

# Розрахунково-експериментальна методика визначення модуля пружності пористих покриттів на підкладці при згинанні.

## Частина 2. Експериментальні дослідження

М.М. Димань<sup>1</sup> • А.В. Молтасов<sup>1</sup> • С.М. Калюжний<sup>1</sup>

Received: 11 August 2022 / Accepted: 14 November 2022

**Анотація.** Як було зазначено у першій частині даної роботи, для визначення модуля пружності одного з шарів двошарового бруса при згинанні необхідно знати модуль пружності іншого шару та згинальну жорсткість всього перерізу. Тому метою представленої частини роботи є експериментальне встановлення зазначених характеристик зразків з покриттями прямокутного поперечного перерізу та підкладки без покриття при трьохточковому згинанні. Представлені результати експериментальних досліджень пружно-геометричних характеристик при згинанні зразків з покриттями зі сплавів ВТ1-00 та КТЦ-110, нанесеними на підкладку зі сплаву ВТ6 методом мікроплазмового напилення, з різним ступенем пористості. Проведені аналітичні розрахунки модуля пружності зазначених покриттів, результати яких дають змогу встановити загальні закономірності його зміни в залежності від їх ступеня пористості.

**Ключові слова:** модуль пружності, покриття, мікроплазмове напилення, згинальна жорсткість, пористість, біомедичні матеріали.

### Вступ

Більшість фізичних, механічних та експлуатаційних властивостей покриттів залежать від однієї з їхніх найважливіших характеристик – пористості [1]. Для деяких керамічних, металічних та металокерамічних матеріалів встановлено [2], що відмінна пористість більш за все відображається на величині модуля пружності.

За результатами численних експериментальних досліджень, наведених в роботі [3], однозначно можна стверджувати лише те, що зі збільшенням ступеня пористості модуль пружності матеріалу знижується. Однак спроби встановити кількісну кореляцію між пористістю та модулем пружності покриття досі не мали успіху, оскільки для матеріалів з різним характером взаємозв'язку елементарних твердих об'ємів функціональні залежності характеристик пружності та міцності від пористості істотно різняться, а універсальні рівняння, що описують ці властивості для тіл з довільною

структурою отримати неможливо [4]. Так для оксиду алюмінію в роботах [5, 6] залежність модуля пружності від пористості описувалася експоненціальною залежністю, в роботі [7] – ступеневою, а в роботі [8] – лінійною. Тому для кожного окремого покриття, виготовленого з конкретного матеріалу за тією чи іншою технологією, модуль пружності необхідно визначати експериментально.

Дослідження виконані в рамках фінансування НАН України за грантом 0121U112006.

### Огляд існуючих досліджень

Дослідження впливу пористості на величину модуля пружності матеріалів ведуться з 50-х років минулого сторіччя. Так у роботі [9] досліджувався вплив малої долі пористості на модуль пружності скла, в результаті була запропонована аналітична залежність для розрахункового визначення модуля пружності при долі пористості менше 2 %. Вперше вплив малої долі пористості на модуль пружності саме покриття, а не компактного матеріалу, досліджували в роботі [10] на прикладі ситалових покриттів на сталевій підкладці. Результати проведених досліджень показали, що модуль пружності покриття знижується із зростанням

✉ М. М. Димань  
mrs\_d@ukr.net

<sup>1</sup> ІЕЗ ім. С.О. Патона НАН України, Київ, Україна

долі його пористості до 10 %. За результатами досліджень [11] було встановлено, що залежність модуля пружності порошкових покриттів, сформованих методом електроконтактного припікання з різних керамічних та металокерамічних матеріалів на сталевій основі, від їх пористості близька до лінійної. Доля пористості при цьому досягала 30 %. Останнім часом для нанесення покриттів широко використовується технологія мікроплазмового наплення [12], яка має деякі суттєві переваги в порівнянні з іншими технологіями нанесення термічних покриттів, особливо важливих при виготовленні покриттів біомедичного призначення [13]. Однак на сьогоднішній день експериментальні дослідження модуля пружності покриттів, нанесених мікроплазмовим методом, з різним ступенем пористості відсутні.

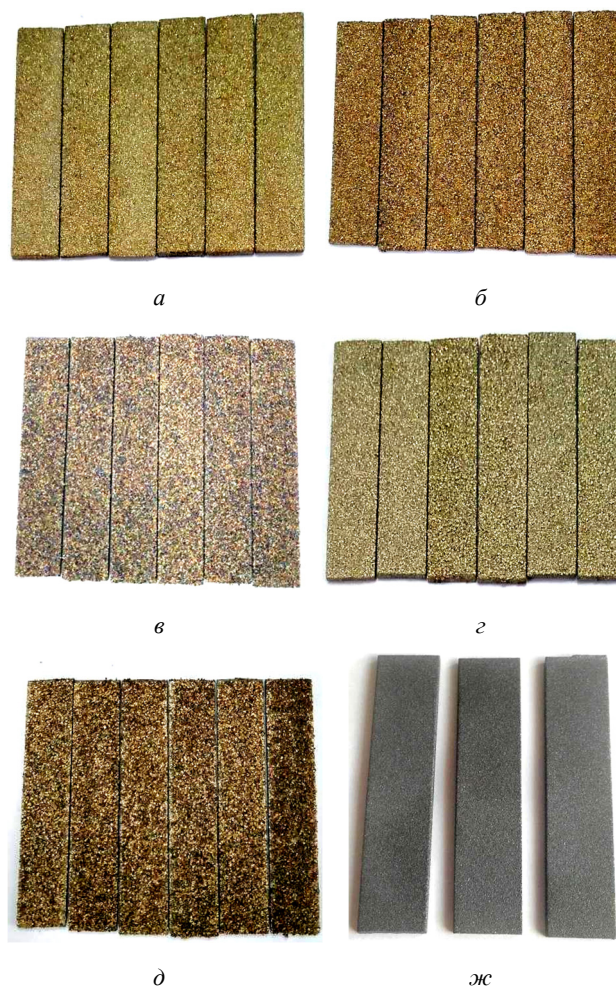
### Мета роботи

З огляду на вищевикладене мета представленої частини роботи полягає в експериментальному встановленні показників згинальної жорсткості зразків прямокутного поперечного перерізу з покриттями, нанесеними методом мікроплазмового наплення, зі сплавів на основі титану та цирконію, які знайшли широке використання при виготовленні покриттів біомедичного призначення, та аналітичному розрахунку на основі цієї пружно-геометричної характеристики модулів пружності покриттів з досліджуваних матеріалів із різним ступенем пористості.

### Експериментальні дослідження

Оскільки на сьогоднішній день титанові сплави знайшли широке застосування в ортопедії [14], а сплави на основі цирконію останнім часом все частіше використовуються в ортопедичній практиці, з огляду на їх більшу біосумісність в порівнянні з титановими сплавами, так як до їх складу не входять токсичні елементи [15]. Тому в якості матеріалів для нанесення покриттів мікроплазмовим методом було обрано титановий сплав VT1-00 та сплав цирконію з ніобієм КТЦ-110. Під час випробувань використовували зразки з покриттями із вказаних сплавів з різним ступенем пористості, нанесеними на підкладку з титанового сплаву VT6, у вигляді прямокутних паралелепіпедів довжиною  $L \approx 50$  мм, шириною  $b = 10,03...10,14$  мм, з товщиною підкладки  $h_b = 1,92...2,00$  мм та товщиною покриттів  $h_c = 0,32...0,40$  мм (рис. 1, а-е). Для визначення модуля пружності підкладки  $E_b$  використовували зразки зі сплаву VT6 без покриття (рис. 1, ж).

Експериментальний метод знаходження модуля пружності зразка полягає у його статичному згинанні на двох опорах та обчисленні шуканого значення в діапазоні пропорційності отриманої діаграми згину.



**Рис. 1.** Зразки зі сплаву VT6 для випробувань на статичний згин: а – з покриттям зі сплаву VT1-00 (пористість 6,5 %); б – з покриттям зі сплаву VT1-00 (пористість 13,7 %); в – з покриттям зі сплаву VT1-00 (пористість 25,0 %); г – з покриттям зі сплаву КТЦ-110 (пористість 2,8 %); д – з покриттям зі сплаву КТЦ-110 (пористість 8,7 %); е – з покриттям зі сплаву КТЦ-110 (пористість 20,3 %); ж – без покриття

Випробування проводили на універсальній механічній розривній машині 2054 P-5 з модернізованими засобами фіксації зусиль та деформацій, пристосованих для вимірювання малих пружних деформацій, оснащеної спеціальною оправкою для випробувань на трьохточкове згинання (рис. 2, а), яка дозволяє записувати діаграму згину в реальному часі зі збереженням даних у цифровому форматі (рис. 2, б).

За діаграмою в діапазоні пропорційності кривої згину визначалися два значення навантаження  $P_1$  та  $P_2$  і викликаних ними прогинів  $f_1$  та  $f_2$  (рис. 3). Модуль пружності зразка при трьохточковому згинанні  $E_B$  розраховували за формулою [16]:

$$E_B = \frac{l^3 (P_2 - P_1)}{4b \cdot h^3 (f_2 - f_1)} = \frac{l^3 (P_2 - P_1)}{4b \cdot (h_b + h_c)^3 (f_2 - f_1)}, \quad (1)$$

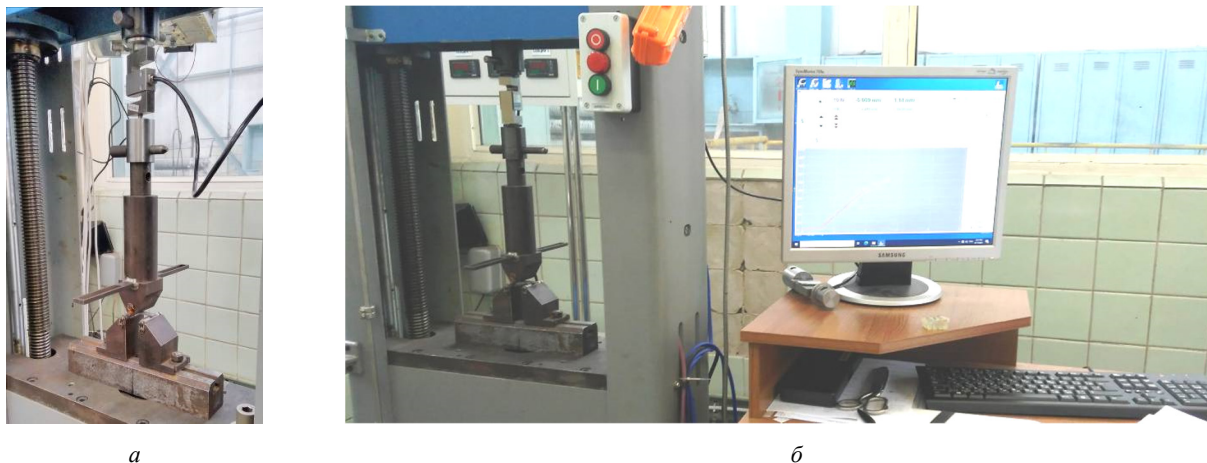


Рис. 2. Експериментальний комплекс 2054 Р-5: а – оправка для випробувань на трьохточкове згинання; б – комп'ютеризований блок управління

де  $l$  – відстань між опорами.

Згинальна жорсткість для однорідного матеріалу ( $E_b = E_c = E$ ) розраховується за формулою [17]:

$$B_x = E \cdot J_x.$$

З урахуванням того, що для прямокутного перерізу осьовий момент інерції визначається за формулою [18]:

$$J_x = \frac{b \cdot h^3}{12},$$

отримаємо остаточний вираз для згинальної жорсткості двохшарового зразка ( $h = h_b + h_c$ ):

$$B_x = E \cdot J_x = E \frac{b \cdot h^3}{12} = E \frac{b \cdot (h_b + h_c)^3}{12}. \quad (2)$$

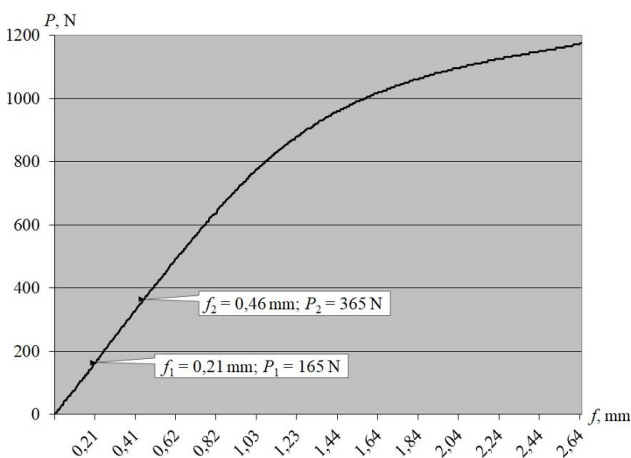


Рис. 3. До вибору точок в діапазоні пропорційності діаграми згину зразка з покриттям зі сплаву КТЦ-110 на підкладці зі сплаву ВТ6 (покриття знаходиться в зоні розтягу, його пористість складає 8,7 %)

Підставляючи (1) в (2), отримували згинальну жорсткість зразка

$$B_x = E_B \frac{b(h_b + h_c)^3}{12} = \frac{l^3 (P_2 - P_1)}{48(f_2 - f_1)}. \quad (3)$$

### Результати експерименту та розрахунку модуля пружності покриттів

За результатами випробувань трьох зразків зі сплаву ВТ6 (див. рис. 1, ж) було встановлено, що середнє значення модуля підкладки складає  $E_b = 109970$  МПа (табл. 1).

При визначенні модулів пружності покриттів з кожного з досліджуваних сплавів для кожного з трьох ступенів пористості випробуванням підлягала серія з шести зразків з покриттям таким чином, щоб у трьох зразках шар покриття знаходився у зоні розтягу, а у трьох інших зразках – у зоні стиску (рис. 4).

Результати випробувань наведені у табл. 2 та 3.

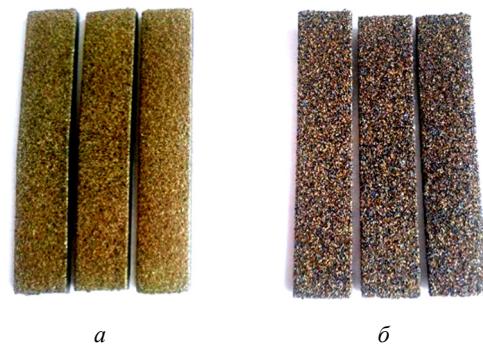


Рис. 4. Зразки з покриттям зі сплаву ВТ1-00 після випробувань на трьохточкове згинання: а – покриття з долею пористості 6,5 % знаходилося у зоні розтягу; б – покриття з долею пористості 25 % знаходилося у зоні стиску

**Таблиця 1.** Результати розрахунку модуля пружності підкладки зі сплаву ВТ6

№ зразка	Ширина зразка ( $b$ ), мм	Висота зразка ( $h_b$ ), мм	Зусилля 1 ( $P_1$ ), Н	Зусилля 2 ( $P_2$ ), Н	Прогин 1 ( $f_1$ ), мм	Прогин 2 ( $f_2$ ), мм	Модуль пружності підкладки ( $E_b$ ), МПа
О1	10,14	2,00	130	330	0,18	0,42	109970
О2	10,12	2,00	200	400	0,25	0,49	110187
О3	10,16	2,00	160	360	0,20	0,44	109754

**Таблиця 2.** Результати розрахунків модулів пружності покриттів зі сплаву ВТ1-00 з різною долею пористості

№ зразка	Зусилля 1 ( $P_1$ ), Н	Зусилля 2 ( $P_2$ ), Н	Прогин 1 ( $f_1$ ), мм	Прогин 2 ( $f_2$ ), мм	Згинальна жорсткість зразка ( $B_x$ ), Н·мм <sup>2</sup>	Модуль пружності покриття ( $E_c$ ), МПа
Пористість 6,5 %, покриття в зоні стиску						
ТМВ1	115	315	0,13	0,32	921814	47130
ТМВ2	210	410	0,22	0,41	921811	47912
ТМВ5	220	420	0,24	0,43	921814	48576
Пористість 6,5 %, покриття в зоні розтягу						
ТМН3	170	370	0,21	0,43	794662	21349
ТМН4	110	310	0,16	0,39	768176	17553
ТМН6	150	350	0,19	0,41	794670	21809
Пористість 13,7 %, покриття в зоні стиску						
ТСВ7	95	295	0,10	0,31	853526	35438
ТСВ8	75	275	0,08	0,29	853526	35602
ТСВ9	130	330	0,15	0,36	853526	38470
Пористість 13,7 %, покриття в зоні розтягу						
ТСН10	135	335	0,18	0,41	768174	17200
ТСН11	160	360	0,23	0,46	768172	17239
ТСН12	175	375	0,25	0,49	743397	14916
Пористість 25,0 %, покриття в зоні стиску						
ТКВ13	100	300	0,11	0,33	823043	21777
ТКВ14	90	290	0,10	0,32	823036	18723
ТКВ15	115	315	0,13	0,35	823049	18070
Пористість 25,0 %, покриття в зоні розтягу						
ТКН16	75	275	0,09	0,33	743392	11780
ТКН17	125	325	0,16	0,40	743393	14275
ТКН18	150	350	0,22	0,47	720162	12255

**Примітка:**

Згинальна жорсткість зразка визначалась за формулою (3). Відстань між опорами в усіх випадках становила  $l = 35$  мм. Модуль пружності покриття розраховували за формулою, наведеної в першій частині даної роботи.

**Таблиця 3.** Результати розрахунків модулів пружності покриттів зі сплаву КТЦ-110 з різною долею пористості

№ зразка	Зусилля 1 ( $P_1$ ), Н	Зусилля 2 ( $P_2$ ), Н	Прогин 1 ( $f_1$ ), мм	Прогин 2 ( $f_2$ ), мм	Згинальна жорсткість зразка ( $B_x$ ), Н·мм <sup>2</sup>	Модуль пружності покриття ( $E_c$ ), МПа
Пористість 2,8 %, покриття в зоні стиску						
ЦМВ1	140	340	0,15	0,35	886357	32868
ЦМВ2	175	375	0,19	0,39	886370	35050
ЦМВ3	140	340	0,16	0,37	853527	36947
Пористість 2,8 %, покриття в зоні розтягу						
ЦМН4	190	390	0,25	0,48	768181	13566
ЦМН5	200	400	0,28	0,52	743499	14295
ЦМН6	150	350	0,2	0,44	743395	12378

Продовження табл. 3

Пористість 8,7 %, покриття в зоні стиску						
ЦСВ7	190	390	0,24	0,45	853533	26152
ЦСВ8	145	345	0,17	0,38	853533	25738
ЦСВ9	165	365	0,19	0,40	853526	24234
Пористість 8,7 %, покриття в зоні розтягу						
ЦСН10	145	345	0,19	0,43	743398	10258
ЦСН11	155	355	0,21	0,46	720164	10765
ЦСН12	120	320	0,18	0,42	743393	11177
Пористість 20,3 %, покриття в зоні стиску						
ЦКВ13	115	315	0,14	0,37	768177	13382
ЦКВ14	185	385	0,20	0,42	794662	11053
ЦКВ15	135	335	0,17	0,40	794669	11776
Пористість 20,3 %, покриття в зоні розтягу						
ЦКН16	170	370	0,24	0,49	720160	7426
ЦКН17	100	300	0,13	0,38	720166	6610
ЦКН18	280	480	0,37	0,61	743394	5198

**Примітка:**

Згинальна жорсткість зразка визначалась за формулою (3). Відстань між опорами в усіх випадках становила  $l = 35$  мм. Модуль пружності покриття розраховували за формулою, наведеної в першій частині даної роботи.

Модуль пружності покриттів з кожного зі сплавів із різною долею пористості визначався як середнє арифметичне значення за трьома випробуваними зразками (табл. 4).

Порівняльні діаграми модулів пружності покриттів зі сплавів ВТ1-00 та КТЦ-110 в зоні розтягу та стиску в залежності від ступеня їх пористості приведені на рис. 5.

З аналізу табл. 4 видно, що для обох сплавів модуль пружності покриття в зоні розтягу істотно менше відповідної величини в зоні стиску за однакової долі пористості. Також необхідно зауважити, що зі збільшенням долі пористості різниця між модулем пружності в зонах розтягу та стиску зменшується. Так при пористості 2,8 % модуль пружності покриття зі сплаву

КТЦ-110 в зоні розтягу складає лише 38,4 % від відповідної характеристики цього ж покриття в зоні стиску, а при пористості 25 % для покриття зі сплаву ВТ1-00 таке відношення становить 65,4 %.

Відомо [19], що модуль пружності зразків комерційно чистого титану (по суті сплав ВТ1-00), виготовлених шляхом спікання порошку, із долею пористості 28,6 % становить 37700 МПа. Отже, зважаючи на те, що максимальний модуль пружності титанового сплаву ВТ1-00 з долею пористості 25,0 % становить 21777 МПа (див. табл. 2, зразок № ТКВ13), можемо зробити висновок, що зі збільшенням долі пористості модуль пружності мікроплазмових покриттів зменшується інтенсивніше, ніж покриттів, виготовлених методом припикання порошку.

**Таблиця 4.** Середні арифметичні значення модулів пружності покриттів зі сплавів ВТ1-00 та КТЦ-110 в зоні розтягу та стиску в залежності від ступеня їх пористості

Сплав ВТ1-00				Сплав КТЦ-110			
Пористість (П), %	Модуль пружності покриття в зоні		$E_c^T / E_c^P, \%$	Пористість (П), %	Модуль пружності покриття в зоні		$E_c^T / E_c^P, \%$
	розтягу ( $E_c^T$ ), МПа	стиску ( $E_c^P$ ), МПа			розтягу ( $E_c^T$ ), МПа	стиску ( $E_c^P$ ), МПа	
6,5	20237	47873	42,3	2,8	13413	34921	38,4
13,7	16452	36503	45,1	8,7	10733	25375	42,3
25,0	12770	19523	65,4	20,3	6411	12070	53,1

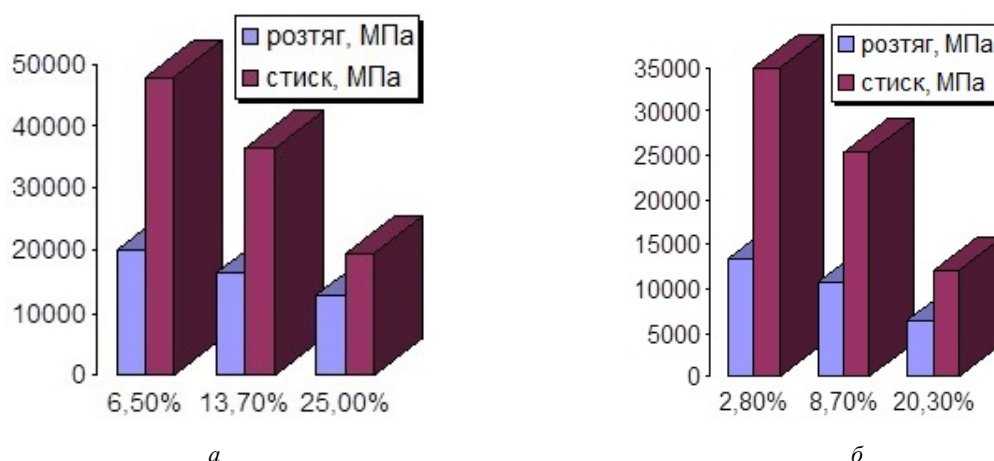


Рис. 5. Порівняння модулів пружності покриттів зі сплавів ВТ1-00 (а) та КТЦ-110 (б) в зоні розтягу та стиску з різним ступенем пористості

## Висновки

1. Розроблено нову розрахунково-експериментальну методику визначення модуля пружності пористого покриття при згинанні без відділення його від підкладки.

2. Проведені випробування на статичний трьохточковий згин зразків прямокутного поперечного перерізу з покриттями зі сплавів ВТ1-00 та КТЦ-110, нанесеними на підкладку зі сплаву ВТ6 методом мікроплазмового напилення, та визначена їх згинальна жорсткість, величина якої, у відповідності до запропонованої методики, входить у формулу для розрахунку модуля пружності покриття.

3. Для покриттів з досліджуваних сплавів із різним ступенем пористості були аналітично розраховані значення модуля пружності. Як і передбачалося, із зростанням долі пористості модуль пружності покриттів зменшувався. Так збільшення долі пористості покриття зі сплаву ВТ1-00 з 6,5 до 25,0 % призвело до зниження модуля пружності в зоні стиску більше ніж вдвічі (з 47873 до 19523 МПа). Для покриття зі сплаву КТЦ-110 при збільшенні долі пористості з 2,8 до 20,3 % модуль пружності в зоні стиску знизився майже втричі (з 34921 до 12070 МПа). Значення модуля пружності в зоні розтягу завжди було меншим за відповідну величину в зоні стиску (до майже 3 разів при малих ступенях пористості), що не суперечить результатам експериментальних досліджень багатьох авторів щодо несучільних матеріалів.

## References

- [1] P.A. Vityaz', V.M. Kapceвич and V.K. SHEleg "Poristye poroshkovye materialy i izdeliya iz nih", Minsk: Vyshejschaya shkola, 1987.
- [2] V.S. Loskutov and L.I. Dekhtyar' "Mechanical properties of plasma sprayed coatings of zirconium boride, copper, and composites of them", *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, No. 7 (24), pp. 570–572, 1985. DOI: 10.1007/BF00795194
- [3] Y. Torres "Conventional powder metallurgy process and characterization of porous titanium for biomedical applications", *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, No. 4 (42), pp. 891–900, 2011. DOI: 10.1007/s11663-011-9521-6
- [4] S.M. Kats "Elastic modulus of materials with a cellular-porous structure", *Strength of Materials*, No. 3 (4), pp. 291–296, 1972. DOI: doi.org/10.1007/BF01528406
- [5] F.P. Knudsen "Dependence of Mechanical Strength of Brittle Polycrystalline Specimens on Porosity and Grain Size", *Journal of the American Ceramic Society*, No. 8 (42), pp. 376–387, 1959. DOI: doi.org/10.1111/j.1151-2916.1959.tb13596.x
- [6] R.M. Spriggs "Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide", *Journal of the American Ceramic Society*, No. 12 (44), pp. 628–629, 1961. DOI: doi.org/10.1111/j.1151-2916.1961.tb11671.x
- [7] K.K. Phani and S.K. Niyogi "Young's modulus of porous brittle solids", *Journal of Materials Science*, No. 1 (22), pp. 257–263, 1987. DOI: doi.org/10.1007/BF01160581
- [8] W. Pabst and E. Gregorová "New relation for the porosity dependence of the effective tensile modulus of brittle materials", *Journal of Materials Science*, No. 10 (39), pp. 3501–3503, 2004. DOI: doi.org/10.1023/B:JMISC.0000026961.12735.2a

- [9] D.P.H. Hasselman and R.M. Fulrath “Effect of Small Fraction of Spherical Porosity on Elastic Module of Glass”, *Journal of the American Ceramic Society*, No. 1 (47), pp. 52–53, 1964. DOI: doi.org/10.1111/j.1151-2916.1964.tb14644.x
- [10] R.W. Rice “Effects of inhomogeneous porosity on elastic properties of ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, No. 9-10 (58), pp. 458–459, 1975. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1975.tb19026.x
- [11] L.A. Lopata “Zavisimost’ modulya uprugosti poroshkovykh pokrytij ot ih poristosti pri elektrokontaktom pripekanii”, *Tekhnika v sil’s’kogospodars’komu virobnictvi, galuzeve mashinobuduvannya, avtomatizaciya*, No. 24 (II), pp. 91–96, 2011. nbuv.gov.ua/UJRN/znpkntu\_2011\_24(2)\_19
- [12] Yu.S. Borisov, A.N. Kyslytsia and S.G. Voinarovych “Peculiarities of the process of microplasma wire spraying”, *The Paton Welding Journal*, No.4, pp. 21–25, 2006.
- [13] S. Voinarovych *et al.*, “Innovative coatings for implants and parts for osteosynthesis”, *Series on Biomechanics*, No. 4 (31), pp. 27–33, 2017. DOI: 10.15593/RJBiomech/2022.1.04
- [14] J. Quinn, R. McFadden, C.-W. Chan, L. Carson “Titanium for Orthopedic Applications: An Overview of Surface Modification to Improve Biocompatibility and Prevent Bacterial Biofilm Formation”, *iScience*, No. 11 (23), Article number 101745, 2020. DOI: doi.org/10.1016/j.isci.2020.101745
- [15] I. Matuła, G. Dercz and J. Barczyk “Titanium/Zirconium functionally graded materials with porosity gradients for potential biomedical applications”, *Materials Science and Technology*, No. 9 (36), pp. 972–977, 2020. doi.org/10.1080/02670836.2019.1593603
- [16] L.I. Tushinskij *et al.*, *Konstruktivnaya prochnost’ kompozicii osnovnoj metall-pokrytie*, Novosibirsk: Nauka, Sibirskaya izdatel’skaya firma RAN, 1996.
- [17] I.A. Birger and R.R. Mavlyutov, *Soprotivlenie materialov*, Moscow: Nauka, uchebnoe posobie, 1986.
- [18] G.S. Pisarenko, O.L. Kvitka and E S. Umans’kij, *Opir materialiv*, Kyiv: Vishcha shkola, G.S. Pisarenka Ed., 2004.
- [19] I.-H. Oh, *et al.*, “Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering”, *Scripta Materialia*, No. 12 (49), pp. 1197–1202, 2003. DOI: doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.08.018

## Calculation and experimental procedure for determining the modulus of elasticity of porous coatings on a substrate during bending.

### Part 2. Experimental research

M.M. Dyman, A.V. Moltasov, S.M. Kalyuzhny

**Abstract.** As it was mentioned in the first part of this work, to determine the modulus of elasticity of one of the layers of a double-layer beam during bending, it is necessary to know the modulus of elasticity of the other layer and the bending stiffness of the entire section. Therefore, the purpose of the presented part of the work is to experimentally establish the specified characteristics of coated samples of rectangular cross-section and substrate without coating during three-point bending. The results of experimental studies of elastic-geometric characteristics during bending of samples with coatings of VT1-00 and KTC-110 alloys, applied to a substrate of VT6 alloy by microplasma sputtering, with different degrees of porosity, are presented. Analytical calculations of the modulus of elasticity of the specified coatings were carried out, the results of which make it possible to establish the general regularities of its change depending on their degree of porosity.

**Keywords:** modulus of elasticity, coating, microplasma spraying, bending stiffness, porosity, biomedical materials.