

**Шалапко Ю.І.,\***  
**Машовец Н.С.,\***  
**Шетела Г.\*\***

\*Хмельницький національний університет,

м. Хмельницький, Україна

\*\* Политехніка Свентокшиська,

м. Кельце, Польща

## МАЛОАМПЛІТУДНИЙ ФРЕТИНГ НА ПОВЕРХНІ АЗОТОВАНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВУ

### Вступ

Відомо, що титан та титанові сплави широко використовуються в ортопедії та травматології. Це пов'язано з достатньою біологічною сумісністю, малим модулем пружності, а також високою питомою міцністю [1, 2]. Однак, існує деяке негативне відношення до титанових сплавів [3], яке пов'язано з продуктами зношування, які утворюються в результаті мікро рухів у фіксуючих елементах конструкцій інтрамедулярного остеосинтезу довгих кісток та в деталях штучного ендопротезу. Продукти зношування в штучних біоконструкціях стимулюють макрофаги і приводять до втрати цілісності інтерфейсу номінально-нерухомого з'єднання [4, 5]. Деталі з титанових сплавів можуть контактувати в парі з кісткою, металевим сплавом, полімером або біологічним цементом. Реакція номінально-нерухомого з'єднання на мікропереміщення залежить від здібності поверхні протистояти механічному та корозійному впливу. Традиційні методи термічної обробки не дають високої твердості сплаву VT3-1. Твердість сплаву залежить від розмірів структурних складових, тобто чим дрібніше структура, тим вище твердість, а розмір часток які виділяються залежать від температури обробки – чим нижче температура, тим дрібніше розмір структурних складових.

Зі всіх видів хіміко-термічної обробки, які комплексно вирішують проблему підвищення міцності титану і його сплавів, найбільш ефективним є іонне азотування. При азотуванні на поверхні трибоелементів утворюються нітридні шари завтовшки 5 ... 20 мкм, з середньою мікротвердістю 15000 МПа. Товщина насиченого азотом шару досягає 0,1 ... 0,15 мм, а його мікротвердість 7000 ... 9000 МПа. Температура азотування не повинна перевищувати 980 °С, оскільки при більш високих температурах різко зростає крихкість поверхневого шару. І не повинна бути нижче 550 °С, оскільки при цьому сильно зменшується швидкість дифузії азоту в титані. Збільшення твердості азотованого шару пов'язано із збільшенням густини дислокацій. Підвищення дисперсності нітридів в азотованому шарі є результатом збільшення кількості центрів утворення нітридних виділень, яка сприяє підвищенню дефектності структури матеріалу.

Шар, що є перехідним до основи, має характерну стовбчасту структуру, а зовнішній зносостійкий шар суцільний. Така будова дозволяє в процесі фретингу перерозподіляти розтягуючі напруги і перешкоджає схоплюванню поверхонь, що контактують при значних контактних напруженнях. Процес руйнування плями контакту має втомний характер в центральній зоні контакту і фрикційний на краях. За однакових умов динамічного навантаження можна припустити, що геометричні параметри відповідних зон зчеплення і проковзування, а тим самим і руйнування контакту в цілому буде залежати від режимів азотування.

### Експериментальна частина

Зразки виготовлялись із  $\alpha + \beta$  титанового сплаву VT3-1. Хімічний склад титанового сплаву VT3-1 наведено у табл. 1.

Таблиця 1

Хімічний склад титанового сплаву VT3-1

Сплав	Вміст елементів					
	Al	Cr	Mo	Zr	Si	Fe
VT3-1	6,0	2,0	2,5	0,5	0,3	0,5

Таблиця 2

Режими азотування титанового

№	$T$ , °С	$P$ , Па	$\tau$ , хв	%, Ar
1	660	320	185	72
2	580	320	185	72

Іонне азотування в безводневому середовищі проводили за режимами, які визначались методом математичного планування експериментів, а саме 4-х факторним планом 2-го порядку Хартлі [6]. Технологічні параметри процесу варіювались в таких межах: температура ( $T$ , °С) в межах 540 – 700 °С, тиск ( $P$ , Па) – 80- 400 Па, час ( $\tau$ , хв) – 20-240 хв, вміст аргону (Ar, %) – 0-96 %. За результатами регресивного аналізу були вибрані режими обробки зразків, які досліджувались на фретингостійкість. Параметри азотування представлені в табл. 2.

Дослідження фретингостійкості титанового сплаву ВТЗ-1 проводились на спеціальному обладнанні (рис. 1). Збудження контр тіла (кулька діаметром 12 мм, сталь ШХ15) відбувається за допомогою електромагнітного вібратора з частотою 100 Гц. і нормальним навантаженням 50 Н. Нормальне навантаження встановлюється пружним елементом 4 та гвинтовою парою 5 (рис. 1). Амплітуда коливань регулюється напругою, що подається на вібратор в межах, які не допускають повного проковзування кульки 2 по поверхні плоского зразка 3. Відносна амплітуда коливань вимірювалась індуктивними чуйниками вібропереміщень 6,7 з точністю 0,1 мкм, а їх часовий перебіг записувався за допомогою аналого-цифрового перетворювача [7].

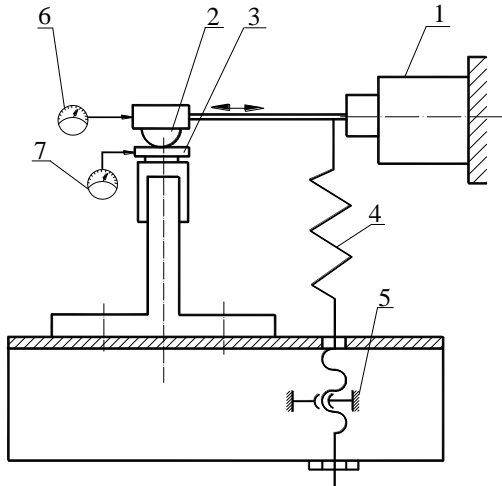
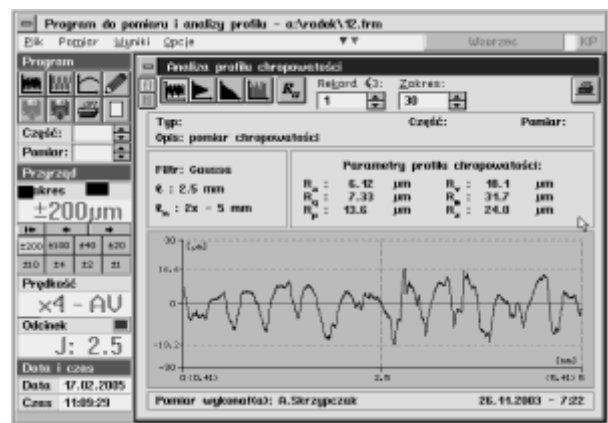


Рис. 1 – Принципова схема і вигляд установки для дослідження фретингостійкості азотованих шарів

Вимірювання мікрогеометрії поверхонь після ураження їх фретинг-корозією були проведені за допомогою профілографа-профілометра TALYSURE 4 з використанням програми SUFORM (рис. 2) в лабораторії геометричних вимірювань (Політехніка міста Кельце, Польща).



а



б

Рис. 2 – Профілограф-профілометр TALYSURE 4 (а), протокол вимірювання мікрогеометрії поверхні (б)

Випробування на фретингостійкість проводились по схемі кулька – площина. Режими досліджень: а) максимальне число циклів навантаження- $10^6$ ; б) початковий тиск в зоні контакту зразків однаковий і складає 155 МПа; в) відносна амплітуда переміщень кульки і поверхні зразка 0,5 - 6 мкм; г) частота коливань 100 Гц.

Визначення рентгенівських дифракційних максимумів проводились на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3М в  $\text{CoK}_\alpha$  випромінюванні. По результатах рентгеноструктурного аналізу була визначена товщина покриття. Метод полягає у порівняльному вимірюванні інтенсивності рентгенівських промінів відбитих від зразка з покриттям та без покриття. Розрахунок товщини покриття проводили за формулою [8]:

$$h = \left( \frac{\sin \theta}{2\mu} \right) \cdot \left( \ln \frac{I_{\delta/\text{покр}}}{I_{\text{покр}}} \right),$$

де  $\mu$  – лінійний коефіцієнт послаблення рентгенівських променів;

$I_{\delta/\text{покр}}$  – інтенсивність рентгенівських променів, відбитих від поверхні зразка без покриття;

$I_{\text{покр}}$  – інтенсивність рентгенівських променів, що пройшли через шар покриття;

$\theta$  – кут дифракції на дифракційній картині від зразка без покриття.

### Іонне азотування титанового сплаву

Рентгеноструктурні дослідження показали, що в результаті низькотемпературного іонного азотування в безводневому середовищі, на поверхні титанового сплаву VT3-1 утворюється мононітрид TiN ( $\delta$ -ф аза) та  $\epsilon$ -фаза Ti<sub>2</sub>N. Вплив технологічних параметрів іонного азотування на товщину покриття титанового сплаву VT3-1 представлено на рис. 3.

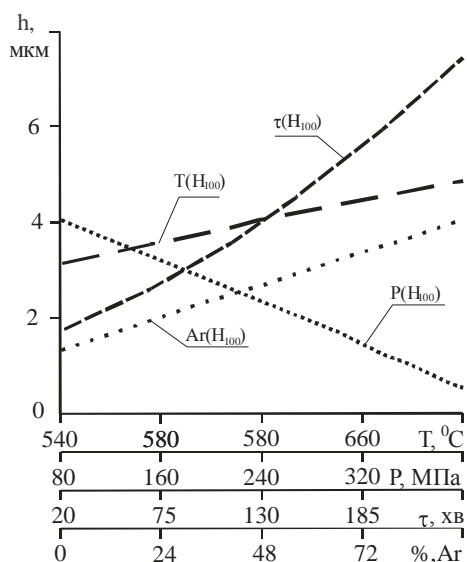


Рис. 3 – Вплив технологічних параметрів іонного азотування на товщину покриття титанового сплаву VT3-1

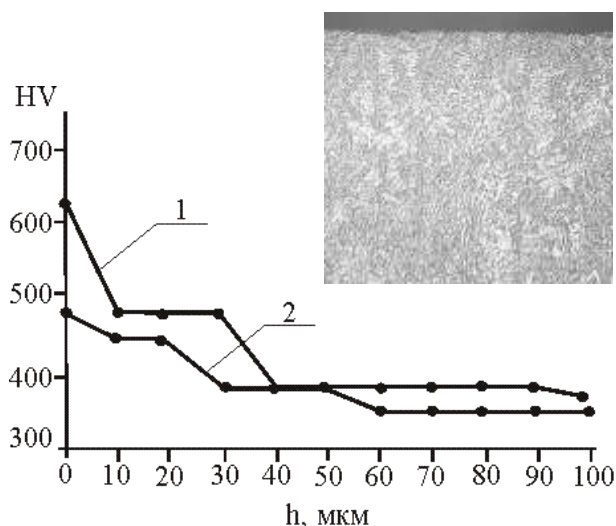


Рис. 4 – Розподілення мікротвердості по глибині титанового сплаву VT3-1 та мікроструктура після іонного азотування, (1 – режим 1, 2 – режим 2)

Під час іонного азотування титанового сплаву на поверхні миттєво утворюється нітридний шар, який має властивість запірного ефекту, що ускладнює рівномірну дифузію по глибині модифікованого шару [9]. Лише, з застосування суміші з низьким вмістом азоту, можна отримати значні товщини модифікованих шарів. Про що свідчить графік на рис. 3, де видно, що лише із збільшення аргону у газовій суміші товщина нітридного покриття зростає.

Товщину дифузійної зони оцінювали за мікротвердості по перерізу азотованого шару. На рис. 4 видно, що дифузійна зона для першого режиму має не набагато вищу глибину, ніж при другому. Найбільша різниця мікротвердостей спостерігається на поверхні.

### Малоамплітудний фретинг азотованих шарів

На рис. 6 представлені плями контакту кульки та площини та їх трансформація в результаті фретингу на периферійних зонах. Розподіл тангенціальних зусиль  $q(r)$  та величина проковзування  $s(r)$  показаний на рис. 6 і може бути оцінений за формулами [10]:

$$q = \mu P_0 \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} = \mu \frac{2P}{\pi a} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

$$s = \frac{3\mu P}{16Ga} \left[ \left( 1 - \frac{2}{\pi} \arcsin \frac{c}{r} \right) \left( 1 - 2 \frac{c}{r} \right) + \frac{2c}{\pi r} \left( 1 - \frac{c^2}{r^2} \right)^{1/2} \right], \quad (2)$$

де  $\mu$  – коефіцієнт тертя;  
 $P$  – нормальне навантаження;  
 $G$  – модуль пружності при зсуві;  
 $c$  – радіус зон зчеплення;  
 $a$  – радіус плями контакту;  
 $\nu$  – коефіцієнт Пуасона.

Радіус герцевського контакту  $a$  та відношення зон зчеплення до всієї площі контакту визначається за формулами (3), (4).

$$a = \left( \frac{3PR^*}{4E^*} \right)^{1/3}, \quad (3)$$

$$\frac{c}{a} = \left( 1 - \frac{Q_x}{\mu P} \right)^{1/3}, \quad (4)$$

де  $Q_x$  – тангенціальна сила в контактї;

$R^*$  – еквівалентний радіус (5);

$E^*$  – еквівалентний модуль пружності (6).

$$\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}, \quad (5)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E_1} + \frac{1-\nu^2}{E_2}, \quad (6)$$

де  $R_1, R_2$  – радіуси кривизн тіл що контактують;

$E_1, E_2$  – відповідні модулі пружності

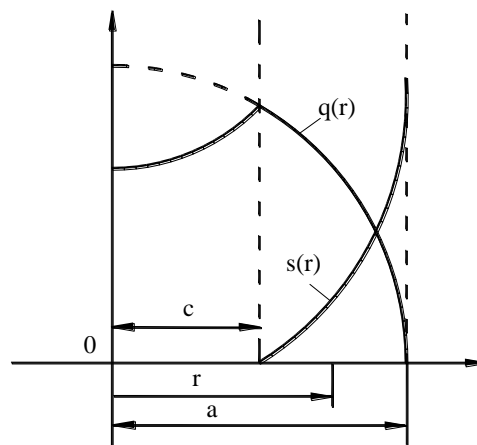


Рис. 5 – Розподіл тангенціальних зусиль та відносних переміщень в зоні проковзування

Можна передбачити, що відношення  $c/a$  з кількістю циклів навантаження повинно зменшуватися від 1 в граничному випадку повного зчеплення (умова  $c = a$ ) до 0, коли зона зчеплення стягується в точку (умова  $c = 0$ ) і  $Q_x = \mu P$ . Вимірювання геометричних параметрів контакту показали, що зона проковзування зростає, і теоретично призведе до непропорційного зростання відношення ( $Q_x/\mu$ ) по зрівнянню зі зменшенням відношення  $c/a$ . Так, використовуючи (4) визначимо відношення:

$$\frac{Q_x}{\mu} = P \left( 1 - \left( \frac{c}{a} \right)^3 \right). \quad (7)$$

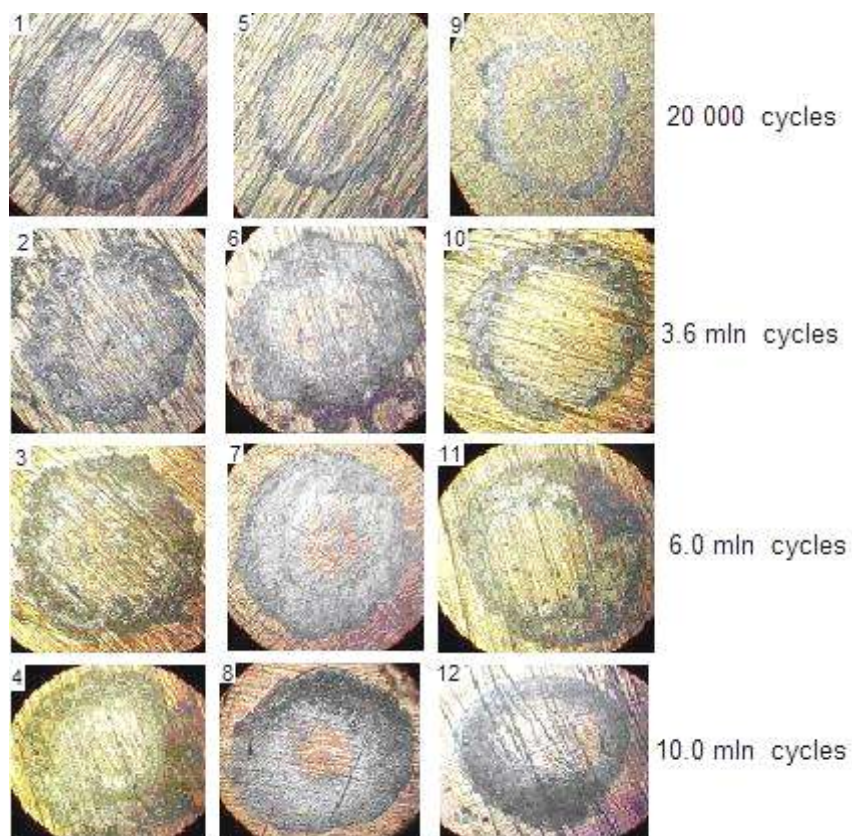
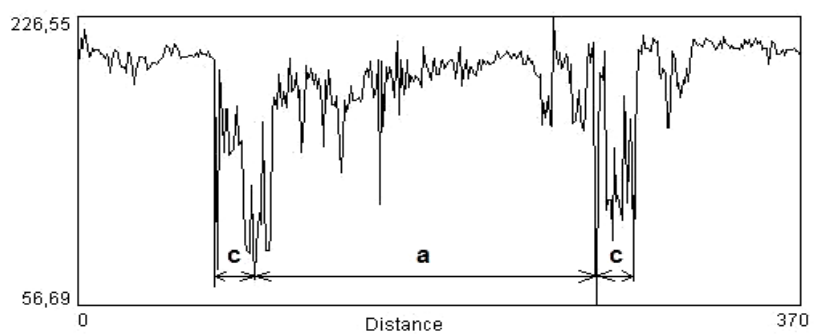
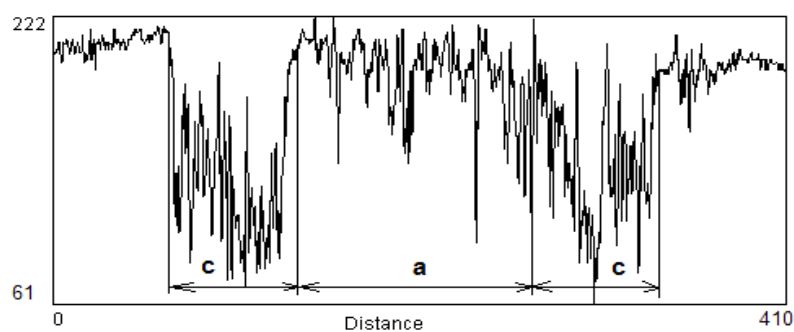


Рис. 6 – Трансформація плям контакту азотованого шару при частковому проковзуванні: 1, 2, 3, 4 – без азотування; 5, 6, 7, 8 – режим азотування 2; 9, 10, 11, 12 – режим азотування 1



а



б

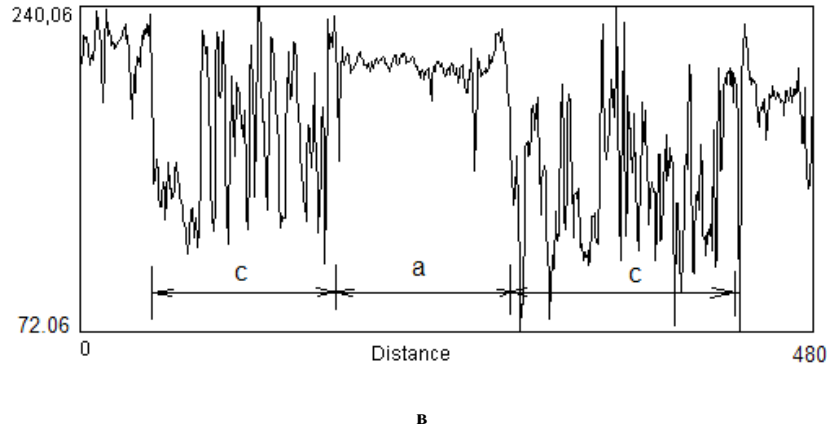


Рис. 7 – Трансформація контактної зони в умовах часткового проковзування:  
а –  $2 \cdot 10^5$  циклів; б –  $3,6 \cdot 10^6$  циклів, в –  $10^7$  циклів

При  $P = \text{const}$  експерименти показали, що для неазотованого сплаву зменшення відношення  $c/a$  на 44 % з числом циклів фретингу  $10^7$  призведе до збільшення  $Q_x/\mu$  на 65 %, а для азотованого по режиму 1  $c/a$  зменшується на 20 %, а  $Q_x/\mu$  на 33 %. На рис. 7 показаний профіль і стадії руйнування плями контакту при частковому проковзуванні і після очищення від продуктів корозії для неазотованої поверхні. Таке зростання  $Q_x/\mu$  важко формалізувати теорією Герца. Але ж можна припустити, що найбільший вплив має коефіцієнт тертя, як складовий чинник адгезійних і механічних змін в контактї. А також втрату несучої поверхні і формозміну контакту. Все це призведе до збільшення амплітуди відносного руху і відповідним захоплюванням більших зон проковзування в контактї. Такі припущення ґрунтуються на експериментальному спостереженні сил тертя при фретингу [11]. Таким чином, запропонований метод є досить чутливий для інтегрованої оцінки чутливості титанових сплавів до малоамплітудного фретингу. На рис. 8 показані у відсотках зростання зон проковзування для титанових сплавів в залежності від режимів азотування.

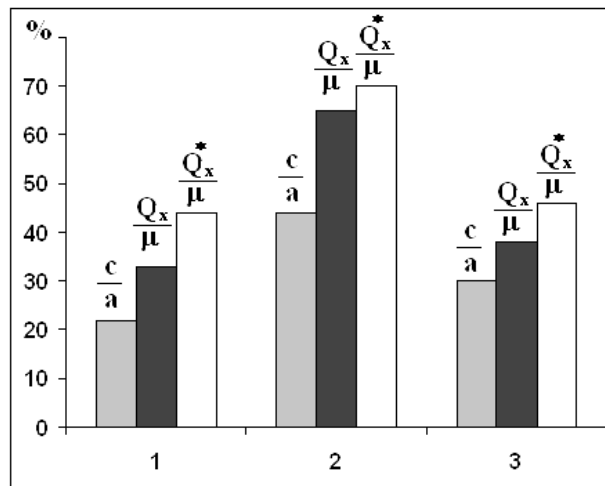


Рис. 8 – Відсоткове зменшення відношення  $c/a$  та збільшення відношення  $Q_x/\mu$  та  $Q_x^*/\mu$  відповідно по Герцу та з експерименту через  $10^7$  циклів навантаження:  
1 – режим азотування 1; 2 – без азотування; 3 – режим азотування 2

Видно, що зміни параметру  $Q_x/\mu$  по Герцу значно відрізняється від експериментальних. Вважаючи, що  $Q_x = \text{const}$ , так як сила тертя практично не змінюється при випробуваннях, то можна констатувати, що в умовах коли  $Q_x < \mu P$ , значну роль у руйнуванні поверхні від фретингу відіграє коефіцієнт тертя, а з ним і весь складний комплекс поверхневих явищ в інтерфейсі.

## Висновки

1. Вимірювання мікрогеометричних характеристик контакту в умовах часткового проковзування дозволяє за простою схемою випробувань оцінити реакційну властивість титанових біоматеріалів до малоамплітудного фретингу.
2. Визначені параметри технологічного процесу іонного азотування, які забезпечують найбільшу фретигостійкість.
3. В умовах вібраційного навантаження коли  $Q_x < \mu P$  і відносній сталості тангенціального зусилля та нормального навантаження відбувається зміна коефіцієнта тертя, як складової частини адгезійних та фізико-механічних змін в контакті.

## Література

1. Breme J. Titanium and titanium alloys. Biomaterials of preference - Proc. of the sixth world conf. on titanium, 1988 - v.1 - p. 57-58
2. Buchanan R.A. Rigney E.D., Williams S.M. Yon implantation of surgical Ti-6Al-4V for improved resistance to wear - accelerated corrosion. - J. Biomed. Mater. Res. - 1990 - № 21 - p. 355.
3. Воронцов С.А. Современный разборный эндопротез тазобедренного сустава отечественного производства Травм. и ортопедия России. - 1994. - № 5. - С. 106-110.
4. Osorovitz P., Gontallier D. X-rays and clinical results of a non stop serie of 124 OSTEAL T.H.P. with 9 years survivorship - R.C.O. - 1994, v. 80 - p.p. 305-315.
5. Рубленик И.М., Васюк В.Л., Шайко-Шайковский А.Г. Биомеханическое исследование стабильности остеосинтеза большеберцовой кости интрамедуллярными и наkostными фиксаторами // Ортопедия, травматология и протезирование. - 1986. - № 5. - С. 25 - 27.
6. Шалапко Ю. І., Лабяк В., Міхайловський Ю. Б., Васильчишин Я. М. Мікропереміщення та цілісність елементів ендопротезування кульшового суглобу // Вісник Технологічного університету. - 2006. - Т. 2, № 2. - С.171-179.
7. Машовець Н.С. Вплив параметрів іонного азотування титану на фізико-механічні характеристики азотованого шару // Вісник двигунобудування. - 2004. - № 3. - С. 122-125.
8. Шалапко Ю. І., Гончар В. В., Горященко К. Л. Контроль параметрів протікання фретинг процесів // Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах. - 2003. - № 1. - С. 153-156.
9. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ.: Учеб. пособие для вузов. - 3-е изд. доп. и перераб. - М.: МИСИС, 1994. - 328 с.
10. И.М. Пастух Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде. - Харьков: ННЦ ХФТИ, 2006. - 364 с.
11. Johnson K.L. Surface interaction between elastically loaded bodies under tangential forces. Proc. Roy. Soc., 1955, p. 531.
12. Ю.І. Шалапко, В.В. Гончар, Н.С. Машовець Номінальний контактний тиск, як критерій фретингостійкості азотованих титанових сплавів // Надійність і довговічність машин і споруд. - 2005. - Вип. 24. - С. 21-27.

Надійшла 10.11.2006