



Wpływ ciśnienia prasowania i szybkości nagrzewania na zużycie tribologiczne spieków z proszku Ti6Al4V wytwarzanych metodą SPS

Influence of compaction pressure and heating rate on tribological wear of sinters from Ti6Al4V powder manufactured by SPS

(1) D. Garbiec*, (2) A. Mróz, (3) T. Wiśniewski, (4) M. Miler, (5) F. Heyduk, (6) M. Gierzyńska-Dolna

Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

Informacje o artykule

Data przyjęcia: 13.05.2015
Data recenzji: 28.05.2015
Data akceptacji: 30.06.2015

Wkład autorów

- (1) Autor koncepcji, założeń i metod
- (2) Autor założeń, metod i przeprowadzenie badań
- (3) Autor metod i opracowanie wyników
- (4) Przeprowadzenie badań
- (5) Przeprowadzenie badań
- (6) Autor koncepcji i założeń

Streszczenie

Stop Ti6Al4V ze względu na swoje właściwości znajduje zastosowanie nie tylko w technice, ale także w medycynie, np. na implanty porowate, jak i lite. W przypadku implantów litych, ważnym problemem są niezadowalające właściwości tribologiczne tego stopu. Celem ich poprawy stosuje się nowe techniki wytwarzania do których zalicza się metodę iskrowego spiekania plazmowego (*spark plasma sintering* – SPS). W artykule przedstawiono wyniki wstępnych badań tribologicznych spieków z proszku Ti6Al4V wytworzonych tą metodą. Spiekanie z wykorzystaniem urządzenia HP D 25-3 prowadzono w temperaturze 1000°C w czasie 5 min przy ciśnieniu prasowania wynoszącym odpowiednio 5, 25 i 50 MPa z szybkością nagrzewania wynoszącą odpowiednio 200, 300 i 400°C/min. Wytworzone spieki poddano pomiarom gęstości i twardości, obserwacjom mikrostruktury oraz testom tarciowo-zużyciowym z wykorzystaniem testera tribologicznego T-05 (skojarzenie badawcze blok–pierścień) przy obciążeniu skojarzenia badawczego siłą odpowiednio 120, 220 i 320 N. Testy realizowano ze stałą prędkością wynoszącą 0,36 m/s na drodze tarcia 1000 m. Przedstawiono zależność zmiany współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia oraz określono zużycie masowe i objętościowe badanych materiałów. Przeprowadzono również obserwacje morfologii powierzchni trących spieków. Wykazano, że najmniejszym zużyciem tribologicznym odznaczają się spieki wytworzone przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa z szybkością nagrzewania wynoszącą 400°C/min, a głównym mechanizmem zużycia tribologicznego było zużycie ścierne. Na powierzchniach trących badanych próbek nie stwierdzono śladów zużycia adhezyjnego.

Słowa kluczowe: iskrowe spiekanie plazmowe, Ti6Al4V, badania tarciowo-zużyciowe

Article info

Received: 13.05.2015
Reviewed: 28.05.2015
Accepted: 30.06.2015

Abstract

The Ti6Al4V alloy due to its characteristics is applicable not only in technology but also in medicine, such as porous implants and solid ones. In the case of solid implants, a major problem is inadequate tribological properties of this alloy and in order to improve them, new manufacturing techniques which include the method of spark plasma sintering are applied. The article presents the preliminary tribological results of sinters from Ti6Al4V powder produced by the SPS method. Sintering using an HP D 25-3 was carried out at 1000°C over 5 min at a compaction pressure of respectively 5, 25 and 50 MPa at a heating rate of 200, 300 and 400 °C/min. The resulting sinters were measured for density and hardness, subjected to microstructure observations and friction and wear tests using the tribological tester T-05 (block–ring tribosystem) at tribosystem load for-

* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: dariusz.garbiec@inop.poznan.pl

* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: dariusz.garbiec@inop.poznan.pl

Authors' contribution

- (1) Author of the concept, assumptions and methods
- (2) Author of the assumptions, methods and investigation
- (3) Author of the methods and results analysis
- (4) Investigation
- (5) Investigation
- (6) Author of the concept and assumptions

ces of 120, 220 and 320 N. The tests were carried out at a constant speed of 0.36 m/s on a friction path of 1000 m. The dependence of the friction coefficient changes as a function of friction path as well as specified mass and volume wear of the tested materials is presented. Observations of the bearing surface morphology of the sinters were also conducted. It was shown that the sinters fabricated at a compaction pressure of 50 MPa and heating rate of 400°C/min demonstrated the least tribological wear, and the main tribological wear mechanism was abrasive wear. On the bearing surface of the tested samples there were no signs of adhesive wear.

Keywords: spark plasma sintering, Ti6Al4V, friction and wear tests

1. WPROWADZENIE

Stop Ti6Al4V ze względu na właściwości mechaniczne, fizyczne, chemiczne, wysoką odporność korozyjną, a także dużą biokompatybilność jest stosowany zarówno na implanty porowate, jak i lite [1–4]. W porównaniu do innych biomateriałów znajdujących zastosowanie na elementy trące endoprotez, stop ten charakteryzuje się mniej korzystnymi właściwościami tribologicznymi [5–8].

Proces zużycia tribologicznego stopów tytanu przebiega czteroetapowo [9]:

1. odkształcenie plastyczne na styku współpracujących powierzchni,
2. powstanie strefy wpływu ciepła (w warunkach tarcia suchego),
3. zużycie adhezyjne, które wpływa na modyfikację warunków ślizgowych między wzajemnie współpracującymi powierzchniami,
4. modyfikacja etapu 3.

Fellah i inni [10], przeprowadzając badania właściwości tribologicznych stopów Ti6Al4V oraz Ti6Al7Nb, wykazali, że pierwszy z nich charakteryzuje się większą odpornością na zużycie. Ponadto zauważyli, że mechanizm zużycia dla stopu Ti6Al4V zmienia się w zależności od prędkości ślizgania.

Przy małych prędkościach obserwowano odrywanie się całych cząstek od powierzchni trącej, natomiast przy większych prędkościach występowało odkształcenie plastyczne oraz zużycie adhezyjne.

Zastosowanie metody SPS pozwala niejednokrotnie uzyskać nowe właściwości znanych materiałów wytwarzanych konwencjonalnymi technikami [11–12]. Celem poprawy właściwości

2. INTRODUCTION

Ti6Al4V alloy is used for porous and solid implants, because of its mechanical, physical and chemical properties, corrosion resistance and high biocompatibility [1–4]. Compared to other biomaterials, it is characterized by less favorable tribological properties [5–8].

The tribological wear process of titanium alloys proceeds in four steps [9]:

1. plastic deformation on the connection between the mating surfaces,
2. creation of a heat affected zone (dry friction conditions),
3. adhesive wear, which affects the modification of the sliding conditions between mutually mating surfaces,
4. modification of the third step.

Fellah et al. [10] by conducting research on the tribological properties of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb alloys, showed that the first one has a greater resistance to wear. Furthermore, they noted that the wear mechanism for the Ti6Al4V alloy varies depending on the sliding speed.

At low speeds, detachment of whole particles from the bearing surface was observed, while at higher speeds plastic deformation occurred, and adhesive wear.

Applying SPS enables one to often obtain new properties of known materials produced by conventional techniques [11–12]. To improve the tri-

tribologicznych stopu Ti6Al4V autorzy niniejszej pracy wytworzyli spieki z wykorzystaniem metody iskrowego spiekania plazmowego (SPS). Spiekanie prowadzono, stosując różne ciśnienia prasowania oraz różne szybkości nagrzewania.

2. MATERIAŁ I METODY BADAŃ

Do badań wykorzystano proszek stopu Ti6Al4V (0–15 μm) o czystości 99,9% (dane producenta), który spiekano za pomocą urządzenia do iskrowego spiekania plazmowego HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH). Proces spiekania realizowany był w próżni w temperaturze 1000°C z szybkością nagrzewania wynoszącą odpowiednio 200, 300 i 400°C/min przy ciśnieniu prasowania wynoszącym odpowiednio 5, 25 i 50 MPa. Czas spiekania wynosił 5 minut. Z wytworzonych spieków o wymiarach $\text{Ø}40 \times 10$ mm, za pomocą urządzenia do obróbki elektroerozyjnej (WEDM), wycięto próbki do badań.

Gęstość pozorną wyznaczono metodą Archimedeasa zgodnie z normą ISO 2738:2001. Pomiar twardości metodą Vickersa przeprowadzono zgodnie z normą ISO 6507-1, przy obciążeniu wynoszącym 50 g, z wykorzystaniem twardościomierza FM-800 (Future-Tech). Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono na trawionych zgładach (10 ml kwasu fluorowodorowego + 15 ml kwasu azotowego) za pomocą mikroskopu świetlnego Eclipse L150 (Nikon). Testy tarciovo-zużyciowe przeprowadzono zgodnie ze standardem ASTM G77, przy użyciu testera tribologicznego T-05 (Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy). Skojarzenie badawcze stanowił nieruchomy blok, wycięty ze spieku Ti6Al4V, dociskany siłą ($F = 120\text{N}$, 220N i 320N) do pierścienia wykonanego ze stali łożyskowej 100Cr6 (twardość 60 HRC), obracającego się ze stałą prędkością 0,36 m/s na drodze 1000 m. Testy realizowano w temperaturze otoczenia bez udziału środka smarnego. W przypadku próbek charakteryzujących się najgorszymi właściwościami tribologicznymi nie realizowano testów przy obciążeniu 320 N. Wynik badań tarciovo-zużyciowych przedstawiono jako porównanie przebiegu

biological properties of the Ti6Al4V alloy, the authors of this study have produced sinters using the method of spark plasma sintering (SPS). Sintering was performed using different compaction pressures and different heating rates.

2. MATERIAL AND METHODS

In the study Ti6Al4V alloy powder (0–15 microns) with a purity of 99.9% (manufacturer's data) was used, which was sintered with a device for spark plasma sintering – HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH). The sintering process was carried out under vacuum at a temperature of 1000°C at heating rates of 200, 300 and 400°C/min at compaction pressures of respectively 5, 25 and 50 MPa. The sintering time was 5 minutes. From the produced sinters with dimensions $\text{Ø}40 \times 10$ mm, samples were cut for testing by means of WEDM.

The apparent density was determined by the Archimedes method in accordance with ISO 2738: 2001. Vickers hardness measurements were carried out according to ISO 6507-1, with a load of 50 g, by using a hardness tester FM-800 (Future-Tech). Observations of the microstructure were performed on etched metallographic sections (10 ml hydrofluoric acid + 15 ml of nitric acid) using a light microscope Eclipse L150 (Nikon). Friction and wear tests were performed according to the ASTM G77 standard, using the tribological tester T-05 (Institute for Sustainable Technologies – National Research Institute). The tribosystem consisted of stationary block cut out of a Ti6Al4V sinter, load by force ($F = 120\text{N}$, 220N and 320N) to a ring made from 100Cr6 bearing steel (hardness of 60 HRC), which is rotated at a constant speed of 0.36 m/s along a path of 1000 m. The tests were carried out at ambient temperature without a lubricant. For the samples demonstrating the worst tribological properties, tests with a load of 320 N were not carried out. The results of the friction and wear tests are presented as a comparison of the course of changes in the friction coefficient as a function of friction, as well as to compare the mass and

zmian wartości współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia oraz porównanie zużycia masowego i objętościowego. Bezpośrednio przed, jak i po zakończeniu testów próbki myto w acetonie przy użyciu myjki ultradźwiękowej, dokładnie suszono, a następnie ważono przy użyciu wagi laboratoryjnej R200D (Sartorius). Pomiarzy chropowatości przeprowadzono z wykorzystaniem profilometru Hommel Etamic T8000RC (Jenoptik AG). Ocenę mechanizmu zużycia badanych materiałów dokonano na podstawie obserwacji powierzchni trących za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect S (FEI).

3. WYNIKI BADAŃ

W tab. 1 przedstawiono wyniki pomiarów gęstości i twardości spieków z proszku Ti6Al4V, konsolidowanego z wykorzystaniem metody SPS, przy zastosowaniu różnych ciśnień prasowania i szybkości nagrzewania. Otrzymane spieki o gęstości względnej od 93,03 do 99,55% charakteryzują się mikrotwardością od 293 do 373 HV_{0.05}. Największą gęstością i twardością odznaczają się materiały spiekane przy ciśnieniu prasowania 25 i 50 MPa, niezależnie od zastosowanej szybkości nagrzewania. Na rys. 1 przedstawiono mikrostruktury spieków wytworzonych przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 25 i 50 MPa z szybkością nagrzewania wynoszącą 400°C/min. We wszystkich przypadkach widoczna jest struktura dwufazowa α/β oraz wydzielenia fazy α' powstałe podczas szybkiego chłodzenia spieków.

volume wear. Immediately before and after the tests, the samples were washed in acetone by using an ultrasonic bath, thoroughly dried and then weighed with an analytical scale – R200D (Sartorius). Roughness measurements were performed using a Hommel profilometer ETAMIC T8000RC (Jenoptik AG). Assessment of the wear mechanism of the tested materials was based on observations of the bearing surfaces with a scanning electron microscope Inspect S (FEI).

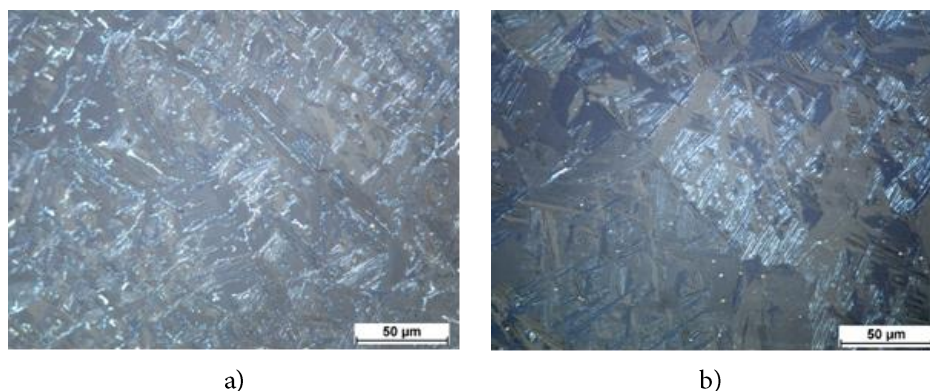
3. RESEARCH RESULTS

Tab. 1 shows the density and hardness measurement results of Ti6Al4V sinters, consolidated using the SPS method applying different compaction pressures and heating rates. The obtained sinters of a relative density from 93.03 to 99.55% have a microhardness between 293 to 373 HV_{0.05}. The highest density and hardness is exhibited by the materials sintered at compaction pressures of 25 and 50 MPa, irrespective of the heating rates. Fig. 1 shows the microstructure of sinters produced using compaction pressures of 25 and 50 MPa at a heating rate of 400°C/min. In all the cases, a two-phase α/β structure as well as separation of the α' phase arose during rapid cooling of the sinters.

Tab. 1. Wyniki pomiarów gęstości i mikrotwardości spieków Ti6Al4V

Tab. 1. Results of density and microhardness measurements of Ti6Al4V sintered materials

Ciśnienie prasowania [MPa] Compaction pressure [MPa]	Szybkość nagrzewania [°C/min] Heating rate [°C/min]	Gęstość względna [%] Relative density [%]	Twardość [HV _{0.05}] Hardness [HV _{0.05}]
5	200	94,16 ± 1,80	293 ± 22
	300	93,03 ± 2,25	325 ± 19
	400	95,73 ± 0,67	318 ± 14
25	200	98,43 ± 0,22	346 ± 19
	300	99,55 ± 0,90	352 ± 12
	400	99,10 ± 0,67	345 ± 14
50	200	98,20 ± 0,90	348 ± 15
	300	97,30 ± 0,90	373 ± 25
	400	98,88 ± 1,12	352 ± 22

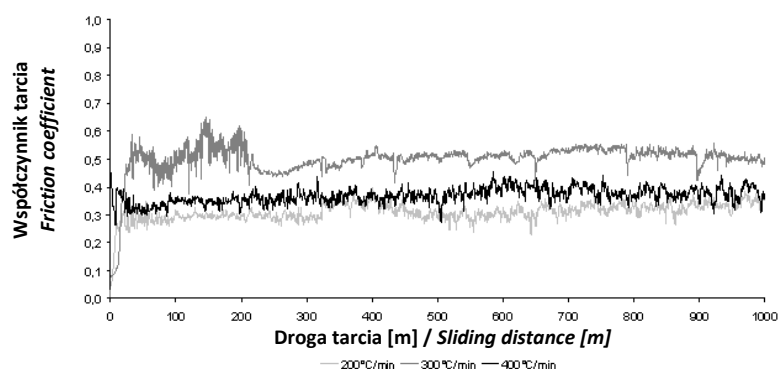


Rys. 1. Mikrostruktura stopu Ti6Al4V spiekanego z szybkością nagrzewania 400°C/min przy ciśnieniu prasowania a) 25 MPa i b) 50 MPa

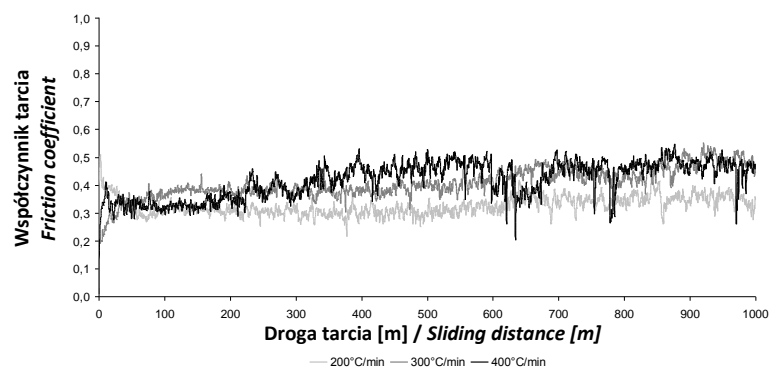
Fig. 1. Microstructure of Ti6Al4V alloy sintered with heating rate of 400°C/min and compaction pressure of: a) 25 MPa and b) 50 MPa

Na rys. 2a–c przedstawiono zależność zmiany współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia (obciążenie 120 N). Współczynnik tarcia miał stabilny przebieg i zmieniał się w przedziale 0,3 do 0,5 dla wszystkich spieków, za wyjątkiem materiału spiekanego przy ciśnieniu prasowania 5 MPa i szybkości nagrzewania wynoszącej 300°C/min. Dla tego spieku obserwowano współczynniki tarcia rzędu 0,5–0,6 oraz wydłużony okres do-tarcia (do 200 m).

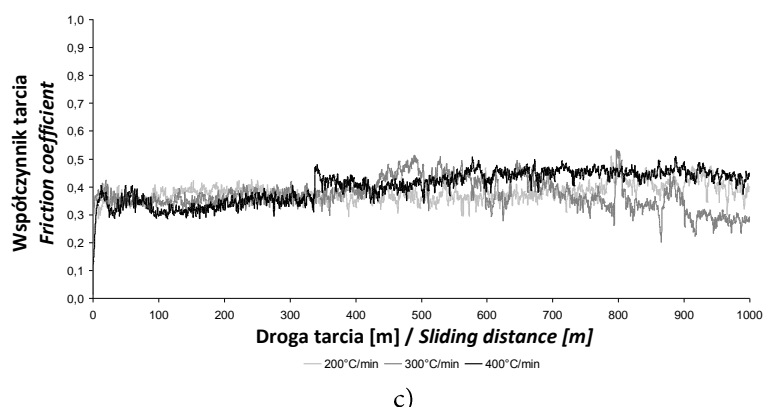
Fig. 2 a–c shows the relationship between the changes in the friction coefficient in relation to sliding (load of 120 N). The friction coefficient had a stable course and varied in the range of 0.3 to 0.5 for all the sinters with the exception of the sintered material at the compaction pressure of 5 MPa and heating rate of 300°C/min. For that sinter, friction coefficients of 0.5–0.6, and an extended running-in stage (up to 200 m) were observed.



a)



b)



Rys. 2. Porównanie współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia dla spieków Ti6Al4V wytworzonych przy ciśnieniu prasowania: a) 5 MPa, b) 25 MPa, c) 50 MPa; obciążenie 120 N

Fig. 2. Comparison of the coefficient of friction in relation to sliding distance for Ti6Al4V sintered with compaction pressure: a) 5 MPa, b) 25 MPa, c) 50 MPa; load 120 N

Badane materiały charakteryzowały się różną odpornością na zużycie tribologiczne. W tab. 2 przedstawiono wyniki pomiarów zużycia masy i obliczeń zużycia objętościowego. Na podstawie wyników badań można stwierdzić, że spiekanie przy różnym ciśnieniu prasowania i przy różnej szybkości nagrzewania wpływa na zużycie tribologiczne spieków. Porównując wartości zużycia badanych materiałów, wykazano, że najmniejszym zużyciem tribologicznym odznaczają się materiały spiekane przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa z szybkością nagrzewania wynoszącą 400°C/min.

The test materials were characterized by different resistance to tribological wear. Tab. 2 shows the weight loss measurements and the results of the volume wear calculations. Based on the results, it can be concluded that sintering at various compaction pressures and different heating rates affect the tribological wear of sinters. Comparing the wear test values of the materials, it was shown that the least wear tribological was demonstrated by the materials sintered at a compaction pressure of 50 MPa and heating rate of 400°C/min.

Tab. 2. Wpływ ciśnienia prasowania i szybkości nagrzewania na zużycie tribologiczne spieków Ti6Al4V
Tab. 2. Effect of compaction pressure and heating rate on tribological wear of Ti6Al4V sintered materials

Ciśnienie prasowania [MPa] Compaction pressure [MPa]	Szybkość nagrzewania [°C] Heating rate [°C]	Zużycie tribologiczne / Tribological wear		
		120 N	220 N	320 N
5	200	0,0423 g (10,095 mm ³)	0,0678 g (16,181 mm ³)	0,1991 g (47,518 mm ³)
	300	0,1103 g (26,643 mm ³)	0,2133 g (51,522 mm ³)	—
	400	0,0425 g (9,977 mm ³)	0,0754 g (17,700 mm ³)	0,1891 g (44,390 mm ³)
25	200	0,0545 g (12,443 mm ³)	0,0798 g (18,219 mm ³)	0,2201 g (50,251 mm ³)
	300	0,0507 g (11,445 mm ³)	0,0879 g (19,842 mm ³)	0,1927 g (43,499 mm ³)
	400	0,0342 g (7,755 mm ³)	0,0970 g (21,995 mm ³)	0,2283 g (51,769 mm ³)

Ciśnienie prasowania [MPa] Compaction pressure [MPa]	Szybkość nagrzewania [°C] Heating rate [°C]	Zużycie tribologiczne / Tribological wear		
		120 N	220 N	320 N
50	200	0,0665 g (15,217 mm ³)	0,1039 g (23,776 mm ³)	—
	300	0,0370 g (8,545 mm ³)	0,0960 g (22,171 mm ³)	0,2134 g (49,284 mm ³)
	400	0,0327 g (7,432 mm ³)	0,1097 g (24,932 mm ³)	0,1977 g (44,932 mm ³)

W tab. 3 przedstawiono wyniki pomiarów chropowatości R_a powierzchni trących przed i po testach tribologicznych. Wyjściowa chropowatość powierzchni próbek różniła się od siebie, co związane jest z różną porowatością materiałów, zależną od zastosowanych parametrów spiekania. Niezależnie od zastosowanego ciśnienia prasowania i szybkości nagrzewania, zwiększanie siły obciążającej skojarzenie badawcze wpływa na zwiększenie chropowatości R_a .

Tab. 3 shows the results of the R_a roughness measurements of the bearing surfaces after tribological tests. The initial surface roughness of the samples differ from each other, which is associated with the different porosity of the materials, depending on the sintering parameters used. Regardless of the compaction pressure and heating rate, increasing the tribosystem load force increases R_a roughness.

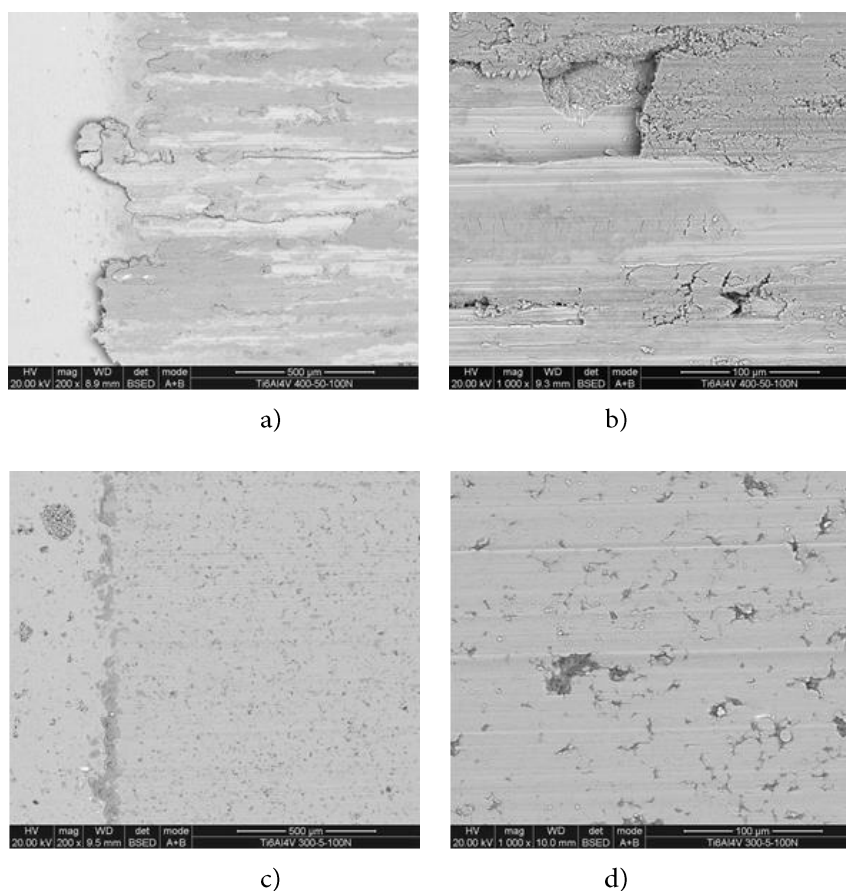
Tab. 3. Wpływ ciśnienia prasowania i szybkości nagrzewania na chropowatość R_a spieków Ti6Al4V

Tab. 3. Effect of compaction pressure and heating rate on roughness of Ti6Al4V sintered materials

Ciśnienie prasowania [MPa] Compaction pressure [MPa]	Szybkość nagrzewania [°C/min] Heating rate [°C/min]	Chropowatość R_a [μm] / Roughness R_a [μm]			
		Przed testem Before the test	120 N	220 N	320 N
5	200	0,14 ± 0,03	1,79 ± 0,08	2,54 ± 0,10	3,51 ± 0,54
	300	0,12 ± 0,01	0,69 ± 0,01	0,88 ± 0,07	-
	400	0,08 ± 0,00	2,43 ± 0,10	3,62 ± 0,35	4,33 ± 0,16
25	200	0,13 ± 0,03	2,33 ± 0,08	2,33 ± 0,09	4,06 ± 0,41
	300	0,09 ± 0,01	2,27 ± 0,11	2,88 ± 0,16	3,63 ± 0,17
	400	0,07 ± 0,01	2,43 ± 0,10	3,62 ± 0,35	4,33 ± 0,16
50	200	0,12 ± 0,03	3,25 ± 0,82	3,75 ± 0,22	-
	300	0,10 ± 0,00	1,95 ± 0,11	4,27 ± 0,13	3,63 ± 0,27
	400	0,06 ± 0,01	2,24 ± 0,01	2,97 ± 0,07	4,10 ± 0,13

Obserwacje SEM morfologii powierzchni trących po zakończeniu testów tribologicznych wybranych próbek przedstawiono na rys. 3.

SEM observations of the bearing surface morphology after completion of the tribological tests of selected samples are shown in Fig. 3.



Rys. 3. Morfologia powierzchni trących próbek Ti6Al4V po zakończeniu testów tribologicznych, które spiekano: a) i b) pod ciśnieniem 50 MPa z szybkością nagrzewania 400°C/min oraz c) i d) 5 MPa i 300°C/min; SEM w kontraście elektronów wtórnie rozproszonych

Fig. 3. Surface morphology of the Ti6Al4V bearing surfaces after the tests, sintered with: a) and b) compaction pressure 50 MPa and heating rate 400°C/min and c) and d) compaction pressure 5 MPa and heating rate 300°C/min; SEM in backscattered electron contrast

Przeprowadzone obserwacje wykazały, że głównym mechanizmem zużycia tribologicznego było zużycie ściernie. W przypadku próbki charakteryzującej się największą odpornością na zużycie tribologiczne (szybkość nagrzewania 400°C/min, ciśnienie prasowania 50 MPa) niszczenie warstwy wierzchniej następowało na skutek mikroskrawającego, mikrobruzdującego i mikrorysującego oddziaływania produktów zużycia znajdujących się pomiędzy powierzchniami trącymi. Na powierzchniach trących stwierdzono ślady odkształcenia plastycznego (rys. 3a). Kierunek odkształcenia plastycznego przebiegał równoległe do kierunku ruchu przeciwpróbki.

These observations have shown that the main tribological wear mechanism was abrasive wear. In the case of the sample characterized by the highest resistance to tribological wear (heating rate 400°C/min, compaction pressure 50 MPa), damage to the surface layer ensued as a result of the microcutting, microsoiling, microscratching impact of the wear products between the friction surfaces. On the bearing surfaces the evidence of plastic deformation was observed (Fig. 3a). The direction of plastic deformation was parallel to the direction of countersample movement. The wear products as a result of plastic deformation

Produkty zużycia, wskutek odkształcenia plastycznego, tworzyły ciągły film oddzielający od siebie powierzchnie trące. Po osiągnięciu krytycznej grubości film wykazywał tendencję do rozwarstwiania się (rys. 3b).

Na powierzchni trącej próbki charakteryzującej się najmniejszą odpornością na zużycie tribologiczne (szybkość nagrzewania 300°C/min, ciśnienie prasowania 5 MPa) widoczne były pory otwarte oraz obszary niepełnej konsolidacji proszku. Do intensyfikacji procesu zużycia ściernego przyczyniły się produkty zużycia o względnie dużych wymiarach (rys. 3d). Na powierzchniach trących badanych próbek nie stwierdzono śladów zużycia adhezyjnego.

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzono, że właściwości tribologiczne spieków wytworzonych z proszku Ti6Al4V zależą od parametrów spiekania metodą SPS. Para trąca z udziałem spieku Ti6Al4V wytworzonego z szybkością nagrzewania 200°C/min charakteryzuje się mniejszym współczynnikiem tarcia (0,3–0,4) w porównaniu do materiałów spiekanych z szybkością nagrzewania 300 i 400°C/min, gdzie współczynnik tarcia zmienia się w przedziale 0,4–0,5. Wartość ta jest charakterystyczna dla tego typu skojarzeń materiałowych testowanych bez udziału cieczy smarującej [10]. Nie wykazano istotnego wpływu ciśnienia prasowania na zmianę współczynnika tarcia, natomiast zmiana tego parametru wpływała na zużycie tribologiczne. Dominującym rodzajem zużycia tribologicznego było zużycie ściernie. Na powierzchniach trących obserwowano ślady odkształcenia plastycznego. Podobnych obserwacji dokonali m.in. autorzy prac [13, 14]. Nie stwierdzono z kolei śladów zużycia adhezyjnego.

PODZIĘKOWANIA

Badania zostały zrealizowane w ramach pracy statutowej Instytutu Obróbki Plastycznej w Poznaniu BS 901 25 pt. „Wytwarzanie biozgodnych

formed a continuous film, separating the friction surfaces. After reaching critical thickness, the film tended to delaminate (Fig. 3b).

The bearing surface of the sample with the smallest resistance to tribological wear (heating rate 300°C/min, compaction pressure of 5 MPa), open pores and areas of incomplete consolidation of the powder were visible. Wear products of relatively large dimensions contributed to intensification of the abrasion wear process (Fig. 3d). On the bearing surfaces of the tested samples there were no signs of adhesive wear.

4. CONCLUSIONS

Based on the obtained results, it was found that the tribological properties of sinters made from Ti6Al4V powder depend on the SPS parameters. The friction pair involving Ti6Al4V sinter prepared at heating rate of 200°C/min has lower friction coefficient (0.3–0.4) as compared to the material sintered at heating rates of 300 and 400°C/min, wherein the friction coefficient shifts to the range of 0.4–0.5. This value is typical for this type of material articulation (tested in dry conditions) [10]. No significant effect of compaction pressure on the friction coefficient was seen, whereas changing this parameter affects the tribological wear. The dominant type of tribological wear was abrasive wear. On the bearing surfaces, traces of plastic deformation were observed. Similar observations were made, among others, by the authors of works [13, 14]. On the bearing surfaces of the tested samples there were no signs of adhesive wear.

ACKNOWLEDGEMENTS

The studies have been realized within the framework of statutory work BS 901 25 of the Metal Forming Institute in Poznan, entitled “Production

materiałów kompozytowych do zastosowań medycznych metodą iskrowego spiekania plazmowego (SPS)”.

of biocompatible composite materials for medical applications by the spark plasma sintering method (SPS)”.

LITERATURA

- [1] Marciniak J.: *Biomateriały*. Wyd. P. Śląskiej, Gliwice 2013.
- [2] Jurczyk M., Jakubowicz J.: *Bionanomateriały*. Wyd. P. Poznańskiej, Poznań 2008.
- [3] Wierzchoń T., Czarnowska E., Krupa D.: *Inżynieria powierzchni w wytwarzaniu biomateriałów tytanowych*. Oficyna Wydawnicza P. Warszawskiej, Warszawa 2004.
- [4] Liu Y., Luo J., Liu B., Hang J.: *The cytocompatibility investigation of Ti6Al4V modified with a fluorine-contained copolymer thin film*. *Applied Surface Science* vol. 257 no. 15 (2011), s. 6429–6434.
- [5] Cimenoglua H., Gunyuza M., Koseb G.T., Baydogana M., Uğurluc F., Senerc.: *Micro-arc oxidation of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb alloys for biomedical applications*. *Materials Characterization* vol. 62 no. 3 (2011), s. 304–311.
- [6] Chen J., Zhang Q., Li Q., Fu S., Wang J.: *Corrosion and tribocorrosion behaviors of AISI 316 stainless steel and Ti6Al4V alloys in artificial seawater*. *Transactions Nonferrous Metals Society of China* vol. 24 no. 4 (2014), s. 1022–1031.
- [7] Fazel M., Salimijazi H.R., Golozar M.A., Garsivazjazi M.R.: *A comparison of corrosion, tribocorrosion and electrochemical impedance properties of pure Ti and Ti6Al4V alloy treated by micro-arc oxidation process*. *Applied Surface Science* vol. 324 (2015), s. 751–756.
- [8] Qiu M., Zhang Y., Shanguan B., Du S., Yan Z.: *The relationships between tribological behaviour and heat-transfer capability of Ti6Al4V alloys*. *Wear* vol. 263 no. 1-6 (2007), s. 653–657.
- [9] Chassaing G., Faure L., Philippon S., Coulibaly M., Tidu A., Chevrier P., Meriaux J.: *Adhesive wear of a Ti6Al4V tribopair for a fast friction contact*. *Wear* vol. 320 (2014), s. 25–33.
- [10] Fellah M., Labaiz M., Assala O., Dekhil L., Taleb A., Rezag H., Iost A.: *Tribological behavior of Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb Alloys for Total Hip Prosthesis*. *Advances in Tribology* vol. 2014 (2014), s. 1–13.
- [11] Garbiec D., Heyduk F., Wiśniewski T.: *Wpływ temperatury spiekania na gęstość, mikrostrukturę i właściwości wytrzymałościowe stopu Ti6Al4V wytwarzanego metodą iskrowego spiekania plazmowego (SPS)*. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXIII nr 4 (2012), s. 265–275.
- [12] Garbiec D.: *Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS): teoria i praktyka*. *Inżynieria Materiałowa* vol. 204 nr 2 (2015), s. 60–64.

REFERENCES

- [1] Marciniak J.: *Biomateriały*. Wyd. P. Śląskiej, Gliwice 2013.
- [2] Jurczyk M., Jakubowicz J.: *Bionanomateriały*. Wyd. P. Poznańskiej, Poznań 2008.
- [3] Wierzchoń T., Czarnowska E., Krupa D.: *Inżynieria powierzchni w wytwarzaniu biomateriałów tytanowych*. Oficyna Wydawnicza P. Warszawskiej, Warszawa 2004.
- [4] Liu Y., Luo J., Liu B., Hang J.: *The cytocompatibility investigation of Ti6Al4V modified with a fluorine-contained copolymer thin film*. *Applied Surface Science* vol. 257 no. 15 (2011), pp. 6429–6434.
- [5] Cimenoglua H., Gunyuza M., Koseb G.T., Baydogana M., Uğurluc F., Senerc.: *Micro-arc oxidation of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb alloys for biomedical applications*. *Materials Characterization* vol. 62 no. 3 (2011), pp. 304–311.
- [6] Chen J., Zhang Q., Li Q., Fu S., Wang J.: *Corrosion and tribocorrosion behaviors of AISI 316 stainless steel and Ti6Al4V alloys in artificial seawater*. *Transactions Nonferrous Metals Society of China* vol. 24 no. 4 (2014), pp. 1022–1031.
- [7] Fazel M., Salimijazi H.R., Golozar M.A., Garsivazjazi M.R.: *A comparison of corrosion, tribocorrosion and electrochemical impedance properties of pure Ti and Ti6Al4V alloy treated by micro-arc oxidation process*. *Applied Surface Science* vol. 324 (2015), pp. 751–756.
- [8] Qiu M., Zhang Y., Shanguan B., Du S., Yan Z.: *The relationships between tribological behaviour and heat-transfer capability of Ti6Al4V alloys*. *Wear* vol. 263 no. 1-6 (2007), pp. 653–657.
- [9] Chassaing G., Faure L., Philippon S., Coulibaly M., Tidu A., Chevrier P., Meriaux J.: *Adhesive wear of a Ti6Al4V tribopair for a fast friction contact*. *Wear* vol. 320 (2014), pp. 25–33.
- [10] Fellah M., Labaiz M., Assala O., Dekhil L., Taleb A., Rezag H., Iost A.: *Tribological behavior of Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb Alloys for Total Hip Prosthesis*. *Advances in Tribology* vol. 2014 (2014), pp. 1–13.
- [11] Garbiec D., Heyduk F., Wiśniewski T.: *Wpływ temperatury spiekania na gęstość, mikrostrukturę i właściwości wytrzymałościowe stopu Ti6Al4V wytwarzanego metodą iskrowego spiekania plazmowego (SPS)*. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXIII nr 4 (2012), pp. 265–275.
- [12] Garbiec D.: *Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS): teoria i praktyka*. *Inżynieria Materiałowa* vol. 204 nr 2 (2015), pp. 60–64.

- [13] Minga Q., Yong-Zhen Z., Baob S., San-Ming D., Zhen-Wei Y.: *The relationships between tribological behaviour and heat-transfer capability of Ti6Al4V alloys. Wear*, vol. 263 no. 1-6 (2007), s. 653–657.
- [14] Luo Y., Yang L., Tian M.: *Influence of Bio-Lubricants on the Tribological Properties of Ti6Al4V Alloy. Journal of Bionic Engineering* vol. 10 no. 1 (2013), s. 84–89.
- [13] Minga Q., Yong-Zhen Z., Baob S., San-Ming D., Zhen-Wei Y.: *The relationships between tribological behaviour and heat-transfer capability of Ti6Al4V alloys. Wear*, vol. 263 no. 1-6 (2007), pp. 653–657.
- [14] Luo Y., Yang L., Tian M.: *Influence of Bio-Lubricants on the Tribological Properties of Ti6Al4V Alloy. Journal of Bionic Engineering* vol. 10 no. 1 (2013), pp. 84–89.

