

**ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТОДОМ
НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

Д.А. Турлыкожаева

Научный руководитель: старший научный сотрудник Центра технологий ФТИ М.А. Сурменева
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: dana.1993.21.07@mail.ru

**FEATURES OF THE DETERMINATION OF MECHANICAL CHARACTERISTICS BY THE
NANOINDENTATION METHOD OF MATERIALS FABRICATED BY ADDITIVE
MANUFACTURING FOR MEDICAL APPLICATION**

D.A. Turlykozhayeva

Scientific Supervisor: Senior Researcher of the Center for FTI Technologies M.A. Surmeneva
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: dana.1993.21.07@mail.ru

***Abstract.** The rough samples of titanium were fabricated by electron beam melting (EBM). The calcium phosphate films were deposited via radio frequency magnetron sputtering onto EBM-fabricated titanium substrates. The hardness and elastic modulus of calcium phosphate-coated substrate of VT6 were measured by nanoindentation test. To evaluate the values of the hardness and the Young's modulus of calcium phosphate coating and rough substrate the ten measurements were performed for each load in the range of 10 μ N - 10 mN.*

Введение. В настоящее время особое значение придается прочности и долговечности материалов для создания медицинских имплантатов. В процессе жизнедеятельности человека имплантаты подвергаются значительным механическим нагрузкам. Получение имплантатов с помощью аддитивных технологий является перспективным, однако поверхность полученных сплавов обладает высокими значениями шероховатости. Для улучшения биологической совместимости имплантата поверхность используемых материалов модифицируют. В связи с этим, актуальным вопросом является корректное измерение механических характеристик на наноуровне. Одним из распространенных способов исследования механических свойств на наноуровне является метод наноиндентирования. Однако результаты измерений зачастую не соответствуют истинным характеристикам тонкой пленки, так как учитывается вклад влияния механических характеристик подложки. Кроме этого существенные отклонения измерениям придает и шероховатость поверхности [1].

В данном исследовании для определения модуля Юнга и нанотвердости титана марки VT6 с кальций-фосфатным покрытием используется методика Оливера и Фарра, которая заключается в непрерывном измерении величины приложенной силы P и глубины отпечатка h , построении характерных $P(h)$ диаграмм и учете реальной геометрии используемого индентора. Метод Оливера и Фарра является распространенным и наиболее точным для определения твердости и упругости тонких плёнок, но измерения данным методом несколько затрудняются, это связано с тем, что отклик индентора при его проникновении внутрь образца определяет механические свойства плёнки и подложки

одновременно. Для увеличения статистики измерения твердости образца в данном исследовании используется дополнительно метод Виккерса. Метод Виккерса основан на вдавливании алмазного наконечника в форме правильной четырехгранной пирамиды, с углом при вершине между противоположными гранями 136° и измерении диагонали полученного отпечатка, оставшегося на исследуемой поверхности после снятия заданной нагрузки [2]. Целью данной работы является измерение механических характеристик тонких плёнок на основе кальций-фосфата на подложке ВТ6, полученной аддитивными технологиями, методом Оливера и Фарра, и методом Виккерса.

Экспериментальная часть. В данной работе исследованы образцы на основе сплава титана ВТ6, полученные методом электронно-лучевой плавки (ЭЛП) на установке фирмы «ARCAM» (Mid Sweden University). Для измерения нанотвердости и модуля Юнга образцов использовался прибор Нанотрибоиндентометр TI-950 Triboindenter (Hysitron, USA). Исследуемые образцы имеют высокую шероховатость ($R_a=24$ мкм), с учетом этого измерения проводились в отдельных выбранных локально ровных точках поверхности в диапазоне глубин отпечатка от 15 нм до единиц мкм и диапазоне нагрузок от 10 мкН до 10 мН. При индентировании был использован индентор Берковича. Для измерения микротвердости образца ВТ6 без покрытия использовался стационарный твердомер HV-1000. Для уменьшения шероховатости проводилась шлифовка образца. Микротвердость определялась при значениях скорости нагружения алмазной пирамидки и скорости обратного хода равных 60 мН/мин, время выдержки под нагрузкой 15 с, с нагрузкой 200 и 300 гр. Расчеты велись на основании результатов 10 измерений и нахождения среднего значения [3].

Результаты. На рисунках 1, 3, 4 представлены экспериментальные данные измерений нанотвердости и модуля Юнга. В полученных данных на рисунках с 1, 3, 4 большим разбросом проявляются высокая шероховатость поверхности и сильная неоднородность структуры. Это говорит о наличии существенных неоднородностей поверхности материала покрытия. Данный факт подтверждает изображение, полученное на оптическом микроскопе, представленное на рисунке 2. Так как толщина покрытия составляет 780 нм, то на глубине 1500 – 2000 нм значения характерны для титанового сплава, полученного методом электронно-лучевого плавления.

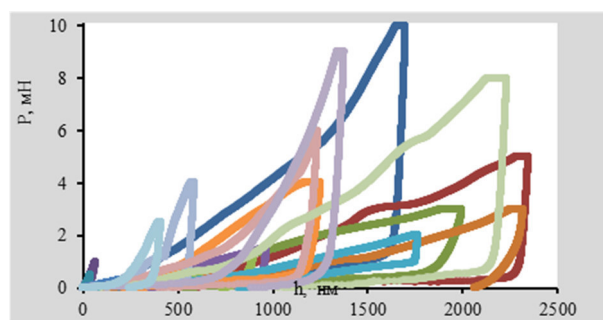


Рис. 1. $P(h)$ диаграммы, полученные при индентировании образца ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием

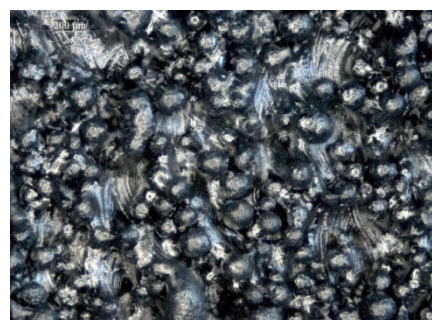


Рис. 2. Оптический снимок поверхности образца титана ВТ6 после осаждения покрытия на основе кальций-фосфата

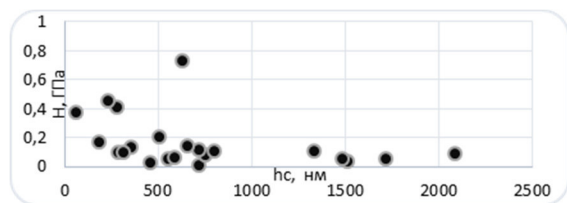


Рис. 3. Зависимость нанотвердости – H от глубины отпечатка – h_c при индентировании образца ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием

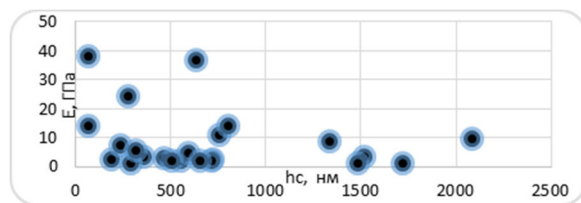


Рис. 4. Зависимость модуля Юнга – E от глубины отпечатка – h_c при индентировании образца ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием

Таким образом, твердость и модуль Юнга для образца на глубине 1500 – 2000 нм имеют значения 0,1 – 0,2 ГПа и 5 – 13 ГПа. Низкие значения полученных данных могут быть объяснимы разными причинами: (1) Измерение системы покрытие подложка приводит к деформации сплава, создавая под индентором композит на основе материала покрытия и подложки. (2) Возможно, структура материала содержит в себе поры и дефекты, приводящие к низким значениям модуля Юнга и твердости. Данные значения являются характерными для значений, оцененных в условиях одноосного сжатия пористого титана, полученного аддитивными технологиями.

Для измерения микротвердости образца ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием, была получена минимальная шероховатость поверхности образца равная 0,206 мкм. Полученная шероховатость является приемлемой для обнаружения отпечатка индентора. При нагрузке 200 гр среднее значение микротвердости по Викерсу (HV) составило 323,83. При нагрузке 300 гр среднее значение микротвердости составило 366,85. Данные значения твердости по Виккерсу для сплава титана марки ВТ6 свидетельствует о высокой твердости сплава [4].

Вывод. Данные результаты исследования позволили определить ряд физико-механических свойств (твердость и модуль Юнга) образцов на основе сплава титан и кальций-фосфатного покрытия в зависимости от глубины отпечатка. Несмотря на проведение исследований в локально выбранных ровных участках материал покрытия имеет существенный разброс локальных физико-механических свойств. Полученные значения микротвердости и модуля Юнга для образцов, полученных аддитивными технологиями, согласно литературным данным являются характерными для сплавов титана марки ВТ6.

Авторы благодарят к.ф.-м.н. А. Коптюга и Е. Мельникова за получение образцов для исследования. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФ 15-13-00043.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Epple M., Surmenev R.A. Bioactive surfaces for hard tissue regeneration // RSC Adv. – 2013. – Т. 3. – № 28. – С. 11057.
2. Surmenev R.A., Surmeneva M.A., Tyurin A.I., Pirozhkova T.S., Shuvarin I.A. Nanoindentation of a hard ceramic coating formed on a soft substrate // Tech. Phys. – 2016. – Т. 86. – № 9. – С. 89–95.
3. Staiger M.P., Pietak A.M., Huadmai J., Dias G. Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials // Biomaterials. – 2006. – Т. 27. – № 9. – С. 1728–1734.
4. Surmenev R.A., Surmeneva M.A., Ivanova A.A. Significance of calcium phosphate coatings for the enhancement of new bone osteogenesis // Acta Biomater. – 2014. – Т. 3. – № 10. – С. 557–579.