

Prof.dr inż. Jan KACZMAREK
IPPT PAN
Doc.dr inż. Jerzy LUNARSKI
Politechnika Rzeszowska
Mgr inż. Waldemar SIEJKOWSKI
AGH Kraków

IMPLANTOWANIE UMACNIAJĄCE
STOPÓW TYTANU WT1-0 i WT3-1 JONAMI AZOTU

W pracy przedstawiono wyniki badań zmęczeniowych tytanu technicznego WT1-0 i wysoko wytrzymałego stopu WT3-1 po implantowaniu jonami azotu z dwoma różnymi temperaturami podłoża. Wyniki badań, przeprowadzonych metodą schodkową na wibratorze elektrodynamicznym, wskazują, że implantowanie w sposób skuteczny podwyższa granicę wytrzymałości zmęczeniowej, zmniejszając równocześnie rozproszenie wyników badań.

WPROWADZENIE

Stopy tytanu znalazły szerokie zastosowanie w lotnictwie na elementy pracujące w warunkach obciążeń zmiennych. Ze względu na duży współczynnik tarcia oraz skłonność do adhezji i kohezji nie są one stosowane w węzłach tarcia [1]. Wysoką wytrzymałość zmęczeniową elementów uzyskuje się, pomijając czynniki metalurgiczne i odlewnicze, przez właściwą przeróbkę plastyczną, obróbkę cieplną, wykańczającą obróbkę skrawaniem powierzchni /polerowanie, toczenie diamentowe/ oraz przez obróbkę nagniatanem [2, 3].

W próbach dyfuzyjnego umacniania powierzchni metodami obróbki cieplno-chemicznej stosowano nasycanie warstwy wierzchniej azotem, tlenem i węglem [4]. W trakcie tych procesów nas-

tępowała dyfuzja elementów oraz tworzenie się różnych związków chemicznych z tytanem $/\text{TiO}_2, \text{Ti}_2\text{O}_3, \text{TiO}, \text{TiN}, \text{TiC}/$. Powyższe procesy w sposób korzystny zmieniały właściwości cierne stopów tytanu jednakże powodowały pogorszenie własności zmęczeniowych ze względu na tworzenie się na powierzchni kruchej warstewki, w której łatwiej i szybciej inicjowane były pęknięcia zmęczeniowe. Implantacja jonowa powierzchni stopów tytanu odpowiednimi elementami stwarza szanse równoczesnej poprawy właściwości ciernych i zmęczeniowych [5].

Celem niniejszej pracy było zbadanie wpływu implantacji jonami azotu na zmianę granicy wytrzymałości zmęczeniowej tytanu technicznego WT1-0 i wysoko wytrzymałego stopu WT3-1 [6]. Badania wykonano w ramach realizacji prac problemu PW 05.1.1.

WPLYW AZOTU NA WŁASNOŚCI TYTANU

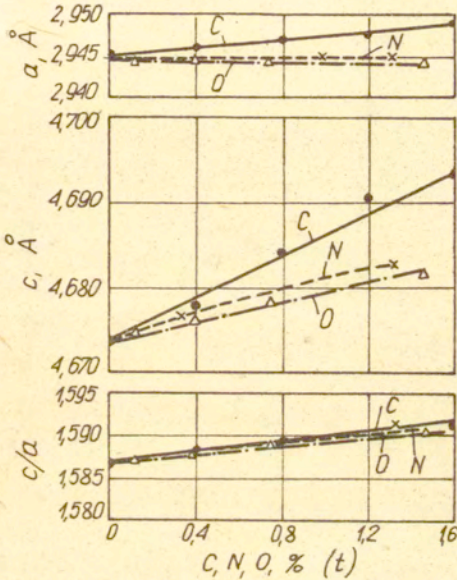
Wzrost zawartości azotu w tytanie powoduje jego umocnienie przy czym efekt tego umocnienia jest blisko dwukrotnie większy jak w przypadku wprowadzenia do tytanu atomów tlenu. Każde 0,05% azotu zwiększa wytrzymałość doraźną tytanu o 125 MPa. W tytanie i jego stopach azot jest pozostałością po procesach metalurgicznych i zawartość jego przeważnie nie przekracza 0,04...0,05%.

Azot, mający mały promień atomowy, tworzy szereg roztworów stałych śródwęzłowych z tytanem α i tytanem β . Podwyższa on również temperaturę przemiany alotropowej $\alpha \rightleftharpoons \beta$.

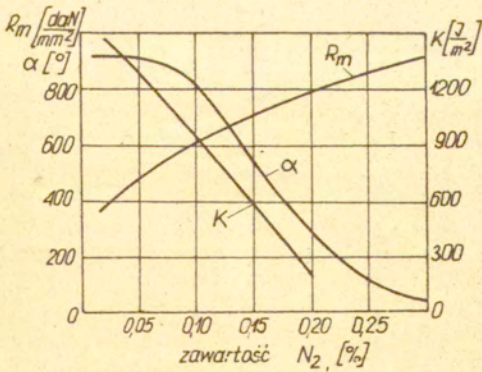
Wpływ zawartości azotu na parametry sieci tytanu α przedstawiono na rys.1 a jego wpływ na własności mechaniczne na rys.2. Jak widać z rys.2 ze wzrostem zawartości azotu w tytanie wzrasta wytrzymałość doraźna i maleje plastyczność /wyrażona kątem wygięcia próbki/ oraz udarność. Zadowalającą plastyczność obserwuje się przy zawartości azotu do 0,10...0,12%.

Zwiększenie parametrów sieci /rys.1/ powoduje konstytuowanie naprężeń ściskających, które jak wiadomo [9], powodują zwiększenie wytrzymałości zmęczeniowej.

Pozytywny wpływ implantowania na wytrzymałość zmęczeniową wystąpi w przypadku, gdy ogniska pęknięć zmęczeniowych będą inicjowane na powierzchni a nie pod powierzchnią. Biorąc pod uwagę korzystny wpływ mikrokułkowania /nagniatanie strumieniem kulek



Rys.1. Wpływ atomowej zawartości C, N i O na parametry sieci tytanu α [7].



Rys.2. Wpływ zawartości azotu na własności mechaniczne tytanu α [8].

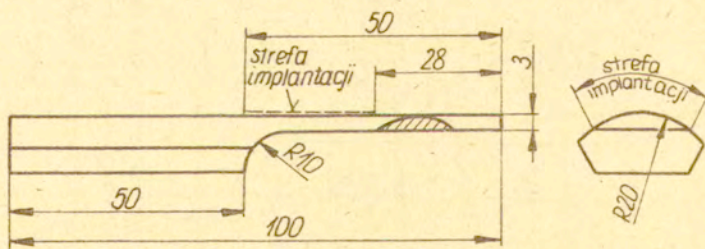
szklanych $\phi 40 \dots 150 \mu\text{m}$ / na wytrzymałość zmęczeniową [10], które powoduje umocnienie cienkiej warstewki przypowierzchniowej, można również oczekiwać pozytywnego wyniku umocnienia w procesie im-

plantowania jonowego. Analiza zjawisk występujących w czasie implantacji jonowej [11] wskazuje na możliwość znacznego umocnienia warstwy wierzchniej o grubości do 1 μm .

METODYKA BADAŃ

Badania przeprowadzono na próbkach z tytanu technicznego WT1-0 o składzie chemicznym /GOST 19807-74/: C - 0,07%, Fe - 0,20%, Si - 0,10%, O_2 - 0,12%, N_2 - 0,04%, H_2 - 0,01%, suma pozostałych domieszek 0,3%, reszta Ti. Dopuszczalna jest zawartość w stopie 1,0% Al i 0,10% /Cu + Ni/. Drugim badanym stopem był żarowytrzymały stop WT3-1 o składzie: Al - 3,5..7%, Mo - 2..3%, Cr - 0,8..2,3%, Si - 0,15..0,4%, Fe - 0,2..0,7% oraz domieszki C - 0,1%, Zr - 0,5%, O_2 - 0,18%, N_2 - 0,05%, H_2 - 0,015%, suma pozostałych 0,3%. Pod względem zastosowania odpowiada on szeroko stosowanemu w krajach zachodnich stopowi Ti-6Al-4V.

Próbki do badań zmęczeniowych w zginaniu wahadłowym o specjalnym kształcie /rys.3/ [12], wycinano z pręta $\phi 40$ mm obrabianego cieplnie /WT1-0 wyżarzanie 983 K - 1 h, chłodzenie w powietrzu, WT3-1 wyżarzanie izotermiczne 1173 K - 2 h, przełożenie do pieca 923 K - 2 h, chłodzenie w powietrzu/. Własności mechaniczne po takiej obróbce wynoszą: WT1-0 $R_m = 350..500$ MPa, $R_{o,2} = 300..420$ MPa, A = 30%, Z = 60%; WT3-1 $R_m = 950..1200$ MPa, $R_{o,2} = 850..1100$ MPa, A = 10..16%, Z = 25..40%.



Rys.3. Kształt próbki do badań zmęczeniowych z zaznaczoną strefą implantacji

Wykonane na gotowo próbki poddawano implantacji w strefie lokalizacji pęknięcia zmęczeniowego. Implantację jonami N^+ przepro-

wadżono w Pracowni Technik Jonowych ITME w Warszawie. Badania zmęczeniowe przeprowadzono na wibratorze elektrodynamicznym przy rezonansowych drganiach badanej próbki [12] w Zakładzie Technologii Maszyn Politechniki Rzeszowskiej. Badania te prowadzono metodą schodkową [13] przy założeniu, że baza próby zmęczeniowej wynosi dla stopu WT3-1 $5 \cdot 10^6$ cykli obciążeń i przy częstotliwości obciążeń około 1000 Hz. Badania zmęczeniowe stopu WT1-0, ze względu na jego znaczne tłumienie wewnętrzne i niewystarczającą moc wibratora, prowadzono przy częstotliwości obciążeń około 165 Hz do bazy próby 10^6 cykli. Do badań wykorzystano po 16 próbek dla wariantu bez implantacji i po 12 próbek dla wariantów implantowanych przy temperaturze podłoża poniżej 373 K i przy temperaturze powyżej 573 K. Warunki implantowania były następujące: energia 100 kV, dawka $1 \cdot 10^{17}$ cm⁻² dla WT1-0 i dla WT3-1: energia 70 kV, dawka $1 \cdot 10$ cm⁻².

WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

Badania zmęczeniowe miały na celu porównanie granicy wytrzymałości zmęczeniowej dla zginania wahadłowego próbek bez implantacji i implantowanych. Rozpatrywano po dwa warianty implantowania dla każdego stopu różniące się temperaturą podłoża, która wynosiła w pierwszym wariantcie poniżej 373 K i w drugim powyżej 573 K. Wyniki tych badań wraz z oszacowaniem statystycznym zestawiono w tabl.1

Tabl.1. Wyniki badań zmęczeniowych

stop	rodzaj warstwy	Z_{gw} [MPa]	$\Delta Z_{\text{gw}}/Z_{\text{gw}}$ [%]	rozproszenie wyników $t_{\alpha x}$ MPa dla:	
				pękniętych	nie pękniętych
WT1-0	bez warstwy implantowanej	307	-	$\pm 54,9$	$\pm 34,2$
	warstwa implantowana przy $T < 373$ K	435	+ 41,7	$\pm 16,1$	$\pm 16,1$
	warstwa implantowana przy $T > 573$ K	415	+ 35,2	$\pm 13,6$	$\pm 13,6$
WT3-1	bez warstwy implantowanej	620	-	$\pm 49,6$	$\pm 39,2$
	warstwa implantowana przy $T < 373$ K	705	+ 13,7	$\pm 40,4$	$\pm 32,5$
	warstwa implantowana przy $T > 573$ K	725	+ 16,7	$\pm 32,6$	$\pm 32,6$

Z zestawionych w tabl.1 danych wynika, że wytworzenie azotowanej warstwy jonowej na stopach tytanu powoduje wyraźny wzrost ich granicy wytrzymałości zmęczeniowej wynoszący 13,7% i 16,7% dla WT3-1 oraz 35,2 i 41,7% dla WT1-0.

Znaczne przyrosty granicy wytrzymałości zmęczeniowej w tytanie technicznym są spowodowane tym, że azot należy do grupy domieszek międzywęzłowych i dzięki temu umacnia on stop i stabilizuje fazę α . Poza tym stop ten ma małą wytrzymałość zmęczeniową bez implantacji, gdyż nie jest przeznaczony do pracy w warunkach obciążeń zmiennych. Dodać należy, że przytoczonych w tabl.1 wartości Z_{6w} dla stopu WT1-0 nie można porównywać z niższymi przytoczonymi wartościami dla WT3-1, gdyż zostały one wyznaczone przy bazie próby $N = 10^6$ cykli zaś w WT3-1 przy $N = 5 \cdot 10^6$ cykli.

Podwyższona temperatura $T > 573$ K/ podłoża przy wytwarzaniu warstwy implantowanej azotem na WT1-0 dała efekt nieco niższy jak niska temperatura $T < 373$ K/ chociaż umocnienie pozostaje znaczne /35,2%/. Przyczyną nieznacznego osłabienia w wariancie z podwyższoną temperaturą podłoża w stosunku do wariantu z niską temperaturą podłoża może być bardziej intensywna dyfuzja azotu wgłąb warstwy wierzchniej w wyniku czego rzeczywista koncentracja atomów azotu w warstwie podpowierzchniowej ulega zmniejszeniu /na skutek ich migracji wgłąb materiału/ a tym samym osiągnięty efekt umocnienia jest nieco mniejszy.

Zwraca uwagę fakt, że w obu przypadkach implantowania znacznemu zawężeniu uległy przedziały w jakich mieści się wyznaczona granica wytrzymałości zmęczeniowej /przy 95% przedziale ufności/. W rzeczywistości zmniejszenie rozproszenia jest jeszcze większe niż wynikałoby to z porównania wyników, gdyż próbek implantowanych było mniej /12 sztuk/ jak nieimplantowanych /16 sztuk/. Dla stopu WT1-0 rozproszenie wyników dla wariantu bez implantacji wynosi $\pm 54,9$ MPa /ponieważ próbek pękniętych było mniej przedział ten jest bardziej miarodajny jak przedział $\pm 34,2$ MPa/ natomiast dla wariantów z warstwami implantowanymi rozproszenie wyniosło $\pm 16,1$ MPa dla wariantu $T < 373$ K i $\pm 13,6$ MPa dla wariantu $T > 573$ K. Podobne efekty wystąpiły również w przypadku stopu WT3-1 chociaż przyrosty granicy wytrzymałości zmęczeniowej dla obu wariantów implantowania są mniejsze i wynoszą:

dla przypadku gdy $T < 373 \text{ K} + 13,7\%$ i dla wariantu $T > 573 \text{ K} + 16,7\%$. W stopie tym umocnienie jest nieco większe w wariantcie $T > 573 \text{ K}$, odwrotnie niż w stopie WT1-0. Taki charakter umocnienia może być spowodowany następującymi zjawiskami:

- badany stop WT3-1 ma już dość dużą wytrzymałość zmęczeniową. Badania tego samego stopu, w podobny sposób obrabianego /inny wytop/ wykonane w pracy [10] wykazały, że Z_{GW} wynosiło 525 MPa. Z tego względu przyrosty umocnieniowe nie są zbyt duże,
- obserwowany przyrost wytrzymałości zmęczeniowej jest zbliżony do umocnienia powodowanego operacjami nagniatania. Np. w pracy [14] przyrosty Z_{GW} po pneumokulkowaniu i statycznym nagniataniu kulka wyniosły około 17%,
- nieznacznie większa wytrzymałość zmęczeniowa dla wariantu $T > 573 \text{ K}$ niż dla wariantu $T < 373 \text{ K}$ spowodowana jest prawdopodobnie dużą żaroodpornością stopu i zwiększoną ilością dodatków stopowych, które to czynniki ograniczają dyfuzyjne rozpraszanie jonów azotu w głąb materiału a jednocześnie stwarzają korzystniejsze warunki do ich wnikania do warstwy wierzchniej /wyższa temperatura podłoża/.

Podobnie jak w stopie WT1-0 zakresy w jakich mieszczą się granice wytrzymałości zmęczeniowej stopu WT3-1 są mniejsze w próbkach z warstwami implantowanymi niż w próbkach bez takich warstw. Zmniejszenie to nie jest tak znaczne jak w stopie WT1-0. Wynosi ono $\pm 40,4 \text{ MPa}$ dla wariantu $T < 373 \text{ K}$ i $\pm 32,6 \text{ MPa}$ w wariantcie $T > 573 \text{ K}$ przy rozproszeniu dla stopu bez warstwy implantowanej $\pm 49,6 \text{ MPa}$.

WNIOSKI

1. Implantowanie stopów tytanu jonami azotu zwiększa ich wytrzymałość zmęczeniową od 13...16% w wysoko wytrzymałym stopie WT3-1 /dla $N = 5 \cdot 10^6$ cykli/ do 35...41% w tytanie technicznym /stop WT1-0, $N = 10^6$ cykli/.
2. Proces implantowania stopów tytanu azotem powoduje zmniejszenie rozproszenia wyników badań zmęczeniowych w stosunku do wariantu bez implantacji. W stopie WT3-1 zmniejszenie to wynosi 18...34% w stosunku do wariantu bez implantacji a w stopie WT1-0 71...75%.
3. Stopień wzrostu granicy wytrzymałości zmęczeniowej jest analo-

giczny lub nieco tylko mniejszy jak po zastosowaniu obróbki nagniataniem, której głównym celem jest poprawa wytrzymałości zmęczeniowej.

4. Uzyskane wyniki badań potwierdzają przypuszczenie, że inicjacja pęknięć zmęczeniowych w większości przypadków następuje na powierzchni elementu [15] /w przypadku obciążeń giętnych, wahadłowych/.
5. Umocnienie stopów tytanu następuje na skutek ukonstytuowania w warstwie wierzchniej naprężeń ściskających, zwiększenia wytrzymałości warstwy nasyconej azotem oraz dodatkowo na skutek blokowania ruchu dyslokacji.

LITERATURA

1. E. RABINOWICZ: Friction and Wear of Materials. J.Wiley and Sons, New York - London - Sydney, 1965
2. Titanium Science and Technology. Ed. Jaffe R.I., Burte H.M. Plenum Press, New York - London, 1973
3. J. KACZMAREK i in.: Badania procesów konstytuowania stanu WW oraz jej własności użytkowych za pomocą wybranych metod technologicznych. Sprawozdanie PW 05.1.1 - ZUM 6 /Archiwum IPPT PAN/1979]
4. A.N. MINKIEWIČ: Chimiko-tiermičeskaja obrabotka metallov i splavov. Mašinostrojenije, Moskwa 1965
5. G. DEARNALEY: The alteration of oxidation and related properties of metals by ion implantation. Nuclear Instruments and Methods 182/183 /1981/. North-Holland Publishing Comp.
6. J. KACZMAREK i in.: Opracowanie charakterystyki TWW próbek standardowych nieimplantowanych i implantowanych dwoma pierwiastkami. Spraw. PW 05.1 - 11.1/10. Archiwum IPPT PAN 1982
7. U. ZWICKER: Titan und Titanlegierungen. Springer Verlag. Berlin - Heidelberg - New York, 1974
8. V.N. MOISEJEV i in.: Svarnyje sojedinenienija titanowych splavov. Metallurgija, Moskwa 1978
9. V.G. VEJCMAN, V.G. VAJNSTEJN: Upročnienije titanowych splavov powierzchniowym plastičeskim deformirovanijem. Viestnik Mašinostrojenija nr 9, 1975
10. J. ŁUNARSKI: Wytrzymałość zmęczeniowa stopu tytanu WT3-1 po nagniataniu metodami dynamicznymi. Materiały II Konf. "Technologia obróbki nagniataniem". Rydgoszcz 1980
11. W. ROSIŃSKI: Wybrane zastosowania implantacji jonów w nauce i technice. Ossolineum PAN, Wrocław 1978
12. J. ŁUNARSKI: Porównawcza ocena własności zmęczeniowych w badaniach technologicznych. Technika lotnicza i Astr.nr 3, 1981

13. W.I. DIXON, A.M. MOOD: A method for obtaining and analysing sensitivity data. Journal Amer.Statist.Ass. v.48, 1948
14. J. LUNARSKI: Wlijanije struktur peregretoho vysokopročnogo titanovogo splava WT3-1 na jego mehaničeskiye i ustalostnyje svojstva. Mater.Konf."X Celostatne dni tepelneho spracovanija". Erno - CSSR, 1984
15. J. LUNARSKI: Właściwości fizyczne i użytkowe stopów tytanu po procesie nagniatania dynamicznego. Rozprawy 35. Wyd. Politechniki Rzeszowskiej, 1982