

ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ПАРАМЕТРОВ СВЕРХУПРУГОЙ ДЕФОРМАЦИИ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННЫХ СПЛАВОВ Ti-Nb-(Ta, Zr) ПРИ МНОГОЦИКЛОВЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЯХ

Шереметьев В.А.¹, Дубинский С.М.^{1,2}, Инаекая К.Э.², Брайловский В.²,
Прокошкин С.Д.¹, Филонов М.Р.¹

¹ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Москва, Россия*

² *Ecole de technologie supérieure, Montreal, Canada*
sheremetev88@vandex.ru, sdubinskiy@gmail.com, v.brailov@gmail.com,
prokoshkin@tmo.misis.ru, filonov@misis.ru, inkarina@mail.ru

Традиционные материалы для металлических имплантов имеют более высокий модуль упругости, чем костные ткани. Это приводит при приложении циклических нагрузок к потере механической связи между имплантом и костью, расшатыванию импланта и дегенерации кости. Сверхупругое (псевдоупругое) механическое поведение, близкое к поведению костной, в том числе, зубной ткани, демонстрируют сплавы с памятью формы (СПФ), на основе Ti-Ni (никелид титана, нитинол). Это привело к их широкому применению в качестве материала для медицинских имплантов [1], однако присутствие в их составе канцерогенного никеля ограничивает медицинское применение СПФ Ti-Ni [2]. Необходимость разработки материалов для металлических имплантов, сочетающих сверхупругое поведение и низкий модуль упругости, т.е. биомеханическую совместимость, с биохимической совместимостью и коррозионной стойкостью привела к развитию исследований в области двойных и многокомпонентных безникелевых сверхупругих сплавов на основе Ti-Nb, в частности, Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr [3].

Параметры эффектов сверхупругости и памяти формы определяют функциональные свойства СПФ. Большинство современных методов управления функциональными свойствами СПФ на основе Ti-Ni базируются на целенаправленном изменении их структуры и субструктуры. Известно, что можно эффективно управлять функциональными свойствами СПФ Ti-Ni с помощью термомеханической обработки (ТМО) [4]. Опыт управления структурой, субструктурой и функциональными свойствами СПФ Ti-Ni был использован для применения ТМО к СПФ Ti-Nb-Ta и Ti-Nb-Zr. Усталостные испытания в условиях реализации сверхупругости позволили выявить диапазон режимов ТМО, формирующих наносубзеренную структуру и обеспечивающих наибольшую долговечность и наиболее совершенное сверхупругое поведение сплава Ti-Nb-Zr [5, 6].

Влияние термомеханической обработки на механические и функциональные свойства памяти формы сплавов Ti-19.7Nb-5.8Ta и Ti-20.8Nb-5.5Zr (ат. %) (далее – TNT и TNZ, соответственно) после ТМО по разным режимам были изучены с помощью следующих методов механических испытаний:

1. Многоцикловые изотермические испытания по схеме «деформация растяжением на 2% – разгрузка» образцов из сплава TNT проводили на установке «MTS MiniBionix». Испытание продолжали вплоть до разрушения образца.

2. Испытания на растяжение по схеме «деформация растяжением на 2% – разгрузка» (10 циклов) образцов из сплавов TNT и TNZ проводили на испытательной машине «Instron 3360». Через 40 дней после эксперимента эти же образцы подвергли повторным испытаниям по этой же схеме.

По результатам усталостных многоцикловых механических испытаний характерное циклическое поведение СПФ TNT, близкое к линейной сверхупругости, наблюдается после низкотемпературного отжига при 400 и 450°C. Накопленная до разрушения деформация в этом случае наименьшая (3% – в сравнении с 9% после отжига при 700°C). Последовательный отжиг при температурах 500°C и выше приводит к изменению диаграмм

деформации–разгрузки по сравнению с отжигом ниже 500°C, резко уменьшая фазовый предел текучести и увеличивая накопленную до разрушения деформацию. После дополнительного старения при 300°C наблюдается одновременное совершенствование сверхупругого поведения и увеличение долговечности.

Изменения модуля Юнга сплава Ti–Nb–Ta в зависимости от числа циклов нагружения–разгрузки показаны на рис. 1. Модуль Юнга в ходе механоциклирования уменьшается, достигая уровня 25–30 ГПа, после ПДО при 500–700°C и ПДО при 500°C, 1 ч с дополнительным старением при 300°C, 10 и 30 мин. После ПДО при 400–450°C и ПДО при 500°C с дополнительным старением при 300°C, 1 и 3ч, т. е., когда наблюдается максимальная усталостная долговечность СПФ Ti–Nb–Ta, модуль Юнга проявляет наибольшую циклическую стабильность.

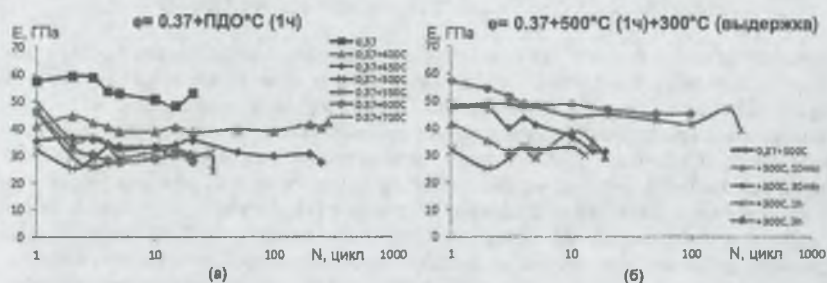


Рис. 1. Изменение модуля Юнга в ходе сверхупругого механоциклирования сплава TNT после ХП, $e = 0.37 + \text{ПДО (1 ч)}$ при разных температурах (а) и ХП, $e = 0.37 + 500^\circ\text{C}$, 1 ч = 300°C (разная длительность)

Фазовый предел текучести в ходе механоциклирования уменьшается с примерно одинаковой интенсивностью после разных режимов ТМО. Разность между фазовым пределом текучести и напряжением сверхупругого возврата, характеризующая величину механического гистерезиса, в ходе механоциклирования уменьшается. При этом после ПДО при 400–450°C она наиболее стабильна и наименьшая по величине.

Механические испытания с выдержкой в течение 40 дней между сериями 10-цикловых испытаний проводили для исследования стабильности деформационных параметров. В первом цикле деформации–разгрузки первой серии испытаний сплава TNT проявляется несовершенная сверхупругость. При последующих циклических испытаниях сверхупругое поведение быстро совершенствуется, и уже в десятом цикле остаточная деформация весьма мала. Сверхупругое поведение сплава TNZ при циклических испытаниях совершенствуется быстрее, уже в 3–5 циклах остаточная деформация минимизируется. Повторные испытания образцов обоих сплавов после вылёживания в течение 40 дней показали, что в первом цикле, как и в первой серии испытаний, сверхупругое поведение оказывается несовершенным – появляется заметная остаточная деформация.

Модуль Юнга термомеханически обработанных сплавов низок (см. рис. 2а, д): он составляет 45–50 ГПа для сплава TNZ и 35–40 ГПа для сплава TNT в первом цикле нагружения–разгрузки. В ходе циклических испытаний он уменьшается, приближаясь к модулю Юнга плотной костной ткани (25–30 ГПа), причем у сплава Ti–Nb–Ta он систематически ниже, чем у сплава Ti–Nb–Zr. Вылёживание в течение 40 дней после первой серии испытаний не приводит к существенному изменению модуля Юнга обоих сплавов. Достигнутая низкая величина модуля Юнга остаётся стабильной и в ходе повторных усталостных испытаний (см. рис. 2а, д).

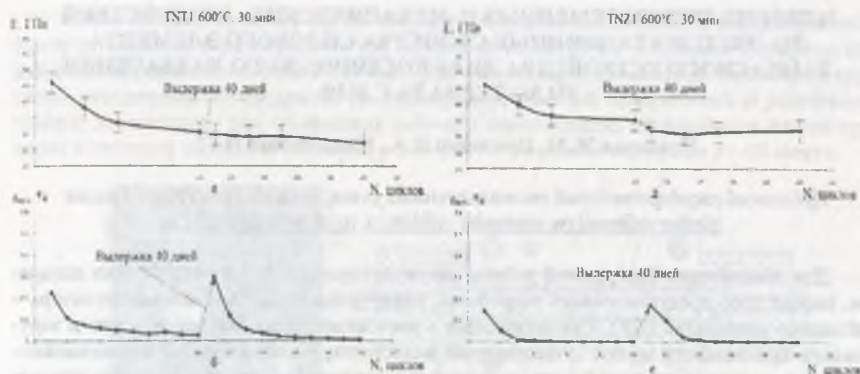


Рис. 2. Изменение параметров диаграммы нагружения–разгружения термомеханически обработанных сплавов при первичных циклических испытаниях, после вылѣживания 40 дней и при повторных испытаниях: TNT1, 600°C 30 мин (а, в), TNZ1, 600°C 30 мин (б, г). а, б – модуль Юнга; в, г – остаточная деформация.

Остаточная деформация в ходе циклирования быстро уменьшается, причем в сплаве TNZ быстрее и уже после пятого цикла она неотличима от нуля (рис. 2б, г). Вылѣживание в течение 40 дней после циклических испытаний приводит к «восстановлению» ϵ_r в первом цикле, а при последующем циклировании она быстро уменьшается, т.е. изменение ϵ_r как бы «воспроизводится» (рис. 2б, г).

Список литературы

1. Эффекты памяти формы и их применение в медицине. Под ред. Л.А. Монасевича. Новосибирск: Наука. Сиб. Отд-ние, 1992. 742 с.
2. Takamura K., Hayashi K., Ishinishi N., Yamasda T., Sugioka Y. Evaluation of carcinogenicity and chronic toxicity associated with orthopedic implants in mice // J. Biomed. Mater. Res. 1980. V 28. № 5. P. 583-589.
3. Kim H.Y., Ikehara Y., Kim J.I., Hosoda H., Miyazaki S. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys // Acta Mater. 2006. V 54. № 9. P. 2419-2429.
4. V.Brailovski, S.Prokoshkin, P.Terriault, F.Trochu, Eds. Shape memory alloys: fundamentals, modeling and applications. Montreal: ETS Publ., 2003, 851 p.
5. Brailovski V Prokoshkin S., Inaekyan K et al. Mechanical properties of thermomechanically processed metastable beta Ti-Nb-Zr alloys for biomedical applications // Mater. Sci. Forum. – 2012. – V 706-709. – P.455-460.
6. Prokoshkin S., Brailovski V., Inaekyan K et al. A comparative study of structure formation in thermomechanically treated Ti-Ni and Ti-Nb-(Zr, Ta) SMA. // Mater. Sci. Forum. – 2012. – V 706-709. – P.1931-1936.