



УДК 537.9, 538.951, 548.48

ВЛИЯНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ СРЕДЫ НА ЦИКЛИЧЕСКУЮ ПРОЧНОСТЬ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА VT1-0

М.Б. Иванов, Е.А. Ерубает, И.Н. Кузьменко, Ю.Р. Колобов

НОиИЦ «Наноструктурные материалы и нанотехнологии»,
ул. Королева, 2а, Белгород, 308034, Россия, e-mail:

ivanov.maxim@bsu.edu.ru, 760454@bsu.edu.ru, kin@bsu.edu.ru, kolobov@bsu.edu.ru

Аннотация. Проведены сравнительные исследования на циклическую прочность на воздухе и в жидкости, имитирующей биологическую, наноструктурированного технически чистого титана марки VT1-0, полученного оригинальным методом, сочетающим поперечно-винтовую и продольную прокатку. Установлено отсутствие влияния коррозионной среды на ограниченный предел выносливости наноструктурированного титана.

Ключевые слова: наноструктурный чистый титан, усталость, циклическая прочность, биологическая среда.

1. Введение. Использование наноструктурированного (НС) технически чистого титана марки VT1-0 (а так же его аналога — сплава Grade 2) в качестве материала для изготовления имплантатов, например, стоматологических, невозможно без результатов исследования влияния биологической (коррозионной) среды на его циклическую прочность. Известно, что коррозионно-механическое поведение металлических материалов в высокопрочном (термомеханически упрочненном или холодно-деформированном) состоянии обычно отличается от такового в состоянии с высоким запасом пластичности. При этом отличие обычно наблюдается в сторону снижения циклической прочности, коррозионного растрескивания под нагрузкой и т.п.

Таким образом, задача определения влияния коррозионной среды на усталость титана в НС состоянии является достаточно актуальной. В настоящей работе проведены сравнительные исследования циклической прочности образцов НС титана марки VT1-0 на воздухе и в жидкости, моделирующей биологическую по минеральному составу и кислотности, имеющей в англоязычной литературе устоявшуюся аббревиатуру SBF (Simulated Body Fluid).

2. Материалы и методы исследования. В качестве материала исследований использован технически чистый титан марки VT1-0 (поставщик ОАО «Корпорация «ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда). Элементный состав материала согласно сертификату производителя приведен в табл. 1.

Таблица 1

Элементный состав технически чистого титана марки VT1-0

Сплав	Содержание элементов, вес. %, Ti-основа						
	Al	Fe	Si	O ₂	C	N ₂	H ₂
VT1-0	0,01	0,12	0,002	0,143	0,004	0,003	0,0008

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (Договор №02.G25.31.0103.) и частичной финансовой поддержке ГЗ №2.3315.211, ФЦП № 14.А18.21.0078, РФФИ №13-02-01107.



В результате последовательных режимов механико-термической обработки сплава ВТ1-0 с использованием продольной и поперечно-винтовой прокаток по технологическим режимам, принципы которых изложены в [1, 2], были получены прутки диаметром 8 мм. Материал подвергался финишному отжигу при температуре 350°C в течение 3 часов для снятия внутренних напряжений. Микроструктура материала, аттестация которой проведена в [5], представлена средним размером зерен 0,29 мкм при доле большеугловых границ порядка 76%. Величина коэффициента неравноосности зерен составляет 0,36. Проведенные в [1] механические испытания показали, что прочность НС ВТ1-0 составляет 915 МПа, предел текучести равен 790 МПа, при этом пластичность составит 6,8%.

Для сравнения предела выносливости титана ВТ1-0 на воздухе и в среде, моделирующей биологическую, были построены кривые зависимости числа циклов до разрушения образца от прилагаемой амплитуды нагружения и деформации (кривые Вёлера) в полулогарифмических координатах [3, 4]. Предел ограниченной выносливости при 10^6 циклов определялся по кривой, уравнение которой подбиралось методом наименьших квадратов по экспериментальным точкам.

Циклические испытания проводились на плоских образцах по схеме консольного изгиба в симметричном режиме (σ_{-1}) при постоянной амплитуде нагружения. Напряжение рассчитывались согласно выражению:

$$\sigma = 6 \cdot F \cdot l / b \cdot h^2, \quad (1)$$

где F — измеряемая нагрузка, l — плечо приложения нагрузки, b — ширина, h — толщина образца. Размер рабочей части образца для испытаний составлял 0,6x3,0x16,0 мм.

Испытания проводились на универсальной машине Electropuls 3000 (Instron), позволяющей проводить динамические испытания с частотой до 100 Гц. Машина оснащена емкостью для проведения испытаний в жидких средах в термостатированном режиме. В процессе испытаний записывалась кривая зависимости амплитуды силы от числа циклов нагружения. Амплитуда силы (при постоянной амплитуде деформации) регистрировалась после первых 100 циклов выхода установки на режим испытаний. Снижение амплитуды силы более чем на 25% по сравнению исходным принималось за условие разрушения (частичное) образца и автоматически приводило к остановке эксперимента. Исследования были проведены при частоте нагружения 4 Гц. При данной частоте максимальное время испытаний (10^6 циклов) составило 3 суток.

Образцы для испытаний готовили с использованием установок механического шлифования-полирования LaboPol-5 (Struers) и последующей электрополировки поверхности образцов на плоских электродах в растворе 60% H_2SO_4 + 30% HNO_3 + 10% HF при температуре +18°C и напряжении $U \approx 23$ В.

Таблица 2

Реагенты для подготовки SBF-жидкости (на 1 литр)

Реагенты	Содержание (г)
NaCl	7,996
NaHCO ₃	0,350
KCl	0,224
K ₂ HPO ₄ · 3H ₂ O	0,228
MgCl ₂ · 6H ₂ O	0,305
CaCl	0,278
Na ₂ SO ₄	0,071



Жидкость, моделирующая биологическую, готовилась с использованием дистиллированной воды. Минеральный состав жидкости приведен в таблице 2.

Испытания в жидкости проводились при температуре 37°C. Изображения поверхности образцов после испытаний получены с помощью растровой электронной микроскопии на электронно-ионном микроскопе Quanta 200 3D (FEI).

3. Результаты. На рис. 1 представлены результаты испытаний на циклическое нагружение образцов наноструктурированного технически чистого титана марки VT1-0 на воздухе и в жидкости, моделирующей биологическую (SBF). Даже с учетом большого разброса данных можно однозначно утверждать, что на гладких образцах коррозионная среда не снижает ограниченный предел выносливости наноструктурированного титана.

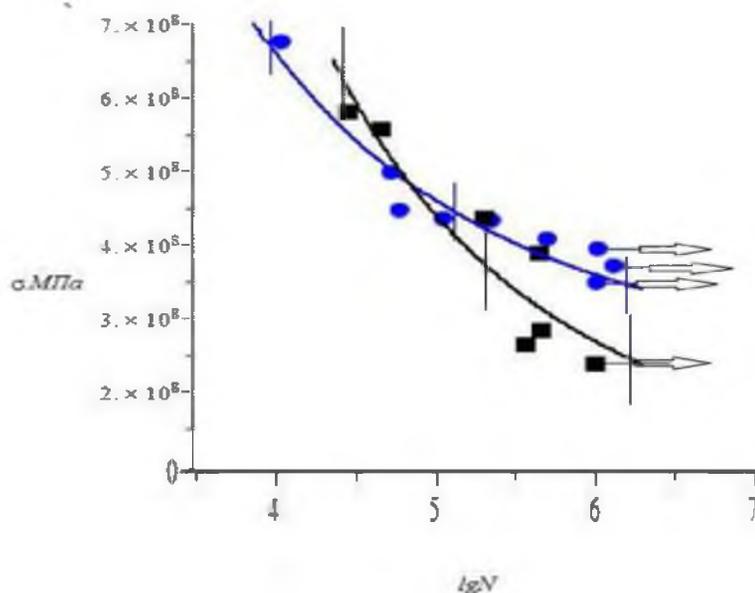


Рис. 1. Зависимости числа циклов до разрушения от амплитуды напряжения образцов наноструктурированного технически чистого титана марки VT1-0 при испытаниях на воздухе и в жидкости, моделирующей биологическую (SBF).

На рис. 2 представлены изображения поверхности разрушенного образца наноструктурированного титана VT1-0 после 10^4 циклов нагружения в SBF при нагрузке 780 МПа. В образце наблюдается магистральная трещина, зародившаяся на ребре пластинки и прошедшая до середины образца. Как было описано в методике, при таком состоянии нагрузка при постоянной амплитуде деформации снизилась более чем на 25% от исходного значения, и испытания были автоматически остановлены. На увеличенных изображениях на расстоянии около 1 мм от края и в вершине трещины на расстоянии около 2 мм от места её зарождения отчетливо виден сложный путь распространения трещины, частые ветвления на пути её продвижения. Данный факт говорит о достаточно высокой вязкости упрочненного материала, в том числе в коррозионной среде.

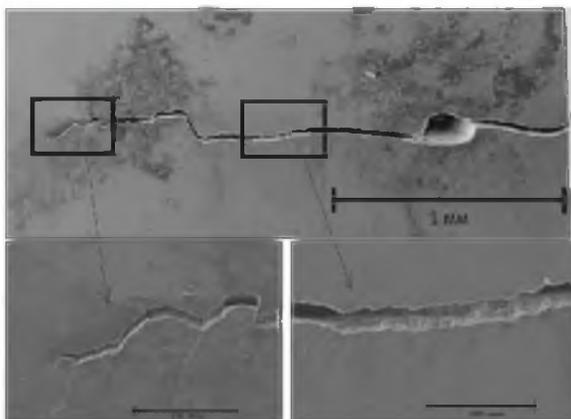


Рис. 2. Изображение магистральной трещины в образце НС технически чистого титана марки VT1-0, испытанного в жидкости, моделирующей биологическую (SBF), при нагрузке 780 МПа до 10^4 циклов.

4. Заключение. Показано, что коррозионная среда (жидкость), моделирующая биологическую по минеральному составу и кислотности, не влияет на циклической прочности наноструктурированного технически чистого титана марки VT1-0, полученного по оригинальной технологии (сочетание поперечно-винтовой и продольной прокатки).

Литература

1. Иванов М.Б., Пенкин А.В., Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Нечаенко Д.А., Божко С.А. Теплая поперечно-винтовая прокатка в валках конической формы как метод интенсивной пластической деформации // Деформация и разрушение материалов. – № 9. – С.13–18.
2. Патент РФ 2389568. Способ получения субмикроструктурной структуры в нелегированном титане. Колобов Ю.Р., Иванов М.Б., Голосов Е.В., Пенкин А.В. – приоритет от 29.12.2008 г.
3. Терентьев В.Ф. Усталостная прочность металлов и сплавов / М: Интермет Инжиниринг, 2002.
4. Терентьев В.Ф. Предел выносливости металлов и сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – №2. – С.47–56.
5. Иванов М.Б., Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Кузьменко И.Н., Вейнов В.П., Нечаенко Д.А., Кунгурцев Е.С. Механические свойства наноструктурного титана серийного производства // Российские нанотехнологии. – 2011. – 6; №5–6. – С.72–78.

THE EFFECT OF BIOLOGICAL ENVIRONMENT ON FATIGUE STRENGTH OF NANOSTRUCTURED COMMERCIALLY PURE TITANIUM VT1-0

M.B. Ivanov, Ye.A. Yerubaev, I.N. Kuzmenko, Yu.R. Kolobov

Centre of nanostructural materials and nanotechnologies,
Koroleva St., 2a, Belgorod, 308034, Russia, e-mail:

ivanov.maxim@bsu.edu.ru, 760454@bsu.edu.ru, kin@bsu.edu.ru, kolobov@bsu.edu.ru

Abstract. The fatigue strength of nanostructured commercially pure titanium VT1-0 at air and simulated body fluid has been studied. Nanostructured state has been obtained by using the original method which combines helical and longitudinal rollings. Absence of the effect of corrosive environment on the endurance limit of nanostructured Ti was confirmed.

Key words: nanostructured commercially pure titanium, fatigue strength, simulated body fluid.