

УДК 669.1'7882:539.374

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ МАКРОДЕФОРМАЦИИ ПОЛИ- И СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ТИТАНА БИОМЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

И. О. Болотина, В. И. Данилов\*, А. А. Загуменный\*

Томский политехнический университет, 634050 Томск

\* Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021 Томск

E-mails: irina-bol@mail.ru, dvi@ispms.tsc.ru, zaa@ispms.tsc.ru

Исследовано деформационное поведение технически чистого титана в субмикрокристаллическом и крупнозернистом состояниях на макроскопическом уровне. Проанализированы диаграммы деформации исследуемых материалов. С помощью метода спеклинтерферометрии получены и исследованы на всех стадиях деформационного упрочнения пространственно-временные распределения локальных деформаций. Для рассмотренных материалов теоретически рассчитаны и экспериментально подтверждены значения времени существования образца и координаты места разрушения. Изучен характер движения зон локализованной пластичности. Показано, что на стадии предразрушения происходит “конденсация” очагов локализованной пластичности и “перетекание” деформационных процессов в шейку разрушения.

**Ключевые слова:** пластическая деформация, локализация деформации, титан в субмикрокристаллическом и поликристаллическом состояниях, кинетика очагов локализованной пластичности, разрушение.

**Введение.** К металлическим материалам медицинского назначения предъявляются следующие требования: они должны выдерживать различные долговременные механические нагрузки, а также быть биологически инертными к агрессивным средам. Известно, что для человеческого организма вредны химические элементы, атомная масса которых больше, чем у железа [1]. Широко используемые в технике легкие металлы, например магний или алюминий, активно взаимодействуют с органическими кислотами, поэтому также неприменимы. С этой точки зрения уникальной совместимостью с тканями организма обладает титан. Многолетние клинические испытания показали, что в имплантатах и протезах титан очень хорошо приживается в костной и мягких тканях: структура тканей, окружающих титановую конструкцию, не изменялась в течение длительного времени [2]. Однако повышенное содержание примесей, в том числе легирующих элементов, значительно снижает биосовместимость титана, поэтому при производстве хирургических имплантатов на основе титана возможно применение этого материала только в случае высокой степени его чистоты.

Следует отметить, что основными недостатками чистого титана являются низкая устойчивость к износу, малый модуль упругости и недостаточная усталостная прочность, что может привести, например, к перелому костных винтов при возникновении вращающего момента [1]. В технике эти проблемы решаются путем использования сплавов на

---

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 05-08-18248а) и в рамках гранта Президента РФ для государственной поддержки молодых ученых (№ МК-5223.2006.8).

основе титана, но, как сказано выше, для медицинского материаловедения такой путь нежелателен.

Механические характеристики чистого титана можно улучшить за счет формирования во всем объеме наноструктурного (субмикроструктурного) состояния [3]. В настоящее время для получения объемных нанокристаллических материалов используются методы интенсивной пластической деформации [3, 4], поэтому учет особенностей деформационного поведения ультрамелкозернистых материалов имеет большое значение как при изготовлении деталей из них, так и при прогнозировании поведения изделий из этих материалов под нагрузкой в процессе эксплуатации.

Как известно, во всех случаях пластическая деформация развивается неоднородно и на макроуровне происходит ее локализация, причем характер картин локализации и их эволюция во многом определяются такими характеристиками, как запас пластичности, ресурс, тип разрушения. На основании исследований более 20 видов моно- и поликристаллических материалов, представленных металлами, сплавами, неметаллическими образованиями с различными кристаллическими структурами и микромеханизмами пластического течения, авторы работ [5–7] установили, что картины локализации и их эволюция определяются стадийностью диаграмм нагружения. Кривые деформаций наноструктурных материалов отличаются своеобразием, поэтому следует ожидать и необычного развития в них локализации пластического течения.

**Структура и диаграммы деформации исследуемых материалов.** В качестве материала для исследований использовался технически чистый титан ВТ1-0 (Ti — 0,12 % O — 0,18 % Fe — 0,07 % C — 0,04 % N — 0,01 % H). Исходные крупнозернистые образцы типа “двойная лопатка” с размерами рабочей части  $1 \times 6 \times 40$  мм были отштампованы из холоднокатаных листов и подвергнуты отжигу в среде аргона при  $T = 1023$  К в течение 1 ч. В таком состоянии их микроструктура представлена равноосными зернами  $\alpha$ -Ti с характерным размером 10–15 мкм (субмикроструктурные образцы данного материала получены и аттестованы в Межведомственной лаборатории биосовместимых имплантатов и покрытий Института физики прочности и материаловедения СО РАН).

Формирование наноструктурного состояния титана проводилось в два этапа. На первом этапе заготовки титана подвергались многоступенчатому одноосному прессованию в закрытой форме при скоростях  $10^{-3} \div 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> и последовательном ступенчатом понижении температуры от  $T = 1023$  К до  $T = 623$  К. При заданной температуре каждый цикл включал трехкратное или четырехкратное одноосное прессование со сменой оси деформации. На втором этапе заготовки титана подвергались пластической деформации путем прокатки в гладких валках при комнатной температуре. При этом суммарная деформация достигала 90 %. Из полос, полученных при прокатке, изготавливались образцы для растяжения, имеющие такую же форму, как и крупнозернистые образцы. Обработка образцов завершалась их дорекристаллизационным отжигом в аргоне при  $T = 523$  К в течение 1 ч. Таким образом, в технически чистом титане ВТ1-0 была сформирована однородная, равновесная и термостабильная (практически до  $T = 523$  К) зеренно-субзеренная структура со средним характерным размером менее 100 нм, которую можно квалифицировать как субмикроструктурную. Титан с такой структурой обладает высокой микротвердостью:  $H_{\mu} = 3200$  МПа, высокой статической прочностью:  $\sigma_{0,2} = 1000$  МПа,  $\sigma_B = 1100$  МПа и удовлетворительной пластичностью при одноосном растяжении:  $\delta \geq 6$  %. (Для сравнения, у крупнозернистого титана ВТ1-0  $H_{\mu} = 2800$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 270$  МПа,  $\sigma_B = 400$  МПа,  $\delta \geq 20$  %.)

Наиболее существенные различия механического поведения субмикроструктурного и крупнозернистого титана зафиксированы при анализе диаграмм деформации (рис. 1). На рис. 1 видно, что разрушение субмикроструктурных образцов происходит при бо-

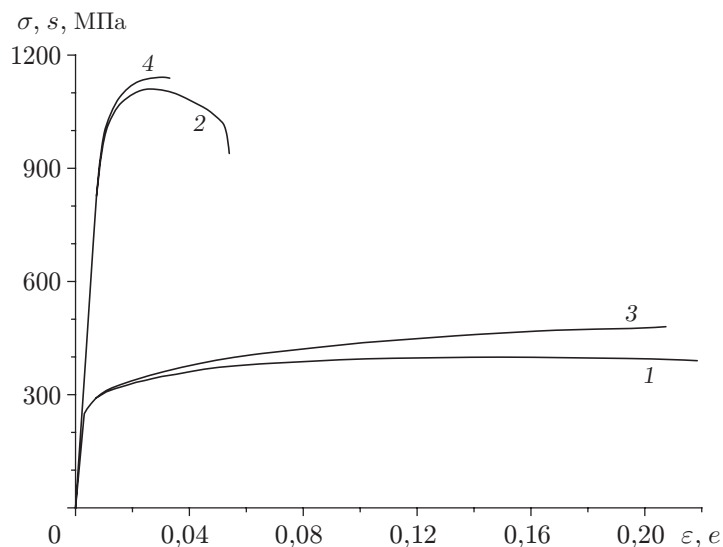


Рис. 1. Зависимости  $\sigma(\varepsilon)$  (1, 2) и  $s(e)$  (3, 4) для титана с крупнозернистой (1, 3) и субмикроструктурной (2, 4) структурой

лее высоких напряжениях и в три раза меньших деформациях, чем разрушение образцов из крупнозернистого титана (кривые 2, 1 соответственно). Следует также отметить, что после достижения в субмикроструктурном материале максимального напряжения  $\sigma_B$  спад последнего происходит очень медленно, так что накапливается общая деформация, которая превышает деформацию на восходящем участке кривой:  $\varepsilon_B = 0,025$ ,  $\delta - \varepsilon_B = 0,036$ .

Для крупнозернистого и субмикроструктурного титана набор стадий пластического течения различен. Анализ стадийности проводился методом логарифмирования [6]. Для идентификации стадий использовалось значение показателя деформационного упрочнения  $n$ , входящего в уравнение Тейлора [8] для аппроксимации деформационных кривых общего типа:

$$s = s_0 + K e^n. \quad (1)$$

Здесь  $s$  — истинное напряжение;  $s_0$  — критическое напряжение начала пластического течения;  $K$  — коэффициент параболического деформационного упрочнения;  $e$  — истинная (логарифмическая) деформация. В этом случае стадии линейного упрочнения соответствует участок деформационной кривой с  $n = 1$ , стадии параболического упрочнения Тейлора — участок с  $n \approx 0,5$ , стадии предразрушения — участок с  $n < 0,5$  [6, 7, 9].

Анализ стадийности диаграммы деформации крупнозернистого титана показывает, что восходящему участку кривой соответствуют короткая стадия линейного упрочнения при  $0,008 \leq \varepsilon \leq 0,014$ , стадия Тейлора с показателем деформационного упрочнения  $n = 0,56$  при  $0,019 \leq \varepsilon \leq 0,041$  и стадия с  $n \approx 0,4$  при  $0,075 \leq \varepsilon \leq 0,160$ . Видно, что стадии деформации разделены участками, на которых показатели упрочнения меняются нерегулярно. На кривой нагружения субмикроструктурного титана стадия линейного упрочнения отсутствует. Стадии Тейлора с  $n \approx 0,5$  соответствует значительная часть восходящей ветви ( $0,010 \leq \varepsilon \leq 0,024$ ), затем следует участок, где упрочнение практически отсутствует ( $n = 0,06$ ;  $0,025 \leq \varepsilon \leq 0,040$ ). В условных напряжениях и деформациях этот участок находится на ниспадающей ветви.

**Анализ картин локализованной пластической деформации в крупнозернистом и субмикроструктурном титане.** Для регистрации распределений локальных деформаций использовался метод двухэкспозиционной спеклфотোগрафии (см., например, [10]), позволяющий получать пространственно-временные распределения локальных

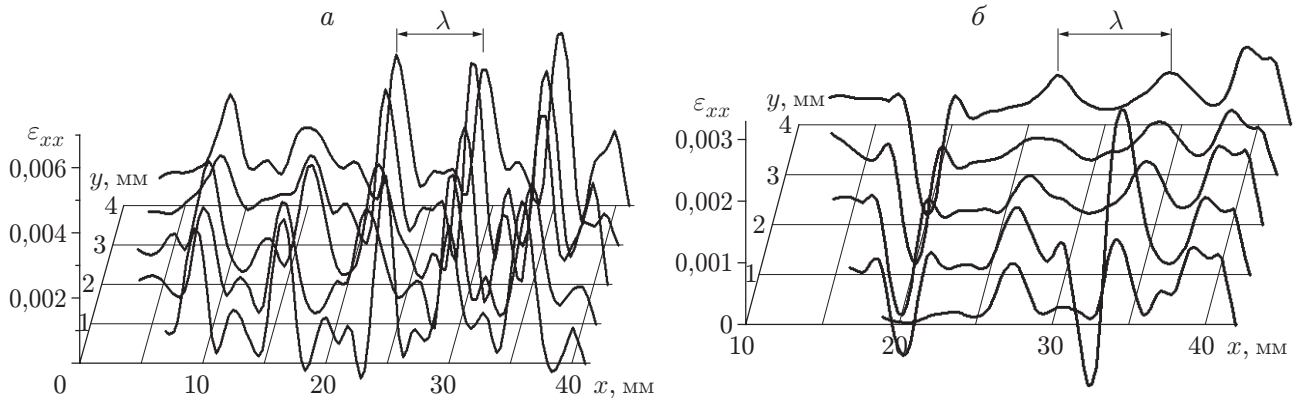


Рис. 2. Распределение локальных удлинений в деформируемых образцах на стадии Тейлора:

*a* — крупнозернистый титан, *б* — субмикрористаллический титан

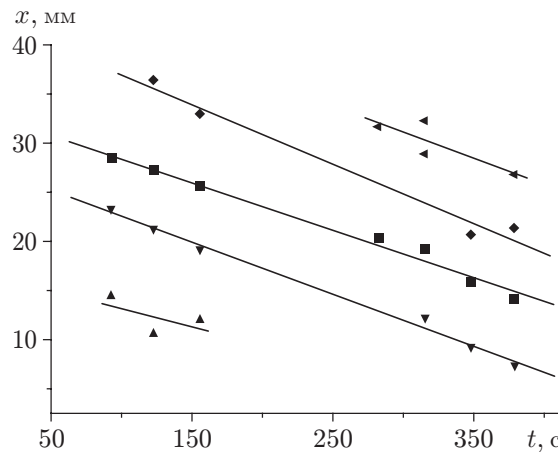


Рис. 3. Кинетика очагов локализованной пластической деформации на линейной стадии в крупнозернистом титане

компонент тензора дисторсии деформируемого образца. На рис. 2 показаны пространственные распределения локальных удлинений  $\varepsilon_{xx}$  на тейлоровских стадиях диаграмм нагружения крупнозернистого и субмикрористаллического титана. Эти распределения представляют собой совокупности периодически расположенных очагов локализации [5, 7]. На рис. 2 видно, что распределения качественно одинаковы и различаются лишь величиной пространственного периода  $\lambda$  (для субмикрористаллического титана  $\lambda = (10 \pm 2)$  мм, для крупнозернистого титана  $\lambda = (5 \pm 2)$  мм).

На стадии линейного упрочнения в крупнозернистом образце кроме пространственной периодичности наблюдается временная периодичность распределения локальных деформаций (рис. 3). На рис. 3 показано, что положение очагов локализации зависит от времени деформирования, а зоны локализации перемещаются с одинаковыми постоянными скоростями  $v_{av} = 5 \cdot 10^{-5}$  м/с, образуя автоволну, описанную, например, в [5].

На стадии параболического деформационного упрочнения (стадии Тейлора) с показателем упрочнения  $n \approx 0,5$  как в крупнозернистом, так и в субмикрористаллическом титане распределение локальных удлинений является стационарным (рис. 4, *a, б*), т. е. на протяжении всей стадии очаги локализации остаются неподвижными, а амплитуды деформаций в них практически одинаковы. Лишь к концу этой стадии в субмикрорис-

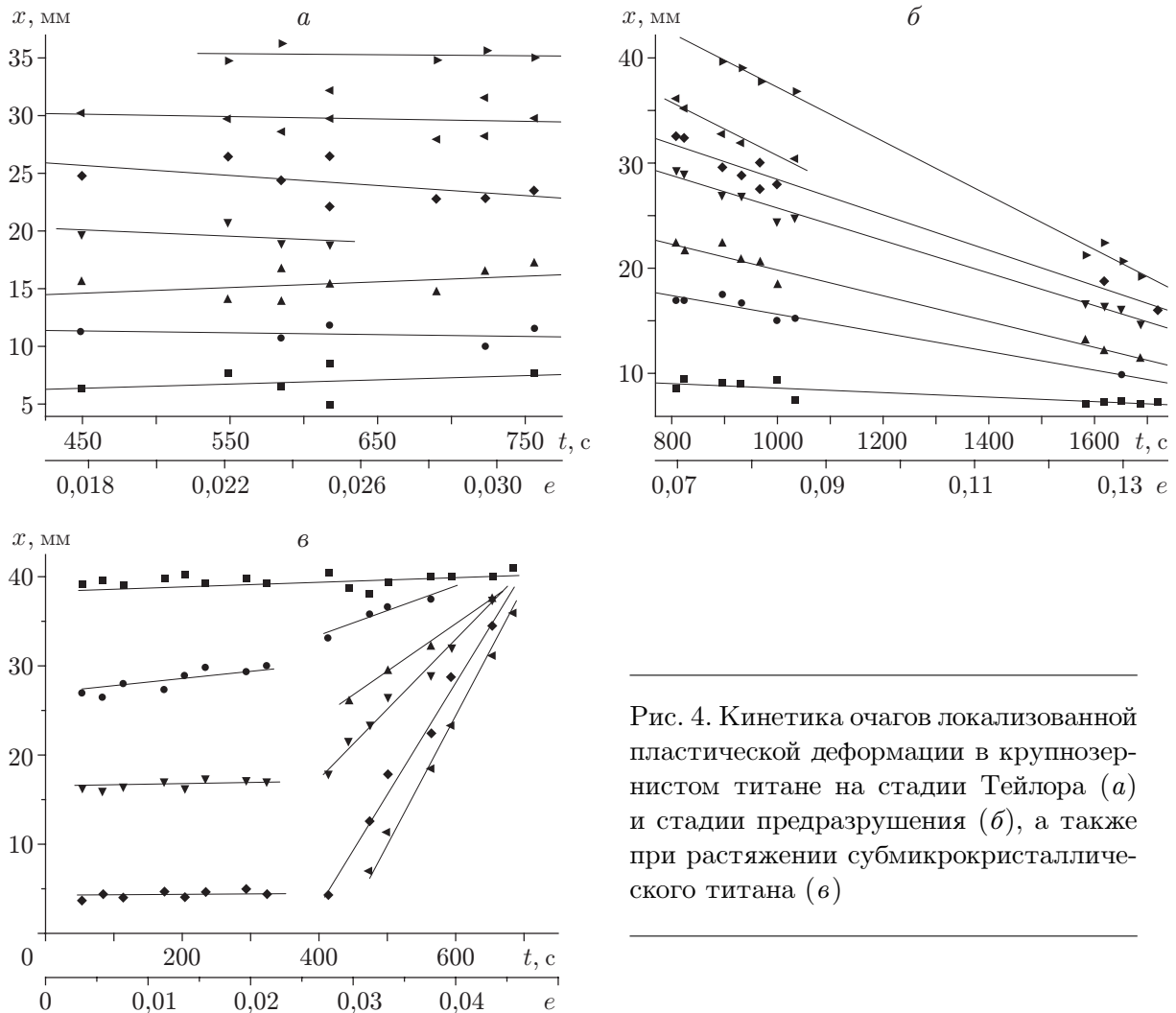


Рис. 4. Кинетика очагов локализованной пластической деформации в крупнозернистом титане на стадии Тейлора (а) и стадии предразрушения (б), а также при растяжении субмикросталлического титана (в)

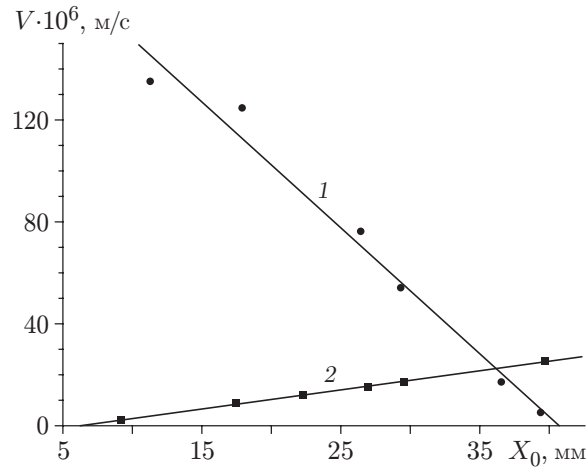
сталлическом титане наблюдается увеличение амплитуды деформации в очаге с координатой  $X_s = 38,5$  мм.

На стадии предразрушения вновь как у крупнозернистого, так и у субмикросталлического титана кинетика очагов локализованной деформации существенно меняется: все зоны локализации, за исключением одной, приходят в движение (рис. 4, б, в). В крупнозернистом титане такая зона имеет координату  $X_s = 7,5$  мм, в субмикросталлическом титане —  $X_s = 38,5$  мм. Для обоих материалов диаграммы движения очагов деформации на стадии предразрушения представляют собой пучки прямых, сходящихся в фокусе  $(X_s, t_f)$  ( $t_f$  — время деформирования до разрушения). Разрушение образцов происходит в области неподвижной зоны локализации [6, 9].

Известно, что диаграммы перемещения любых объектов образуют пучок прямых, при условии если их скорости линейно зависят от начальных координат, т. е. выполняется условие [11]

$$V(X_0) = \alpha X_0 + \beta,$$

где  $X_0$  — начальные координаты объектов;  $\alpha, \beta$  — константы. В рассматриваемом случае скорости движения очагов локализованной пластичности и соответствующие им начальные координаты экспериментально определяются по углу наклона прямых на рис. 4, б, в.

Рис. 5. Зависимость  $V(X_0)$ :

1 — субмикрокристаллический титан, 2 — крупнозернистый титан

На рис. 5 видно, что и для субмикрокристаллического, и для крупнозернистого титана имеет место линейная зависимость  $V(X_0)$ .

Для процесса самосогласованного перемещения очагов локализации на стадии предразрушения

$$\alpha = 1/t_{pf}, \quad \beta = -X_f/t_{pf}$$

( $t_{pf} = t_f - t_0$  — продолжительность стадии предразрушения;  $X_f$  — координата места разрушения;  $t_0$  — время деформирования до наступления этой стадии). Следовательно, константы  $\alpha$  и  $\beta$ , определенные по аппроксимирующим прямым (рис. 5), позволяют оценить время существования образца и координату места разрушения. Для субмикрокристаллического титана  $X_f = 40,5$  мм,  $t_f = 615$  с, для крупнозернистого титана  $X_f = 6$  мм,  $t_f = 2080$  с. Эти значения удовлетворительно согласуются с экспериментально полученными значениями. Так, субмикрокристаллический образец разрушился через 630 с после начала деформирования на расстоянии 39 мм от неподвижного захвата испытательной машины, а крупнозернистый — через 2150 с на расстоянии 7,5 мм от неподвижного захвата.

В работе [9] характер движения доменов локализованной пластической деформации и зависимость его скоростей от координат этих доменов объясняется тем, что на стадии предразрушения деформационные свойства некоторых макроскопических объемов материала изменяются. В [5, 7] показано, что на стадии линейного упрочнения ( $n = 1$ ,  $ds/de = nKe^{n-1} = \theta = \text{const}$  согласно (1)) скорость движения фронтов локализованной пластичности также постоянна и обратно пропорциональна  $\theta$ . На стадии Тейлора ( $n = 0,5$ ) очаги локализации неподвижны. В остальных случаях ( $n \neq 0,5$ ) скорости движения зон локализованной пластической деформации подчиняются закономерности [7, 12]

$$V(n) = V_0(n - q)^2 \quad (2)$$

( $V_0$  — эмпирическая константа;  $q \approx 0,5$ ). Следовательно, любое различие скоростей движения доменов локализованной пластической деформации обусловлено локальным изменением характеристик деформационного упрочнения  $n$  и  $K$  (см. (1)). В работах [7, 9] нормированием выражения (2) по экспериментально полученным значениям скоростей, соответствующих стадии линейного упрочнения ( $V_{II} = \text{const}$ ,  $n \approx 1$ ) и стадии Тейлора ( $V_{III} = 0$ ,  $n \approx 0,5$ ), для ряда материалов определены значения  $V_0$  и оценены значения показателей  $n$  для каждого подвижного домена локализованной пластической деформации на

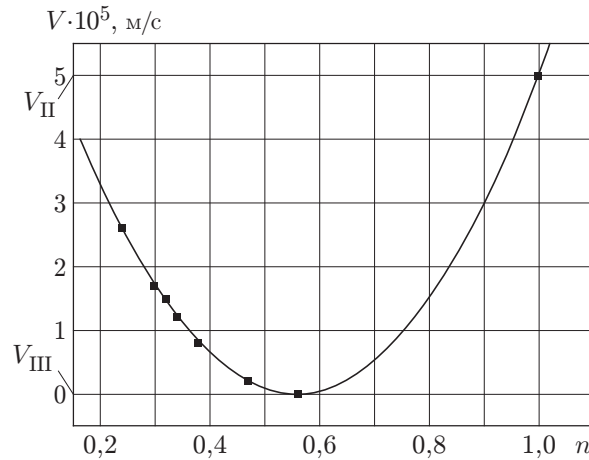


Рис. 6. Зависимость  $V(n)$  в крупнозернистом титане

стадии предразрушения. В настоящей работе данная операция выполнена для крупнозернистого титана (в субмикроструктурном титане  $V_0$  определить невозможно, поскольку отсутствует стадия линейного упрочнения). Результаты расчетов представлены на рис. 6. Видно, что зависимость  $V(n)$  является параболической. Наибольшее значение показателя упрочнения соответствует стационарной зоне локализации, для остальных доменов его значения меньше, причем они меньше среднего значения в целом по стадии предразрушения, равного 0,4.

Таким образом, на стадии предразрушения активная зона пластической деформации уменьшается и в остальной части объема образца пластическое течение затухает. Происходит “конденсация” очагов локализованной пластической деформации и “перетекание” деформационных процессов в шейку разрушения.

В ряде материалов на стадии предразрушения обнаружены наиболее быстро движущиеся домены, для которых  $n < 0$  [9, 13]. Известно, что такое условие соответствует ниспадающей ветви условной диаграммы деформации, однако определяемый для образца в целом показатель параболичности остается положительным. Из этого следует, что при пластическом течении на стадии предразрушения наряду с упрочняющимися могут существовать разупрочняющиеся очаги локализованной пластической деформации. Следует отметить, что домены локализованной пластической деформации с такими деформационными свойствами зарождаются уже на стадии предразрушения. При деформировании крупнозернистого титана все зоны локализации, наблюдавшиеся на стадии предразрушения, сформировались еще на стадии Тейлора, очевидно, поэтому разупрочняющиеся домены здесь не обнаружены.

**Заключение.** Из анализа диаграмм деформации следует, что разрушение образцов из субмикроструктурного титана происходит при более высоких напряжениях и меньших деформациях, чем разрушение образцов из крупнозернистого титана. Основное различие заключается в том, что в субмикроструктурном титане после достижения максимального напряжения  $\sigma_b$  его спад происходит очень медленно, в результате чего накапливается общая деформация, превышающая деформацию на восходящем участке кривой. Это означает, что локальная и глобальная потери устойчивости пластического течения происходят одновременно. В крупнозернистом материале зона будущего разрушения обнаруживается еще до начала формирования макроскопической шейки, т. е. локальная потеря устойчивости происходит достаточно рано, в то время как на глобальном уровне материал продолжает деформироваться квазиоднородно.

На стадии параболического упрочнения и предразрушения закономерности деформационного поведения крупнозернистого и субмикроструктурного титана качественно одинаковы. Предложенный авторами данной работы алгоритм оценки координаты и времени будущего разрушения хорошо согласуется с экспериментальными данными.

Показано, что любое различие скоростей движения доменов локализованной пластической деформации обусловлено локальным изменением характеристик деформационного упрочнения  $n$  и  $K$ . На стадии предразрушения активная зона пластической деформации уменьшается и в остальной части объема образца пластическое течение затухает. Происходит “конденсация” очагов локализованной пластической деформации и “перетекание” деформационных процессов в шейку разрушения. В это время домены локализованной пластической деформации эволюционируют независимо, так что возможно сосуществование упрочняющихся и разупрочняющихся областей материала.

Субмикроструктурный титан имеет высокий по абсолютной величине предел текучести, различие между пределом текучести и временным сопротивлением разрушению составляет 10 %. За счет этих свойств конструкционные материалы, в том числе медицинские имплантаты, могут эксплуатироваться при постоянных температурах в условиях упругой деформации. В то же время значительная пластичность субмикроструктурного титана, имеющая место при глобальной потере устойчивости, может быть использована в технологических целях. В этом случае процесс формоизменения протекает без упрочнения в устойчивом макроскопическом очаге деформации. Такие условия естественным образом создаются при производстве деталей и конструкций путем волочения, экструзии или прокатки. Поскольку при подобных воздействиях субмикроструктурное состояние материала сохраняется, полученные изделия обладают необходимыми эксплуатационными свойствами.

Авторы выражают благодарность Ю. П. Шаркееву и А. Ю. Ерошенко за предоставленные аттестованные образцы из субмикроструктурного титана.

## ЛИТЕРАТУРА

1. **Вихров С. П.** Биомедицинское материаловедение / С. П. Вихров, Т. А. Холомина, П. И. Бегун, П. Н. Афонин. М.: Горячая линия — Телеком, 2006.
2. **Карлов А. В.** Системы внешней фиксации и регуляторные механизмы оптимальной биомеханики / А. В. Карлов, В. П. Шахов. Томск: Изд-во Сиб. гос. мед. ун-та, 2001.
3. **Валиев Р. З.** Наноструктурные материалы, полученные методом интенсивной пластической деформации / Р. З. Валиев, И. В. Александров. М.: Логос, 2000.
4. **Шаркеев Ю. П., Братчиков А. Д., Колобов Ю. Р. и др.** Наноструктурный титан биомедицинского назначения // Физ. мезомеханика. 2004. Т. 7. С. 107–110. (Спецвыпуск).
5. **Зуев Л. Б., Данилов В. И., Семухин Б. С.** Пространственно-временное упорядочение при пластической деформации твердых тел // Успехи физики металлов. 2002. Т. 3, № 3. С. 237–304.
6. **Данилов В. И., Зуев Л. Б., Летахова Е. В. и др.** Типы локализации пластической деформации и стадии диаграмм нагружения металлических материалов с различной кристаллической структурой // ПМТФ. 2006. Т. 47, № 2. С. 176–184.
7. **Zuev L. V.** On the waves of plastic flow localization in pure metals and alloys // Ann. Phys. 2007. V. 16, N 4. P. 286–310.
8. **Хоникомб Р.** Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972.
9. **Зуев Л. Б., Данилов В. И.** О кинетике макродоменов локализованной пластичности на стадии предразрушения металлов // Журн. техн. физики. 2005. Т. 75, вып. 12. С. 102–105.



10. Данилов В. И., Зуев Л. Б., Горбатенко В. В. и др. Использование спеклинтерферометрии для исследования локализации пластической деформации // Завод. лаб. 2006. Т. 72, № 12. С. 40–45.
11. Зельдович Я. Б. Элементы математической физики / Я. Б. Зельдович, А. Д. Мышкис. М.: Наука, 1973.
12. Полетика Т. М., Нариманова Г. Н., Колосов С. В., Зуев Л. Б. Локализация пластического течения в технических сплавах циркония // ПМТФ. 2003. Т. 44, № 2. С. 132–142.
13. Стрельникова А. В., Зуев Л. Б., Данилов В. И. Локализованная пластичность при деформации и разрушении дуралюмина // Физ. мезомеханика. 2006. Т. 9. С. 87–90. (Спецвыпуск).

*Поступила в редакцию 20/III 2007 г.,  
в окончательном варианте — 4/VI 2007 г.*

---