рис. 2. Амплітудні залежності в умовах поздовжніх (а) і поперечних (б) коливань зсуву резонансної частоти зразків пористістю 0,05 (1), 0,096 (2), 0,20 (3) та 0,29 (4), одержаних спіканням титанового порошку фракції $-500+315$ мкм за температури 773 К.

На рис. 3, з видно, що коефіцієнт C_ε неспечених зразків з поліфракційного порошку і з фракції $-315+200$ мкм в декілька разів менше, ніж з порошку фракції $-630+500$ мкм. Причому лише для останніх відзначене значне збільшення C_ε з пористістю. Загалом при спіканні порошку з частинками більшого розміру якісні в механічному сенсі контакти формуються за вищих температур. Підвищення температури спікання в діапазоні 773—973 К спричиняє зменшення C_ε , причому більш стрімке його падіння відбувається у зразків пористістю 0,05—0,2. Найбільш помітна залежність коефіцієнтів C від пористості спостерігалась після спікання матеріалів за температури 773 К (рис. 3, б, д). Як і у випадку неспечених пресовок, збільшення розміру порошку призводить до збільшення параметра нелінійності коливань. Це дозволяє зробити висновок про гірший стан контактів між частинками більшого розміру при спіканні за однакової температури. Подальше підвищення температури спікання до 1273 К дозволило

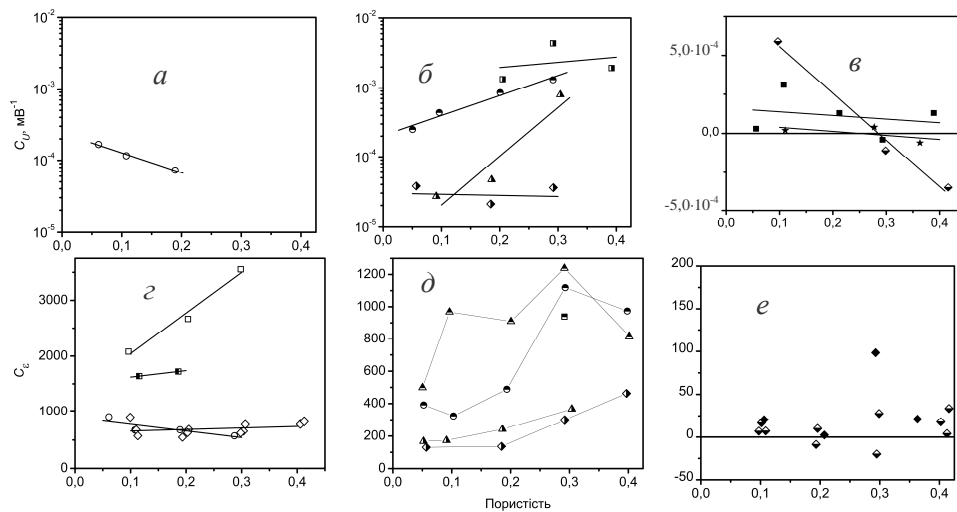
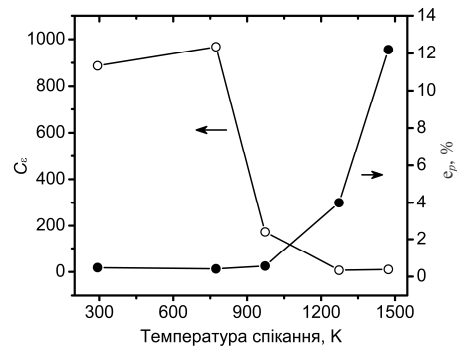


Рис. 3. Залежності коефіцієнтів C_U (а—в) та C_ε (г—е) від пористості зразків титану з поліфракційного порошку (-630) (\circ) та фракцій $-630+500$ (\square), $-500+315$ (Δ), $-315+200$ (\diamond) та $-200+100$ мкм ($*$) після пресування (світлі символи) і спікання за температур 573 (затемнені зліва), 773 (затемнені згори), 973 (затемнені справа), 1273 (затемнені знизу) та 1473 К (темні).

Рис. 4. Залежність коефіцієнта C_ε (○) та деформації до руйнування e_p (●) [6] зразків титану з фракції $-315+200$ мкм пористістю 0,1 від температури спікання.



одержати зразки пористістю до 0,4 з якісними контактами між частинками. При цьому не зареєстровано впливу пористості на

коефіцієнти C_ε і C_U . За обраним критерієм нелінійності коливань, подальше підвищення температури спікання до 1473 K не спричинило помітної зміни стану контактів, хоча навіть після спікання за цієї температури якість матеріалів, виготовлених з фракції $-315+200$ мкм, залишалась вищою, ніж з фракції $-630+500$ мкм (рис. 3, в). Деякі зразки, спечені за температур 1273 та 1473 K, демонстрували від'ємні значення C_ε і C_U , причиною чого було незначне збільшення резонансної частоти при підвищенні амплітуди коливань (рис. 3, в, е), що потребує додаткового дослідження.

Таким чином, параметри нелінійності коливань залежать від пористості в неповністю спечених матеріалах і практично не залежать від неї в пресовках і в повністю спечених матеріалах. Виняток становить матеріал, спресований з фракції $-630+500$ мкм, що також вимагає подальших досліджень.

На рис. 4 зображена залежність коефіцієнта C_ε від температури спікання матеріалу, виготовленого з порошку фракції $-31+200$ мкм, пористістю 0,1 у порівнянні з даними про деформацію до руйнування відповідного матеріалу, наведеними в роботі [6]. Як видно, в діапазоні температур 773—973 K коефіцієнт C_ε зменшується майже на порядок, а при підвищенні температури спікання до 1273 K — ще на порядок. Подальше збільшення температури не впливає на коефіцієнт C_ε . Це свідчить про те, що спікання за температури 1273 K впродовж 1 год достатнє для формування якісних контактів між частинками порошку. Проте міцність матеріалу починає збільшуватись лише після спікання за температури >973 K і цей процес не завершується після спікання за температури 1273 K. Отже, площинні дефекти не можуть бути причиною невисокої міцності пористого титану, спеченого за температур, нижчих за температуру рекристалізації (1473 K). Ймовірною причиною цього явища є висока концентрація домішок в області контактів між частинками. Це узгоджується з результатами порівняння вимірних характеристик (відносного електричного опору, статичного та динамічного модуля Юнга) досліджуваних матеріалів із характеристиками матеріалів відповідної пористості, спечених за 1473 K [6]. Проте методи, застосовані в даній роботі, мають перевагу — вони не потребують порівняння з базовою характеристикою пористого матеріалу, що не містить площинних дефектів, оскільки в процесі коливань зразків такого матеріалу нелінійні явища відсутні.

Висновки

Методика, що включає визначення параметрів нелінійності поздовжніх і поперечних коливань, які характеризують залежності резонансних

частот від амплітуди коливань та амплітуди максимальних циклічних деформацій, була застосована для кількісної оцінки процесу спікання пористого порошкового титану. Встановлено, що в неповністю спеченому титані якість контактів між частинками погіршується зі збільшенням пористості і розміру частинок порошку, але після спікання за температури 1273 К і вище ці залежності є нехтовно малими. Контакти між частинками в титані пористістю 0,05—0,4 закінчують формуватися за 1273 К і наявність площинних дефектів не може бути причиною відносно невисокої міцності титану, спеченого за температури 1273 К, встановленої в роботі [6]. Вирішальний вплив на міцність порошкового титану, спеченого за температур, нижчих за температуру рекристалізації (1473 К), ймовірно справляє висока концентрація домішок в області контактів між частинками.

1. *Medeiros W. S.* Bioactive porous titanium: an alternative to surgical implants / [W. S. Medeiros, M. V. Oliveira, L. Pereira, M. C. Andrade] // *Artificial Organs.* — 2008. — **32** (4). — P. 277—282.
2. *Geetha M.* Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants — A review / [M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, A. K. Gogia] // *Progr. Mater. Sci.* — 2009. — **59**. — P. 397—425.
3. *Torres Y.* Conventional powder metallurgy process and characterization of porous titanium for biomedical applications / [Y. Torres, J. J. Pavon, I. Nieto, J. A. Rodriguez] // *Metall. Mater. Trans. B.* — 2011. — **42**. — P. 891—900.
4. *Борисовская Е. М.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. I. Кривые уплотняемости заготовок из титанового порошка / [Е. М. Борисовская, В. А. Назаренко, Ю. Н. Подрезов и др.] // *Порошковая металлургия.* — 2008. — № 7/8. — С. 43—53.
5. *Борисовская Е. М.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. II. Механическое поведение пористых титановых прессовок / [Е. М. Борисовская, В. А. Назаренко, Ю. Н. Подрезов и др.] // *Там же.* — 2008. — № 9/10. — С. 46—54.
6. *Подрезов Ю. Н.* Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. III. Анализ процесса контактообразования в порошковом титане по результатам исследования физико-механических свойств при спекании / [Ю. Н. Подрезов, В. А. Назаренко, А. В. Вдовиченко и др.] // *Там же.* — 2009. — № 3/4. — С. 98—111.
7. *Роман О. В.* Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / О. В. Роман, В. В. Скороход, Г. Р. Фридман. — Минск : Выш. школа, 1989. — 182 с.
8. *Вдовиченко А. В.* Исследование упругости пористого титана акустическим неразрушающим методом / А. В. Вдовиченко, Г. А. Мешкова, В. А. Назаренко // *Современные проблемы физического материаловедения.* — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2008. — Вып. 17. — С. 145—151.
9. *Вдовиченко О. В.* Оцінка дефектності пористого титану неруйнівними ультразвуковими методами / О. В. Вдовиченко, О. Мосолаб, В. А. Назаренко // *Электронная микроскопия и прочность материалов.* — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2009. — Вып. 16. — С. 80—87.
10. *Вдовиченко А. В.* Исследование эволюции межчастичных границ в высокоплотных прессовках из железного порошка методом механической резонансной спектроскопии / А. В. Вдовиченко, Ю. Н. Подрезов, В. В. Скороход // *Порошковая металлургия.* — 2008. — № 5/6. — С. 128—137.
11. *Вдовиченко О. В.* Вплив макродефектів структури оксиду алюмінію на нелінійність резонансних механічних коливань // *Современные проблемы*

физического материаловедения. — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2012. — Вып. 21. — С. 89—100.

12. Вдовиченко О. В. Дослідження нелінійної пружності пористого оксиду алюмінію резонансними методами / О. В. Вдовиченко, Н. Д. Ткачук // Электронная микроскопия и прочность материалов. — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2013. — Вып. 19. — С. 134—144.
13. Guyer R. A. Hysteresis and the dynamic elasticity of consolidated granular materials / R. A. Guyer, J. TenCate, P. Johnson // Phys. Rev. Lett. — 1999. — **82**. — P. 3280—3283.

Исследование процессов консолидации пористого порошкового титана по результатам определения параметров резонансных колебаний

А. В. Вдовиченко

Исследованы зависимости параметров, характеризующих нелинейность резонансных колебаний порошкового титана, спеченного при температурах 773—1473 К, от размера частиц и пористости. Установлено, что в неполностью спеченном титане пористостью 0,05—0,4 качество контактов между частицами порошка ухудшается при увеличении пористости и размера частиц, но после спекания при температурах 1723 К и выше эти зависимости исчезают, что свидетельствует об исчезновении плоскостных дефектов.

Ключевые слова: порошковый титан, пористость, плоскостные дефекты, нелинейные резонансные методы, нелинейные колебания.

Studies of processes of consolidation of porous powder titanium using measurement of parameters of resonant vibration

O. V. Vdovychenko

The dependences of nonlinear parameters of resonant vibration of powder titanium sintered at 773 to 1473 K, on particle size and on porosity were studied. Quality of interparticle contacts in partly sintered titanium of porosity 0,05—0,4 was found to be increase with porosity and particle size, however after sintering at 1273 K and higher temperature these dependences are lost, that indicate of vanishing planar defects.

Keywords: powder titanium, porosity, planar defects, nonlinear resonant techniques, nonlinear oscillations.