

# BADANIA ..... ULTRADŹWIĘKOWE POROWATYCH MATERIAŁÓW ZE STOPU Co-Cr-Mo

JAN PIEKARCZYK\*, ZBIGNIEW OKSIUTA\*\*, JAN R. DĄBROWSKI\*\*

\*Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki,  
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA, KRAKÓW

\*\*Wydział Mechaniczny,  
POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, BIAŁYSTOK

## Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań stałych sprężystości oraz właściwości wytrzymałości na ściskanie stopu Co-Cr-Mo otrzymanego metodą metalurgii proszków, po kolejnych etapach procesu technologicznego. Z uzyskanych danych wynika, że wraz ze zmianą etapów procesu technologicznego rośnie prędkość rozchodzenia się fal, a wraz z nią obliczane wartości modułów. Materiał o 9÷14 % porowatości posiada niższe o około 25÷35 %, w porównaniu z litym stopem, wartości stałych sprężystości E i G.

**Słowa kluczowe:** metalurgia proszków, badania ultradźwiękowe, stała sprężystość.

## Wprowadzenie

Nieniszczące badania metodą ultradźwiękową są obecnie jedną z ważnych technik stosowanych do wyznaczania stałych sprężystości, takich jak: moduł Younga E, Kirchhoffa G, liczba Poissona  $\mu$ , jak również i innych cech materiałowych. Metoda ta służy również do szybkiej kontroli zmian właściwości materiałów otrzymanych w różnych etapach procesu technologicznego. Najczęściej jednak, jest ona skutecznym narzędziem do wykrywania i lokalizacji defektów struktury, typu wady odlewnicze, pęknięcia, wtrącenia obce. Ponadto, zastosowanie nieniszczących badań ultradźwiękowych nabiera szczególnego znaczenia w przypadku oceny właściwości drogich materiałów, do których zaliczyć można również stopy implantacyjne Co-Cr-Mo - typu Vitalium [1]. Stopy te dzięki swym odpowiednim właściwościom trybologicznym, korozyjnym oraz wysokiej biotolerancji znalazły zastosowanie między innymi w chirurgii kostnej na tzw. długookresowe implanty biomechaniczne. Materiał ten pomimo swych licznych zalet posiada również wady związane z metodą jego otrzymywania [2]. Zastosowanie w procesie odlewania stopu metalurgii próżniowej, ma przede wszystkim na celu zachowanie wysokiej czystości składu chemicznego oraz zmniejszenie ilości wad odlewniczych (rzadzizn, jam usadowych, pęcherzy gazowych). W efekcie jednak powoduje to tworzenie niekorzystnej, grubokrystalicznej, dendrytycznej struktury [3-7] wraz z wydzieleniami węglików, rozmieszczonych głównie po granicach ziarn jak i w przestrzeniach międzydendrytycznych. Kierunkowy charakter narastania dendrytów sprzyja powstawaniu warstwowego rozkładu węglików oraz powoduje silną niejednorodność składu chemicznego stopu. Taka struktura odlewanej materiału wpływa na obniżenie plastyczności, udarności, odporność zmęczeniowej jak i odporności korozyjnej.

Jedną z proponowanych metod pozwalających na wyeliminowanie wad odlewniczych stopów typu Vitalium jest

# ULTRASONIC INVESTIGATIONS OF POROUS MATERIALS FROM Co-Cr-Mo ALLOY

JAN PIEKARCZYK\*, ZBIGNIEW OKSIUTA\*\*, JAN R. DĄBROWSKI\*\*

\*FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND CERAMICS,  
UNIVERSITY OF MINING AND METALLURGY, CRACOW

\*\*FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING,  
TECHNICAL UNIVERSITY, BIAŁYSTOK

## Abstract

The results of ultrasonic investigation and mechanical properties of porous Co-Cr-Mo alloy after stages of PM process are presented. It has been shown that together with the changes of stages of porous materials process the ultrasonic wave propagation increase and calculated values of elasticity modules increase also. It was found, that the materials with porosity of 9÷14 % showed lower elastic constants, E and G, in comparison to cast cobalt alloy.

**Key words:** powder metallurgy, ultrasonic testing, elastic modulus.

## Introduction

Non destructive ultrasonic method as one of the important practical technique used for modulus determination and the other material features is presented. This method also serves fast inspection of changes of material properties received in different stages of technological process. Therefore, it is efficient tool to detect and to localise the structure defects, e.g.: casting defects, cracks, non-metallic inclusion, contamination. Furhetmore use of the ultrasonic method gathers special meanings in cases of estimation of expensive materials, including Co-Cr-Mo alloy Vitalium type. Those alloys, according to their appropriate tribological, corrosion and biofunctional properties have found application as a surgery material for long term implants. Besides of many advantages of those alloys, they have also disadvantages connected with the method of their obtaining [2]. Usage during the casting process vacuum method allows to obtain high purity of chemical composition and decreases number of casting defects. On the other hand this vacuum casting method creates also unprofitable coarse-grained dendrite structure [3-7] and carbides precipitation placed mostly along grain boundaries. Directional character of dendrites causes laminar carbides distribution and strong heterogeneity (inhomogeneity) of chemical alloy composition. Such typical structure of Co-Cr-Mo alloys has an effect on decrease (reduction) of plasticity, impact strenght, fatigue resistance, and corrosion resistance.

One of the methods permitting to eliminate the casting defects is powder metallurgy (PM). Thanks to use small parts of the particle powders this method creates possibilities to obtain fine-grained structures of alloy. The porosity existing in such materials can be used to improve their biofunctionality features e.g. modification of surface area, which can make easy fastening implant to bones, and on the other side profitable reduces the resistance of

metalurgia proszków. Metoda ta, dzięki zastosowaniu drobnych cząstek proszku stwarza możliwości otrzymania drobnoziarnistej struktury stopu. Porowatość takich materiałów, może być wykorzystana do poprawy ich cech biofunkcjonalności, m.in. poprzez modyfikację powierzchni, która z jednej strony może ułatwić mocowanie implantu do kości, a z drugiej korzystnie zmniejszyć opory ruchu podczas kontaktu par trących.

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych porowatego stopu Co-Cr-Mo otrzymanego metodą metalurgii proszków, po kolejnych etapach procesu technologicznego: spiekaniu, doprasowaniu i obróbce cieplnej.

## Materiał i metody badań

Produktem wyjściowym do badań był odlewniczy stop Co-Cr-Mo o składzie chemicznym zgodnym z normą ISO 58342-4(E) [8], który po rozpyleniu wodą i odsianiu frakcji 20÷200 mm, został poddany procesom konsolidacji.

Pierwszym etapem procesu otrzymywania takich materiałów było prasowanie jednostronne proszku (bez dodatku środka poślizgowego), przy naciskach 600 MPa. W ten sposób otrzymano walcowe próbki o wymiarach  $\phi = 20 \times 15$  mm. Wypraski spiekano następnie w temperaturze 1150°C przez okres 1 godz. w atmosferze suchego argonu. Chłodzenie próbek odbywało się wolno wraz z piecem. Następnie materiał poddano doprasowaniu obwiedniowemu na prasie z wahającą matrycą typu PXW 100A (prasa Marcinika) stosując naciski 600÷1000 MPa oraz różną liczbę cykli matrycy górnej  $i = 7 \div 22$ . Końcowym etapem procesu technologicznego była obróbka cieplna doprasek, przeprowadzona w temperaturze 950÷1250°C przez okres 1÷2 godz., w atmosferze suchego argonu, z chłodzeniem w zimnej strefie pieca (chłodnicy) z prędkością 40°/min. Szczegółowy opis tych zabiegów przedstawiono w pracy [9].

W badaniach ultradźwiękowych posłużono się Ultradźwiękowym Zestawem Pomiarowym UZP (INCO VERITAS), wykorzystując metodę przepuszczania fal. Zastosowano przetworniki normalne fal podłużnych  $V_L$  o częstotliwości  $f = 10$  MHz i poprzecznych  $V_T$  o  $f = 2$  MHz. Zmierzono prędkość rozchodzenia się fal podłużnej i poprzecznej w kierunku osiowym i promieniowym na próbkach o wymiarach  $\phi 20 \times 10$  mm, otrzymanych w kolejnych etapach procesu technologicznego. W celach porównawczych zbadano również prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych w litym stopie Co-Cr-Mo. Z wyznaczonych prędkości określono anizotropię badanych próbek oraz obliczono stałe materiałowe E, G,  $\mu$ .

Do obliczeń modułów sprężystości, współczynnika Poissona oraz anizotropii zastosowano następujące zależności [10]:

$$E = \rho \times V_L^2 \times (1+\mu) \times (1-2\mu) / (1-\mu),$$

$$G = V_T^2 \times \rho,$$

gdzie:

- $\rho$  - gęstość próbki, wyznaczona przez pomiar masy i objętości [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ];
- $V_L$  - prędkość rozchodzenia się fal podłużnych [ $\text{m}/\text{s}^2$ ];
- $V_T$  - prędkość rozchodzenia się fal poprzecznych [ $\text{m}/\text{s}^2$ ];
- $\mu$  - współczynnik Poissona;
- E i G - odpowiednio moduł Younga i Kirchhoffa [GPa].

Współczynnik Poissona dla stopu Co-Cr-Mo obliczono z zależności:

$$\mu = (a - 2) / 2(a - 1), \quad \text{gdzie: } a = (V_L/V_T)^2,$$

natomiast anizotropię rozchodzenia się fal w kierunku osiowym i promieniowym na podstawie wzoru:

movement during the contact of frictional couple.

The article presents an analysis of ultrasonic research results of the porous Co-Cr-Mo alloy (VITALIUM type) received by means of powder metallurgy method in each stage of the technological process, namely: sintering, rotary cold repressing and heat treatment.

• • • • • 7

## Material and experimental procedure

The water atomization powder with particle size of 20-200 mm used for this work was produced from Vitalium bar stock with chemical composition according to ISO 58342-4 (E) specification [6] which was subjected to consolidation process.

Uniaxial cold compaction (without any lubricant addition) at the pressure of 600 MPa was the first stage of the process. In such a way the specimens having size of  $\phi=20 \times 15$  mm were prepared. The cylindrical samples were sintered in dry argon atmosphere at a temperature of 1150°C for 1 hour, cooled naturally inside the furnace at room temperature.

The next stage was rotary cold repressing on a PXW 100A press at a range of pressure of 600÷1000 MPa, using the number of rotation upper die of  $i = 7 \div 22$  and spring tool movement with angle of  $\gamma = 2^\circ$ .

The last stage of technological process was heat treatment at a temperature of 950°÷1250°C for 1÷2 h, in an argon atmosphere followed by cooling in the cold zone of furnace at the speed of 40°/min [9].

Ultrasonic investigation was carried out on the ultrasonic tester UZP-1 type (INCO VERITAS) using the transmission method. The velocities of longitudinal  $V_L$  ( $f=10$  MHz) wave propagation and transverse  $V_T$  ( $f=2$  MHz) wave propagation were determined. The test was carried out on cylindrical samples with a diameter of  $\phi 20 \times 10$  mm. To compare wave velocities obtained for porous material ultrasonic tests were also conducted on the specimens prepared with cast Co-Cr-Mo alloy. The elasticity constants E, G and anisotropy A of porous material were calculated from the following equations described in literature [10]:

$$E = \rho \times V_L^2 \times (1+\mu) \times (1-2\mu) / (1-\mu),$$

$$G = V_T^2 \times \rho,$$

where:

- $\rho$  - density [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ];
- $V_L$  - longitudinal wave propagation [ $\text{m}/\text{s}^2$ ];
- $V_T$  - transverse wave propagation [ $\text{m}/\text{s}^2$ ];
- $\mu$  - Poisson's ratio,
- E i G - Young's and shear modules [GPa].

Poisson's ratio and anisotropy calculated from :

$$\mu = (a - 2) / 2(a - 1), \quad \text{where: } a = (V_L/V_T)^2,$$

$$A = (V_p - V_o) / V_p,$$

A - anisotropy of wave velocity [%],

$V_p$  - wave velocity in horizontal direction [ $\text{m}/\text{s}^2$ ];

$V_o$  - wave velocity in vertical direction [ $\text{m}/\text{s}^2$ ].

The compression strength of porous and cast materials on an Instron 8502 Plus machine, using static type extensometer was also determined. The investigation was carried out on samples having the size of  $\phi 7 \times 10,5$  mm, after all stages of process.

$$A = 100 \cdot (V_p - V_o) / V_p,$$

gdzie:

- A - anizotropia prędkości rozchodzenia się fal [%],
- $V_p$  - prędkość fali podłużnej w kierunku promieniowym [ $m/s^2$ ];
- $V_o$  - prędkość fali podłużnej w kierunku osiowym [ $m/s^2$ ].

W celu porównania właściwości mechanicznych otrzymanych materiałów przeprowadzono badania wytrzymałości na ścisanie. Testy te, wykonano przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Instron 8502 Plus, zaprojektowanej w ekstensometr typu 2620-6D1, o zakresie pomiarowym  $\pm 5,0$  mm i dokładności wskazania 0,0005 mm. Podczas wykonywania próby wytrzymałościowej zastosowano stałą prędkość obciążenia wynoszącą 0,5 mm/min. Badania przeprowadzono na 5 próbkach walcowych o wymiarach  $\phi 7 \times 10,5$  mm, po każdym z etapów procesu technologicznego. Ponadto przeprowadzono badania właściwości wytrzymałości na ścisanie na próbkach otrzymanych z litego stopu Co-Cr-Mo. W wyniku próby wytrzymałościowej wyznaczono następujące parametry: doraźną wytrzymałość na ścisanie  $R_c$ , umowną granicę plastyczności  $Re_{0,2}$  oraz skrócenie względne  $\varepsilon$  [%].

## Wyniki badań

### Wpływ obróbki cieplnej na właściwości mechaniczne próbek

W TABELI 1 przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych próbek po spiekaniu ( $1150^\circ\text{C}$ , 1 godz.), doprasowaniu obwiedniowym ( $i=12$ ,  $p=600$  MPa) i obróbce cieplnej (O.C.) w trzech różnych temperaturach  $950^\circ\text{C}$ ,  $1150^\circ\text{C}$ ,  $1250^\circ\text{C}$  w czasie 1 godz.

Z przedstawionych danych wynika, że wraz ze zmianą etapów procesu technologicznego rośnie prędkość rozchodzenia się fal w badanych materiałach, a wraz z nią obliczone wartości modułów sprężystości. Dla próbek otrzymanych w wyniku jednostronnego prasowania i spiekania ( $p=600$  MPa,  $t=1150^\circ\text{C}$ ,  $\tau=1$  godz.) stwierdzono około 9,0% anizotropię, która po doprasowaniu obwiedniowym wzrasta prawie dwukrotnie ( $A=17,7\%$ ). Większa prędkość rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w kierunku promieniowym świadczy o uprzewilejowanej orientacji ziarn stopu Co-Cr-Mo oraz wydłużeniu porów, skierowanych dłuższymi wymiarami w kierunku promieniowym próbek (prostopadle do przyłożonej siły nacisku podczas doprasowania).

Analizując przyczyny powstania anizotropii można wnioskować, że podczas powtórnego zagęszczania próbek na prasie z wahającą matrycą następuje zmiana kształtu elementów struktury (ziarn, porów), w kierunku ich wydłużenia, spłaszczenia, lub też do ich zamykania - wskutek procesów niszczenia, tzw. mostków. Powoduje to w efekcie zmiany kontaktu między cząstками proszku z metalicznego - po spiekaniu, w mechaniczny - po doprasowaniu. Przejawia się to w większym tłumieniu fal ultradźwiękowych, zależnym od kierunku przyłożonej siły podczas prasowania.

Obróbkę cieplną, już w temperaturze  $950^\circ\text{C}$  ( $\tau=1$  godz.), spowodowała zmniejszenie anizotropii, zwiększenie prędkości fal ultradźwiękowych a tym samym wzrost wartości stałych materiałowych. Wzrost prędkości rozchodzenia się fal jest najprawdopodobniej spowodowany procesami zdrowienia i rekrytalizacji metalicznej osnowy stopu. Podwyższenie temperatury obróbki cieplnej do  $1150^\circ\text{C}$  spowodowa-

## Results and discussion

### The influence of heat treatment on mechanical properties of the specimens

Results of the ultrasonic investigation of the samples after sintering ( $1150^\circ\text{C}$ , 1 hour), rotary cold repressing ( $i=12$ ,  $p=600$  MPa) and heat treatment in three temperatures ( $950^\circ\text{C}$ ,  $1150^\circ\text{C}$ ,  $1250^\circ\text{C}$ ), for 1 hour in an argon, are shown in TABLE 1.

Próbka / Samples	$p$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$V_L$ [m/s]	$V_T$ [m/s]	A [%]	$\mu$	E [GPa]	G [GPa]
Spiek / After sintering	870	2507,7	1650,0	9,0	0,118	35,7	16,0
Dopraska / After repressing	170	3330,2	2136,9	17,7	0,150	75,3	32,7
O.C / HT ( $950^\circ\text{C}$ )	140	3911,1	2448,2	6,8	0,178	100,8	42,8
O.C / HT ( $1150^\circ\text{C}$ )	160	4554,6	2756,4	4,5	0,211	131,8	54,4
O.C / HT ( $1240^\circ\text{C}$ )	195	4950,0	2840,3	4,2	0,255	145,6	58,0

TABELA 1. Wyniki badań ultradźwiękowych otrzymanych materiałów  
TABLE 1. Ultrasonic data after stages of PM process

As it indicates from this table together with the changes of stages of porous materials process, the ultrasonic wave propagation increases and resulting values of elasticity modules increase also.

It is also found that for samples obtained as a result of compaction and sintering ( $p=600$  MPa,  $t=1150^\circ\text{C}$ ,  $\tau=1$  h) the determined anisotropy (A) was about 9%, whereas after rotary cold repressing this value increased almost twice ( $A=17,7\%$ ). A higher wave velocity propagation in horizontal direction confirms a distinct orientation of the grains of Co-Cr-Mo alloy and also the pores elongation, towered their longer dimension to horizontal direction of the samples (perpendicularly to applied pressure during repressing).

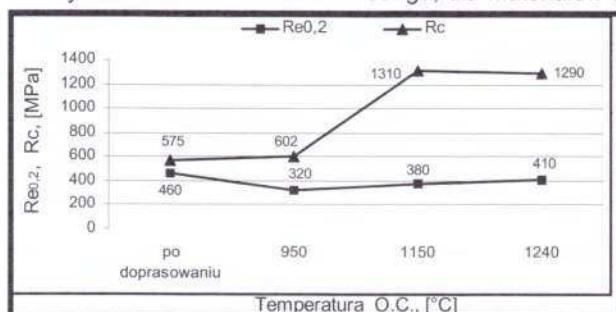
To explain the reasons of this anisotropy one can assume that during the samples repressing by rotary pressing, the shape of microstructure elements is changing (grains, pores) to form elongated and flattened shape, or into their closing, as the consequence of destruction processes, so-called "bridges". As a result of these transformations, contact between the small particles of powder changed form metallic - after sintering, to mechanical - after repressing. It caused higher waves propagation depending on the loading force applied during rotary repressing.

Heat treatment at a temperature of  $950^\circ\text{C}$  ( $\tau=1$  h), caused an anisotropy decrease, enhancement of the waves velocity and an increase the material constants. Ascertained increase of waves propagation was probably caused by recrystallization of metallic alloy matrix. An increase of the temperature of heat treatment to  $1150^\circ\text{C}$  brings about subsequent structures homogenisation (anisotropy decrease) and further growth of density and mechanical properties (UCS,  $YS_{0,2}$ ,  $\varepsilon$ ), (see FIG. 1). At highest temperature of heat treatment ( $1250^\circ\text{C}$ ) intensification of the sintering process, advantageous changes of density (shrinkage) and an increase of  $YS$ ,  $E$ ,  $G$  parameters were observed.

Results gathered in TABLE 1 reveal also that the material with 14% of total porosity had a considerable reduced Young's modulus values (about 35%), in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy (about 220 GPa). This is very advantageous, especially from point of biofunctionality requirements for implant materials [11]. It is very important to receive similar values of bones and alloy modules.

ło dalsze ujednorodnienie struktury (zmniejszenie anizotropii), wzrost gęstości oraz parametrów wytrzymałości na ściskanie ( $R_c$ ,  $Re_{0,2}$ ,  $\varepsilon$ ), (RYS. 1). Po zastosowaniu najwyższej temperatury obróbki cieplnej, nastąpiła intensyfikacja transportu materii w obszarach styku poszczególnych cząstek, co spowodowało korzystne zmiany gęstości (skurcz), wzrost umownej granicy plastyczności oraz wartości modułów E i G.

Z danych zamieszczonych w TABELI 1 wynika ponadto, że uzyskane wartości modułów Younga, dla materiałów o



RYS. 1. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie porowatych próbek po doprasowaniu ( $i=12$ ,  $p=600$  MPa) i O.C. (950–1250°C).

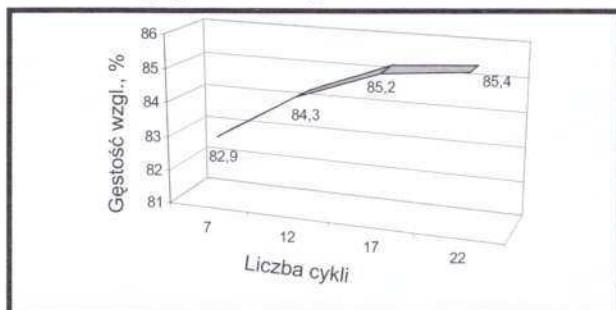
FIG. 1. Results of mechanical properties of porous samples after repressing ( $i=12$ ,  $p=600$  MPa) and heat treatment ( $t=950^\circ\text{--}1250^\circ\text{C}$ ).

porowatości całkowitej około 14% (O.C., 1240°C), są mniejsze o około 35% w porównaniu do litego stopu kobaltu (E około 220 GPa). Jest to korzystne, szczególnie z uwagi na wymogi biofunkcjonalności stawiane materiałom na implanty dokostne [11]. Dąży się przy tym, aby wartości stałych sprężystości były jak najbardziej zbliżone do wartości modułów kości.

#### Wpływ liczby cykli i ciśnienia doprasowania na właściwości mechaniczne próbek

W TABELI 2 i na RYS. 2 przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych próbek otrzymanych podczas doprasowania, przy zastosowaniu zmiennej liczby cykli matrycy górnej (czasu doprasowania). Po doprasowaniu wszystkie próbki poddano obróbce cieplnej w temperaturze 1250°C, w czasie 1 godz.

Jak wynika z przedstawionych danych, liczba cykli doprasowania ma istotny wpływ na wartości stałych E i G próbek. Po 12 cyklach doprasowania następuje stabilizacja cech materiałowych badanych próbek. Materiał otrzymany po 7 i 22 cyklach doprasowania matrycy górnej, (czyli po najkrótszym i najdłuższym czasie) posiada największą anizotropię prędkości rozchodzenia się fal ultradźwiękowych. Większą prędkość fali podłużnej wyznaczono dla kierunku osiowego próbki. Dlatego też można wnioskować, że



RYS. 3. Gęstość względna próbek w zależności od liczby cykli doprasowania.

FIG. 3. Density of samples as a function of the number of repressing cycles.

#### The influence of repressing parameters on mechanical properties of samples

The results of ultrasonic investigations of porous Co-Cr-Mo alloy obtained after different time of repressing 3–9 s, (number of cycles 7–22) are shown in the TABLE 2 and FIG. 2. After cold repressing all samples were heated at a temperature of 1250°C, for 1 hour.

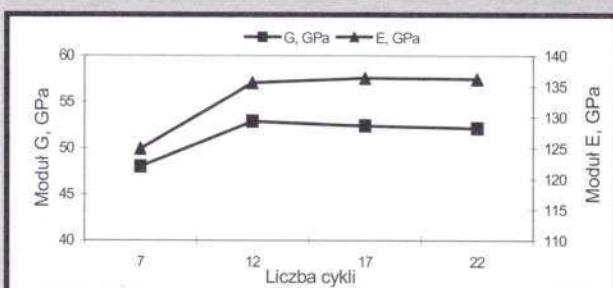
The reported values are the average of seven measurements for each material.

The results indicate that number of repressing cycles has influence on values of E and G modules. After the 12th and more number of cycles any significant changes of

Liczba cykli / Number of cycles	Prędkość fal ultradźwiękowych / Waves velocity [m/s]		E [GPa]	G [GPa]	$\mu$	A [%]
	$V_L$	$V_T$				
7	4930,1 ± 151,2	2633,8 ± 53,4	124,7 ± 16,7	47,9 ± 2,0	0,300	5,4
12	4983,3 ± 43,4	2744,5 ± 79,1	135,8 ± 9,9	52,9 ± 3,1	0,282	1,5
17	5086,8 ± 57,5	2717,0 ± 44,1	136,3 ± 8,8	52,4 ± 1,7	0,300	1,9
22	5114,6 ± 162,2	2707,9 ± 77,6	136,3 ± 20,5	52,2 ± 3,0	0,305	-5,2

TABELA 2. Wyniki badań stałych materiałowych oraz anizotropii prędkości w zależności od liczby cykli doprasowań.

TABLE 2. Results of ultrasonic tests with respect to the number of repressing cycles.



RYS. 2. Wartości modułów sprężystości E i G w zależności od liczby cykli (czasu) doprasowania.

FIG. 2. E and G modules value as a function of the number of cycles.

elasticity modules were not observed. However, one can note that the samples manufactured after 7 and 22 cycles of repressing have the highest anisotropy of wave propagation. The higher wave velocity was obtained for vertical (axial) directions of samples. Therefore, it can be stated that favourable number of cycles is between 12 and 17. Additional confirmation of this observation is fact, that rising above 17 number of cycles did not cause any changes in density of repressed samples (FIG. 3) and their mechanical properties (FIG. 4).

The results of ultrasonic investigation in repressed material obtained by means of compaction pressuring from 600 to 1000 MPa are shown in TABLE 3.

An increase of repressing pressure resulted in the velocity waves increase and a linear character of changes of elastic proprieties of porous material was observed. Similar character of changes has been observed in the case of ultimate compression strength (FIG. 5). It is clearly visible, that material repressed at the highest pressure ( $p=1000$  MPa), with porosity of 9%, had about 22 % lower value of Young's

Nacisk / Pressure [MPa]	Prędkość fal ultradźwiękowych / Waves velocity [m/s]		E [GPa]	G [GPa]	A [%]	Porowatość / Porosity [%]	Gęstość / Density [kg/m³]
	V <sub>L</sub>	V <sub>T</sub>					
600	5180 ± 34,4	2624,6 ± 45,5	132,4 ± 6,9	49,9 ± 1,7	4,3	13,2	7240
800	5302,3 ± 49,5	2776 ± 82,1	150,0 ± 11,9	57,2 ± 3,4	5,5	11,0	7420
1000	5610 ± 38,6	2904 ± 48,4	169,1 ± 8,7	64,2 ± 2,2	6,2	8,7	7610

**TABELA 3. Wyniki badań stałych materiałowych w zależności od ciśnienia doprasowania (i=12, i O.C. t=1250°C, τ=1 godz.).**

**TABLE 3. Results of material constants depending on repressing pressures (i=12, t=1250°C, τ=1 hour).**

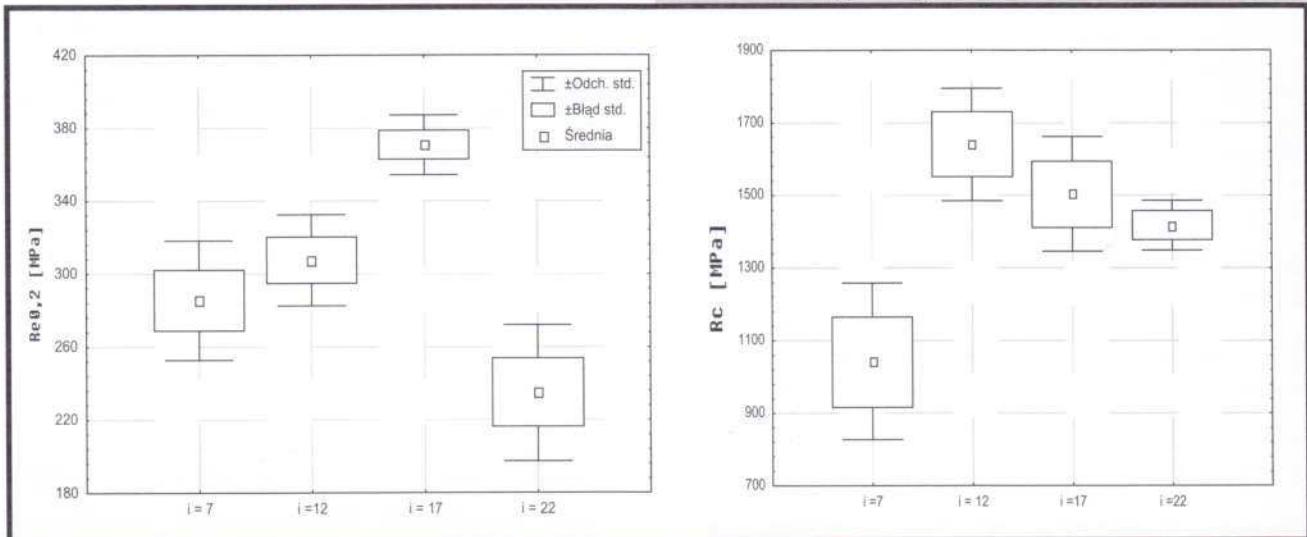
optymalna, na obecnym etapie badań, liczba cykli doprasowania porowatych próbek mieści się w granicach 12...17 cykli. Dodatkowym potwierdzeniem tego spostrzeżenia jest fakt, że wzrost liczby cykli (powyżej 17) nie spowodowało znaczących zmian w gęstości doprasowanych próbek (RYS. 3) oraz ich właściwości wytrzymałości na ściskanie (RYS. 4).

TABELA 3 przedstawia wyniki badań prędkości rozchodzenia się fal w materiale doprasowanym przy naciskach zmieniających się w zakresie 600...1000 MPa.

Wraz ze wzrostem ciśnienia doprasowania wzrasta prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych, a tym samym obserwujemy liniowy charakter zmian właściwości spręż-

values of elasticity modules grow up systematically. Also density of porous samples increased from 87,1 % to 88,0 % after 1,0 and 2,0 hours of the time process. Prolongation of heating time did not cause any significant changes in mechanical proprieties of samples. After 2 hours of isothermal heating at a temperature of 1250°C, UCS parameter enhanced to 1650 MPa, while YS<sub>0,2</sub> increased to 478 MPa. In the inside structure of large particle of powder the grains growth for the time of heat treatment above 1,5 hour was observed (FIG. 7).

Studies presented in this article indicates that porous materials prepared from Co-Cr-Mo alloy in comparison with cast one, generally has lower value of YS, elasticity mod-



**RYS. 4. Wytrzymałość na ściskanie próbek po doprasowaniu (i=7-22, p=600 MPa) i O.C. (t=1250°C, τ=1 godz.).**  
**FIG. 4. Compressive strength of samples after repressing (i=7 – 22, p=600 MPa) and heat treatment at 1250°C, for 1 hour.**

stych materiału.

Podobny, liniowy charakter zmian uzyskano w przypadku badań wytrzymałości na ściskanie (RYS. 5). Przy tym na uwagę zasługuje fakt, że materiał doprasowany przy najwyższym ciśnieniu (p=1000 MPa), o średniej porowatości ~9 %, posiada o około 22 % mniejszą wartość modułu Younga niż lany stop Co-Cr-Mo.

#### Wpływ czasu wygrzewania na właściwości sprężyste próbek

Wartości modułów sprężystości E i G, w zależności od czasu izotermicznego wygrzewania w temperaturze 1250°C, przedstawiono na RYS.6. Z danych tych wynika, że wraz z wydłużeniem czasu procesu wygrzewania obliczone wartości stałych sprężystości wzrastają systematycznie. Przy tym gęstość porowatego stopu wzrosła z 87,1% do 87,8% odpowiednio po 1,0 i 2,0 godzinnym czasie trwania procesu.

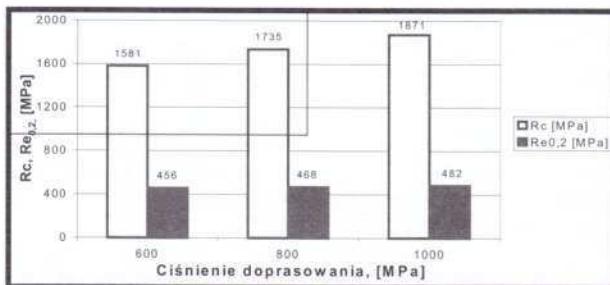
ules E and G. On the other hand, the ductility of porous material increased and UCS parameter is quite high as compared to cast alloy values (properties of cast alloy: UCS=1840 MPa, YS<sub>0,2</sub> =595 MPa, ε =20,1 %).

From durability point of view this kind of biomechanics system: implant - bone tissue, obtained in the case of porous material has lower stiffness which is essential in reduction of bone necrosis observed after implantation. In this aspect it seems, that time of heat treatment of 1 hour is more profitable due to less rigidity of these materials. However, the higher volume of mechanical properties, especially YS yield point, induces necessity to apply longer time of heating (2 hours), in spite of observed the grains grow.

modulus in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy.

#### The influence of heating time on the elasticity modules of samples

The changes of elasticity modules as a function of heating time at a temperature of 1250°C are presented in FIG. 6. The results show, that prolongation of the process time, the calculated



RYS. 5. Właściwości wytrzymałościowe doprasek po zabiegach O.C. ( $t=1250^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=1$  godz.).

FIG. 5. Mechanical properties of repressed samples after heat treatment ( $t=1250^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=1$  hour.)

Stwierdzono ponadto, że zmiany właściwości wytrzymałości na ściskanie wraz z wydłużeniem czasu obróbki cieplnej uległy nieznacznej poprawie. Po dwóch godz. izotermicznego wygrzewania w temperaturze  $1250^{\circ}\text{C}$  parametr doraźnej wytrzymałości na ściskanie (Rc) wzrósł do 1650 MPa, a umowna granica plastyczności (Re<sub>0.2</sub>) do 478 MPa. Zaobserwowano przy tym, że wydłużenie czasu obróbki cieplnej ponad 1,5 godz. powoduje rozrost ziarn, wyraźnie obserwowany wewnątrz dużych pierwotnych cząstek proszku (RYS. 7).

Analizując przedstawione w pracy wyniki badań można wnioskować, że porowate materiały otrzymane ze stopu Co-Cr-Mo, w porównaniu z lonym stopem, generalnie charakteryzują się niższą wartością umownej granicy plastyczności oraz stałych sprężystości E i G. Natomiast wzrasta ich ciągliwość, przy zachowaniu względnie wysokiej wartości wytrzymałości na ściskanie (właściwości ląnego stopu Co-Cr-Mo: RC=1840 MPa, Re<sub>0.2</sub>=595 MPa,  $\varepsilon=20,1\%$ ).

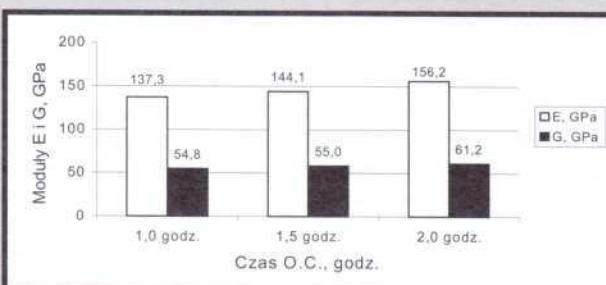
Z punktu widzenia trwałości układu biomechanicznego implant - tkanka kostna, uzyskane w przypadku porowatego materiału obniżenie sztywności, ma istotne znaczenie w redukcji martwicy kości obserwowanej po wszczepieniu implantu. W tym aspekcie wydaje się, że 1 godz. czas O.C. jest bardziej korzystny, z powodu mniejszej różnicy w sztywności tych materiałów. Natomiast uzyskane wyższe wartości właściwości wytrzymałościowych, szczególnie granica plastyczności, skłaniają do zastosowania dłuższego (2 godz.) czasu wygrzewania, pomimo iż wraz z jego wydłużeniem wzrasta wielkość ziarn.

## Podsumowanie i wnioski

Wyniki badań wskazują, że zarówno doprasowanie obiedniowe jak i obróbka cieplna w istotny sposób wpływają na właściwości badanych materiałów. W poszczególnych etapach procesu technologicznego otrzymywania porowatych spieków zmienia się prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych, a tym samym obliczone wartości stałych sprężystości. W mniejszym stopniu, na wartości modułów wpływają zmienne liczby cykli doprasowania oraz 1,0÷1,5 godzinny czas obróbki cieplnej. Wartości stałych sprężystości ulegają znacznemu podwyższeniu po zastosowaniu 2,0 godz. O.C. jak też ze wzrostem naciśków doprasowania.

Na podstawie otrzymanych wyników badań można sformułować następujące wnioski ogólne:

1. Istnieją wyraźne zależności pomiędzy zmianą elementów mikrostruktury porowatego stopu Co-Cr-Mo, a prędkością rozchodzenia się fal ultradźwiękowych.
2. Korzystne właściwości wytrzymałościowe oraz sprężyste porowatych materiałów uzyskano stosując 12...17 cykli doprasowania oraz 2 godz. czas O.C. w temperaturze  $1250^{\circ}\text{C}$ .



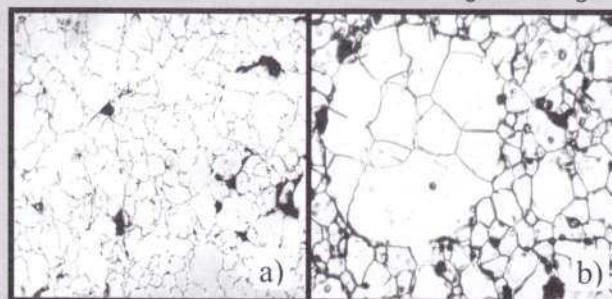
RYS. 6. Wpływ czasu izotermicznego wygrzewania doprasek ( $p=600\text{MPa}$ ,  $i=12$ ,  $t=1250^{\circ}\text{C}$ ) na wartości modułów E i G.

FIG. 6. The Influence of time of heat treatment ( $p=600\text{MPa}$ ,  $i=12$ ,  $t=1250^{\circ}\text{C}$ ) on values of elasticity modules.

## Summary

Generally, the porous materials showed increasing waves propagation velocity and calculated of elasticity modules according to the stage of technological process. Variable number of repressing cycles and 1,0...1,5h time of heat treatment have not caused any significant changes in mechanical properties of obtained materials. These properties increase with increasing heat treatment time up to 2h.

On the base of received results of investigation the gen-



RYS. 7. Mikrostruktura próbek po O.C. ( $t=1250^{\circ}\text{C}$ ), a) czas 1 godz, b) czas 2 godz., (SEM, 100x).

FIG. 7. Microstructure of samples after heat treatment  $t=1250^{\circ}\text{C}$ , a) time 1 hour, b) time 2 hours, (SEM, 100x).

eral conclusions can be formulated:

1. There was observed a distinct dependence between the structure and waves propagation velocity of the porous materials.
2. Advantageous mechanical proprieties of porous alloy were obtained for applied 12...17 rotary cycles and 2 h time of heat treatment at  $1250^{\circ}\text{C}$ .
3. The sintered material with total porosity of 9÷14 % in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy posses lower (25÷35%) values of elasticity modules E and G o.
4. After rotary cold repressing, strong (above 17%) anisotropy of waves propagation is observed; this treatment should not be applied as a final stage of process, without finishing heat treatment.

## Piśmiennictwo

## References

- [1] Kramer K. H.: Implants for surgery - a survey on metallic materials. In: Materials for medical engineering, Band 2, Euromat 99, München, Wiley-VCH Verlag, 1999, 9-29.
- [2] Bojar Z.: Analiza wpływu struktury na odporność korozyjną i mechanizm pękania stopów kobaltu typu Vitalium. WAT Warszawa 1992.

3. Materiał o porowatości  $9 \div 14\%$  posiada niższe, o około  $25 \div 35\%$  w porównaniu z litym stopem, wartości modułów sprężystości E i G.  
 4. Ze względu na silną (powyżej 10%) anizotropię rozchodenia się fal po doprasowaniu obwiedniowym, zabieg ten nie powinien być stosowane jako ostateczny, bez wykańczającej obróbki cieplnej.

- [3] Zhuang L.Z., Langer E.W.: Effects of cooling rate control during the solidification process on the microstructure and mechanical properties of cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants. *J. Mat. Sci.*, 24, (1989), 381-388, 4324-4330.  
 [4] Clemow A.T., Daniell B.L.: Solution treatment behaviour of Co-Cr-Mo alloy. *J. of Biomed. Mat. Research*, 2, (1979), 265-279.  
 [5] Paszenda Z., Marciniak J.: The influence of base structure and carbon coating on the corrosion resistance of Co-Cr-Mo alloy. *J. Mat. Proc. Techn.* 78, (1998), 143-149.  
 [6] Bojar Z., Przetakiewicz W.: Kształtowanie mikrostruktury odlewniczego stopu kobaltu typu Vitalium przeznaczonego na wszczepy chirurgiczne. *Mechanik* 9, (1989), 419-422.

- [7] Becker B.S., Bolton J.D., Youseff M.: Production of porous sintered Co-Cr-Mo alloys for possible surgical implants application. Part 1: Compaction, sintering behavior and properties. *Powder Met.*, 3, (1995), 201-208.  
 [8] ISO 58342-4:1996(E): Implants for surgery, "Metallic materials" Part 4, Cobalt-chromium-molybdenum casting alloy  
 [9] Oksiuta Z., Dąbrowski J.R.: Rotary cold repressing and heat treatment of sintered materials from Co-Cr-Mo alloy. PM, przyjęte do druku  
 [10] Piekarczyk J., Hennicke J.W. and Pampuch R.: "On determining the elastic constants of porous zinc ferrite materials", CFI/Ber. DKG, 4, (1982), 227,232.  
 [11] Marciniak J.: Biomateriały w chirurgii kostnej. Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 1992.

## ZASTOSOWANIE SKOBELI W CHIRURGII URAZOWO - ORTOPEDYCZNEJ

WITOLD BOŁTUĆ\*, IRENEUSZ KOTELA\*, ANDRZEJ BRYŁA,  
JAN CHŁOPEK\*\*

\* Oddział Chirurgii Urazowo-Ortopedyjnej i Rehabilitacji SPZOZ, Dąbrowa Tarnowska

\*\* Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki,  
Akademia Górnictwo-Hutnicza, Kraków

### Streszczenie

*W pracy przedstawiono możliwości zastosowania skobeli w ortopedii i chirurgii urazowej z uwzględnieniem materiałów, z których zostały wykonane.*

**Słowa kluczowe:** chirurgia urazowo - ortopedyczna, klamra, zastosowanie

Stabilizacja odłamów kostnych na przestrzeni lat została podzielona na zewnętrzną i wewnętrzną w zależności od tego czy stabilizator znajdował się w obrębie czy poza tkankami miękkimi. Rozwój stabilizacji wewnętrznej przypada na lata 50 i 60-te tego wieku gdy zespół AO opracował kryteria i zasady operacji. Początkowy zachwyt tą metodą operacyjną ustąpił krytycznym uwagom, które pojawiły się gdy zauważono pewne niedoskonałości tego sposobu stabilizacji. Przede wszystkim dotyczyły one przeszywania miejsca złamania oraz zaburzenia ukrwienia odłamów. Spowodowało to rozwój innych metod osteosyntezy od zewnętrznej (Aparaty Hoffmana, Wagnera, Ilizarowa, Zespół Polfix i wielu innych) po śródspikową (Nicolaysen 1897, Delbet 1906, Lambotte 1907, Kuntscher 1940). Gwoździe śródspikowe przez zmianę kształtu, możliwość ryglowania części obwodowych a stabilizatory wewnętrzne przez pewne oddalenie od kości łączą odłamy w sposób elastyczny bez konieczności ingerencji w miejscu złamania. [2,3]

Istnieją zabiegi ortopedyczne i złamania, w których użycie wymienionych stabilizatorów jest niemożliwe lub niewskazane. Dotyczy to zwłaszcza operacji w obrębie nasad i przynasad. W ostatnim czasie znacznie wzrosło zaintere-

## APPLICATION OF STAPLES IN TRAUMATIC AND ORTHOPAEDIC SURGERY

WITOLD BOŁTUĆ\*, IRENEUSZ KOTELA\*, ANDRZEJ BRYŁA\*,  
JAN CHŁOPEK\*\*

\* THE TRAUMATIC AND ORTHOPAEDIC SURGERY AND REHABILITATION DEPARTMENT

HEALTH CARE CENTER, DĄBROWA TARNOWSKA

\*\* FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND CERAMICS,  
UNIVERSITY OF MINING AND METALLURGY IN CROCOW

### Abstract

*The thesis presents the possibility of using staples in traumatic and orthopaedic surgery including the materials they are made of.*

**Key words:** traumatic and orthopaedic surgery, staples

Within the few years stabilisation of bone fragments has been divided into external and internal, depending on the position of a stabiliser - namely whether it was placed within or outside soft tissues. The development of internal stabilisations goes to the 1950-s and 1960-s of our century, when the AO team created the criteria and operation rules. At first the method evoked enthusiasm, later on, however, such a situation was replaced with some kind of criticism. In this method some faults were noticed. The drawbacks referred to the stiffness of osteosynthesis from the external till midmedulla. The midmedulla nails, thanks to the shape change, possibility of bolting the peripheral parts and the external stabilisers to due some distance from a bone join the fractured places. [2,3]

There are, however, some surgical interventions and fractures in which given above stabilisers cannot be used or shouldn't possibly be used. It concerns mainly operations within the root and the nearby area. Just recently more intense interest of using staples as alternative stabilisers has been observed. Due to the fact that they are made of different ones, and they have a variety of shapes, they are used both in orthopaedics and traumatic surgery. Presently staples are made of metal, preferably of nickel and