

XI. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2006. március 24-25.

Ti6Al4V JELÖLÉSŰ ÖNTÖTT TITÁNÖTVÖZET HŐKEZELÉS UTÁNI SZÖVETSZERKEZETÉNEK VIZSGÁLATA

Pinke Péter, Réger Mihály, Marcinka Roderik

Abstract

This paper deals with the changes in the microstructure of the casted Ti6Al4V titanium alloy by a solution treatment at 1050 °C, 950 °C and 800 °C followed by water or air cooling. The specimens after solution treatment were treated by an aging treatment at 550 °C. The solution treatments at 1050 °C and 950 °C followed by water cooling process lead to α' martensite structure. In other cases after the solution treatment a lamellar structure of $\alpha + \beta$ phases was detected. The effects of the applied heat treatment parameters on the microstructure were investigated by optical and electron microscopes as well as by hardness tests.

A dolgozat Ti6Al4V jelölésű öntött titánötvözet szövetszerkezeti változásait mutatja be 1050 °C, 950 °C és 800 °C-on alkalmazott oldó izzítást követő víz- illetve léghűtés után. Oldó izzítás után a próbadarabokat 550 °C hőmérsékletű keményítő hőkezelésnek vetettük alá. Az 1050 °C és a 950 °C-os hőntartást követően vízhűtést alkalmazva α' martenzites szerkezet jött létre. Egyéb esetekben az oldó izzítás utáni szövetszerkezet lemezes $\alpha + \beta$ fázisú volt. Az alkalmazott hőkezelési paraméterek hatását a szövetszerkezet vonatkozásában fény- és elektronmikroszkópos vizsgálatok valamint keménységmérés segítségével tanulmányoztuk.

Bevezetés

Titánt és titánötvözeteket napjainkban széleskörűen alkalmaznak a repülés, az energetika, a vegyipar és az autóipar számos területén. Több titánötvözet, biokompatibilitása folytán, kitűnően alkalmazható sebészeti protézisek, orvostechikai eszközök anyagaként. Az orvosbiológiai titánötvözetek magas szilárdsággal és fáradási határfeszítéssel, alacsony rugalmassági modulussal, kitűnő korrózióállósággal és kiváló biokompatibilitással kell hogy rendelkezzenek.

A protézisek, orvosi eszközök egyik legelterjedtebb titánötvözete a Ti6Al4V jelölésű ötvözet, amely a kemény szövetek (csontok) pótlásának irányadó anyaga [1]. Beültethető implantátumok hagyományos gyártástechnológiája a kiinduló félgyártmányok megalakítására és az azt követő befejező forgácsoló és finomfelületi megmunkálásokra épül. A vákuum- és plazma metallurgia valamint az ezekhez társuló precíziós öntés napjainkban egyre jobban a figyelem középpontjába kerül. Ezekkel a technológiákkal, költségkímélő módon, kívánt alakhűségű és méretpontos implantátumok készíthetők. Természetesen fontos kérdés az implantátumok bevonatolása [2] is a jó csontintegráció elérése érdekében.

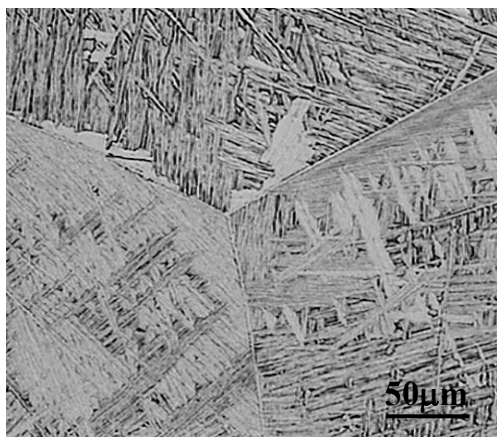
Jelen munkánkban professzor Žitňanský (Szlovák Műszaki Egyetem, Pozsony) vezetésével előállított öntött Ti6Al4V titánötvözetből készült próbadarabok [3] hőkezelésével, szövetszerkezeti változásaival foglalkozunk. Dolgozatunk kötődik az e tárgykörben korábban megjelent tanulmányunkhoz [4].

Kísérleti anyag és technika

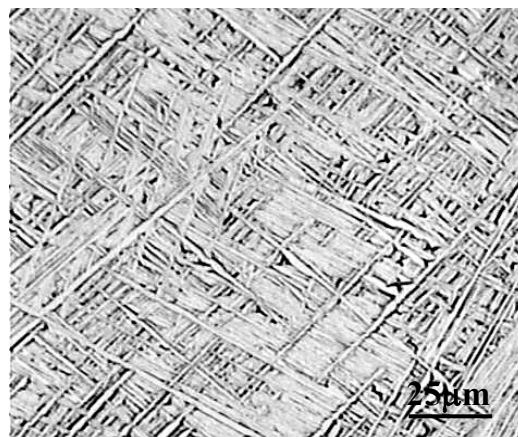
Munkánkban plazma metallurgia és precíziós öntés által, laboratóriumi körülmények közt előállított, Ti6Al4V titánötvözetet vizsgáltunk. Az ötvözet irányadó vegyi összetétele (tömeg %) 6% Al, 4%V a fennmaradó mennyiség Ti. Az ötvözetből levágott próbadarabokon 1050 °C/1h, 950 °C/1h és 800 °C/1h oldó izzítást alkalmaztunk, amelyet vízhűtés vagy léghűtés követett. Az oldó izzítás után 550 °C/4h keményítő hőkezelést is beiktattunk, amelyet léghűtés követett. A hőkezelést LM 212.11 indukciós kemencében végeztük. A szövetszerkezetet Neophot 30 fény- JEOL JSM 5310 pásztázó elektron- és JEOL 200 CX típusú átsugárzásos elektronmikroszkópon vizsgáltuk. Vickers keménységmérésre (HV10) Briviskop BVR 187.5H berendezést használtunk.

Vizsgálati eredmények

A Ti6Al4V titánötvözet öntés utáni szövetszerkezetét az 1.a és b. ábra mutatja. A mikroszerkezet kétfázisú: α és β szilárd oldatokból tevődik össze. Az α fázis (világos alakzatok) viszonylag szabályos, lemez alakú, amelyek között vékony β fázis (sötét alakzatok) található. Ez az $\alpha + \beta$ szerkezet $\beta \rightarrow (\alpha + \beta)$ átalakulás eredményeként jött létre. Az eredeti β fázis szemcsehatárain α fázis vált ki, amelyeket α_{GB} fázisként (grain boundary) értelmezhetünk. Az eredeti β szemcséken belül ($\alpha + \beta$) kolóniák jöttek létre, a kolóniák azonos kristálytani irányultságú α lemezekből épülnek fel.



a)



b)

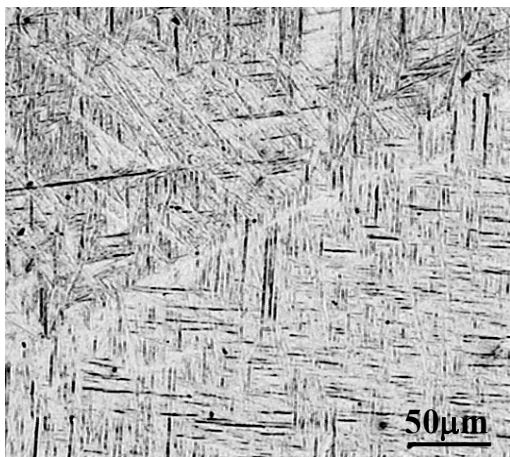
1. ábra Ti6Al4V titánötvözet, kiinduló – öntés utáni szerkezet

Az 1050 °C hőmérsékletű oldó izzítás utáni vízhűtés túszerű α' martenzites szerkezet kialakulásához vezetett (2. ábra). A martenzít tűk között maradék β fázis található, az eredeti β szemcsehatárok mentén α_{GB} fázis kiválása nem volt megfigyelhető. Ha 1050 °C- ról levegőn történő lehűlést alkalmaztunk, akkor lemezes $\alpha + \beta$ kétfázisú szövet jön létre (3. ábra), a β szemcsehatárokon pedig α_{GB} fázis vált ki.

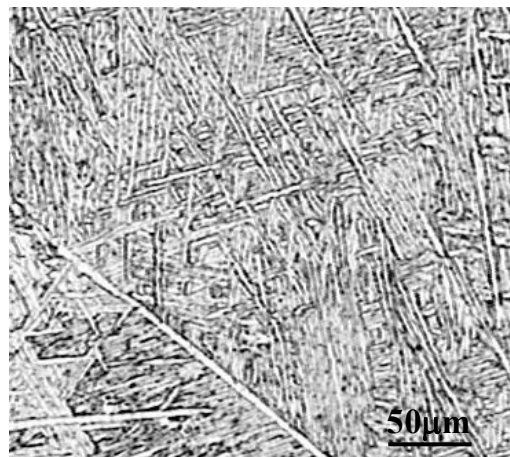
A 950 °C- ról végrehajtott vízhűtés után a szövetkép primer α fázis és α' martenzites szerkezet kialakulását mutatta. Primer α alatt azokat az α lemezeket (alakzatokat) értjük, amelyek 950 °C- os oldó izzítás során nem mentek β szilárd oldatba, mivel hevítésnél az $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$ átalakulási hőmérséklet Ti6Al4V ötvözet esetén ~ 1000 °C [5]. A 950 °C/levegő oldó izzítás után lemezes $\alpha + \beta$ fázisú szövetet valamint primer α és α_{GB} fázisokat tartalmazott vizsgált ötvözetünk.

A 800 °C/víz hőkezelés utáni metallográfiai vizsgálat azt mutatta, hogy α' martenzites szerkezet nem alakult ki. A 4. ábrán látható, hogy a létrejött szövet $\alpha + \beta$ lemezes. Feltételezhető, hogy gyorsűtés következtében bizonyos túltelítettséggel rendelkező metastabil β fázis jön létre. A 800 °C-os oldó izzítás után léghűtést alkalmazva $\alpha + \beta$ fázisú lemezes szövetállapot volt megfigyelhető (5. ábra). Mindkét lehűlési mód után a mikroszerkezet α_{GB} fázist is tartalmazott.

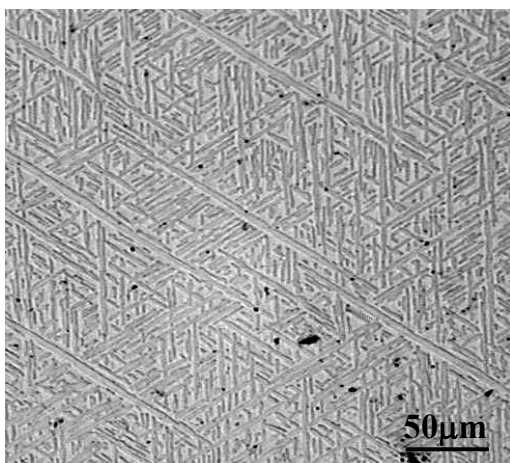
A Ti6Al4V öntött titánötvözet esetében alkalmazott oldó izzítási hőmérsékletek és lehűlési módok után kialakuló szövetszerkezetekről a 6. ábra ad áttekintést.



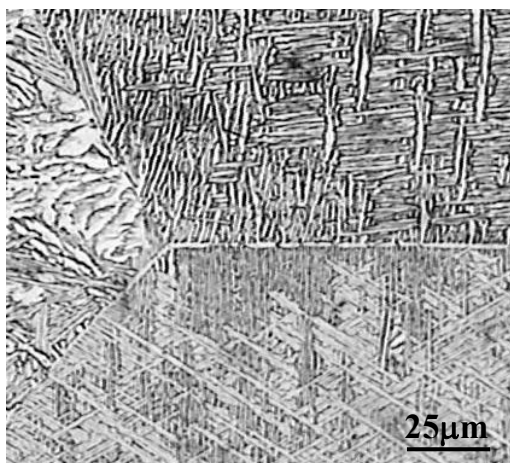
2. ábra Ti6Al4V, 1050 °C/1h/víz



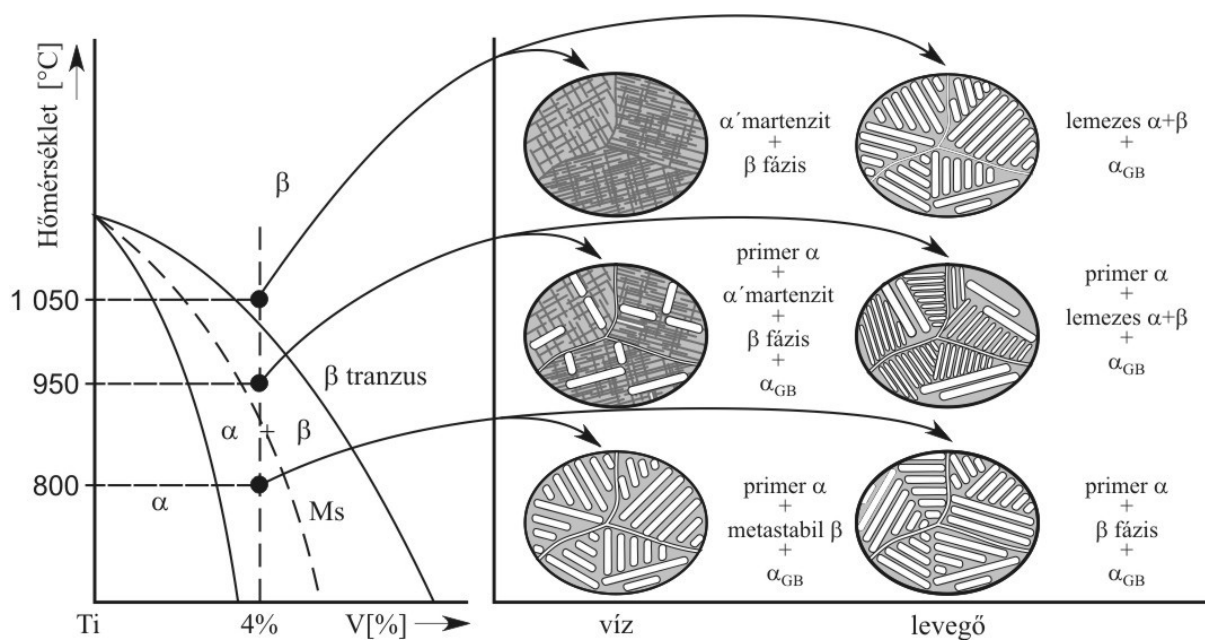
3. ábra Ti6Al4V, 1050 °C/1h/levegő



4. ábra Ti6Al4V, 800 °C/1h/víz



5. ábra Ti6Al4V, 800 °C/1h/levegő



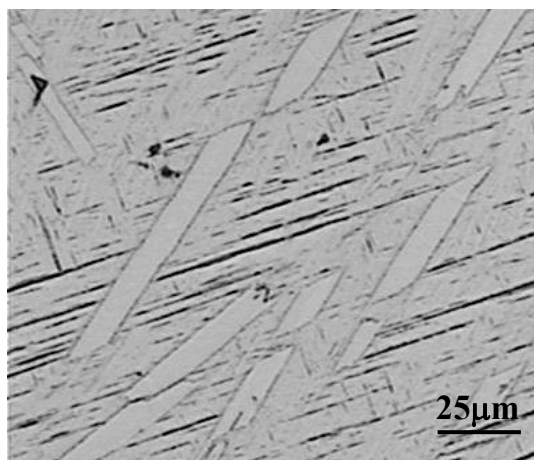
6. ábra Az oldó izzítás paramétereinek hatása a Ti6Al4V jelölésű öntött titánötvözet szövetszerkezetére (sematikus ábrázolás)

A vizsgált oldó izzítási eljárások után a próbadarabokon 550 °C –on keményítő hőkezelést is végrehajtottunk, a próbadarabok lehülése levegőn történt. Az oldó izzítás után kialakult jellemző mikroszerkezet az 550 °C- on elvégzett izzítás után lényegében nem változott.

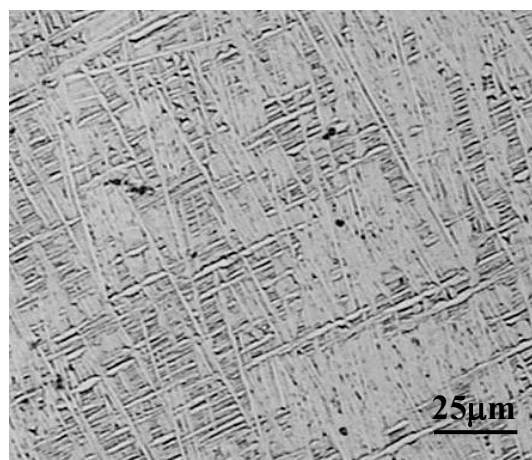
A 7. és 8. ábra a 950 °C/víz +550 °C valamint a 950 °C/levegő +550 °C paraméterű, tehát a próbatestek teljes hőkezelés utáni szövetállapotát szemléltetik.

Az alkalmazott hőkezelési módok után a szövetszerkezetet pásztázó elektronmikroszkóppal is tanulmányoztuk. Az elektronmikroszkópos vizsgálat (SEM) megerősítette azokat a megállapításainkat, amelyeket fénymikroszkópos vizsgálatok által tettünk.

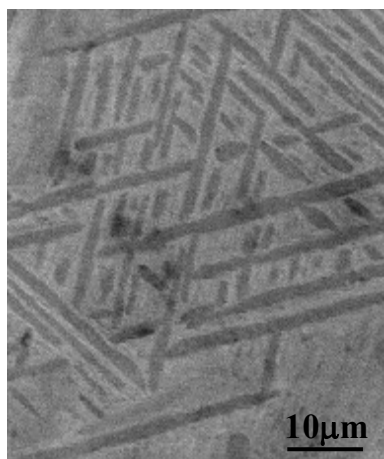
A 9. ábrán látható szövetkép jelzi, hogy 800 °C/vízhűtés következtében olyan $\alpha + \beta$ szerkezet jön létre, amely jelentős mennyiségű β fázisból áll, míg 1050 °C/levegő paraméterű kezelés után a β fázis finom „erezet” formájában van jelen (10. ábra). A teljes hőkezelés után (1050 °C/víz +550 °C) is megmaradó túszerű martenzites szerkezet képe a 11. ábrán látható.



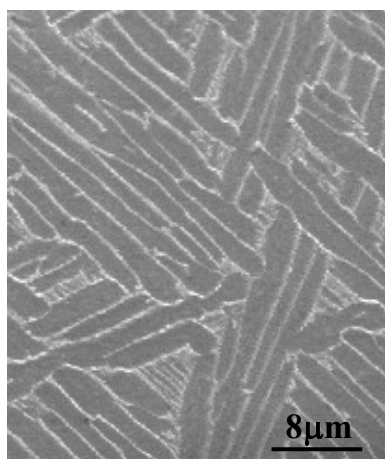
7. ábra Ti6Al4V, 950 °C/1h/víz
+ 550 °C/4h/levegő



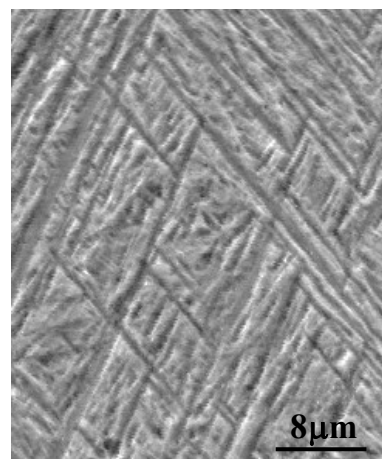
8. ábra Ti6Al4V, 950 °C/1h/levegő
+ 550 °C/4h/levegő



9. ábra Ti6Al4V, 800 °C/1h/víz



10. ábra Ti6Al4V,
1050 °C/1h/levegő
+ 550 °C/4h/levegő



11. ábra Ti6Al4V,
1050 °C/1h/víz
+ 550 °C/4h/levegő

Az egyes hőkezelési eljárások után a próbadarabokon keménységmérést is végeztünk. A mérési eredményeket az 1. táblázat foglalja össze. Látható, hogy oldó izzítás után a legjelentősebb keménységnövekedést az 1050 °C/víz illetve a 950 °C/víz kezelés váltotta ki. Az 550 °C- on alkalmazott keményítő hőkezelés minden esetben keménységnövekedést eredményezett. A kiinduló állapothoz képest (312 HV10) a legmagasabb keménységértéket az 1050 °C/víz +550 °C- on végrehajtott teljes hőkezelés után mértük (428 HV10).

1. táblázat Az alkalmazott hőkezelések hatása a Ti6Al4V jelölésű öntött titánötvözet keménységére

Ti6Al4V jelölésű öntött titánötvözet	Oldó izzítás	1050 °C/ 1h/víz	1050 °C/ 1h/levegő	950 °C/ 1h/víz	950 °C/ 1h/levegő	800 °C/ 1h/víz	800 °C/ 1h/levegő
	Keménység HV 10	405	320	395	311	344	319
	Oldó izzítás + keményítő hőkezelés	1050 °C/ 1h/víz + 550 °C/4h	1050 °C/ 1h/levegő + 550 °C/4h	950 °C/ 1h/víz + 550 °C/4h	950 °C/ 1h/víz + 550 °C/4h	800 °C/ 1h/víz + 550 °C/4h	800 °C/ 1h/víz + 550 °C/4h
	Keménység kiinduló állapotban 312 HV 10	428	338	414	352	368	346

A továbbiakban arra a kérdésre kerestünk válaszokat, hogy az oldó izzítás után alkalmazott keményítő hőkezelés következtében milyen mechanizmus(ok) által jön (jöhet) létre keménységnövekedés. Ha oldó izzítás után α' martenzit keletkezik, akkor feltehetően, az egyensúlyi átalakulás irányában az $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ folyamat játszódik le. Ha martenzit nem jön létre, akkor a metastabil β fázisból válhatnak ki finom α fázisok, tehát metastabil $\beta \rightarrow$ finom $\alpha + \beta$. Ez a folyamat levegőn történő lehűlés következtében kialakuló lemezes $\alpha + \beta$ szerkezet esetén is végbemehet, tehát $\beta \rightarrow$ finom $\alpha + \beta$. A keményítés során lejátszódó lehetséges folyamatok alapmegközelítéseit a 2. táblázat foglalja össze.

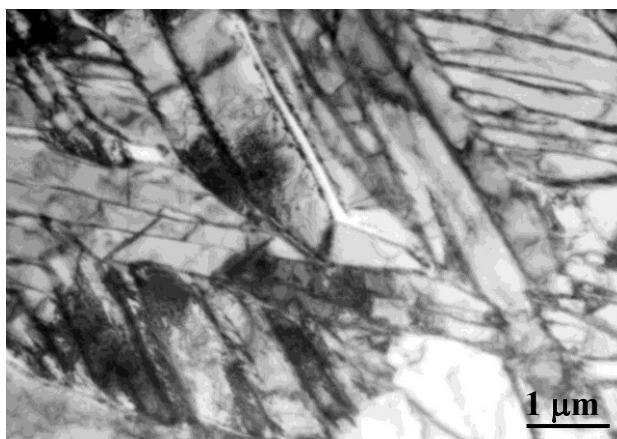
2. táblázat Keményítés során valószínűsíthető folyamatok áttekintése

Oldó izzítás hőmérséklete T	Hűtési mód	Oldó izzítás utáni szövegszerkezet	Keményítés során valószínűsíthető változások
$T > T_{\beta}$	vízűtés	α' martenzit + β	$\alpha' \rightarrow$ finom $\beta + \alpha$ $\beta \rightarrow$ kiválik finom α
$T < T_{\beta}$ és $T > T_{Ms}$	vízűtés	primer $\alpha +$ α' martenzit + β	$\alpha' \rightarrow$ finom $\beta + \alpha$ $\beta \rightarrow$ kiválik finom α
$T < T_{Ms}$	vízűtés	$\alpha +$ metastabil β	metastabil $\beta \rightarrow$ kiválik finom α
$T > T_{\beta}$ $T < T_{\beta}$	légűtés	$(\alpha + \beta)$ primer $\alpha + (\alpha + \beta)$	$\beta \rightarrow$ kiválik finom α

T_{β} - a $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ átalakulás hőmérséklete T_{Ms} - a martenzites átalakulás kezdő hőmérséklete

Arra, hogy milyen átalakulások-kiválások mehetnek végbe Ti6Al4V ötvözetben oldó izzítás utáni hőkezelés során titánötvözet-fémfóliák átsugárzásos elektronmikroszkópos (TEM) vizsgálata adhat magyarázatot. Titánötvözet-fólia készítését illetően az első lépéseket már megtettük, a 12. ábrán a vizsgált ötvözet öntés utáni állapotának TEM felvétele látható. A továbbiakban a hőkezelt próbadarabokból fémfóliák készítését tervezzük. A TEM vizsgálatokat röntgendiffrakciós elemzésekkel is ki szeretnénk egészíteni.

A vázolt kísérleti eljárások és technikák remélhetőleg lehetővé teszik a keményedés mechanizmusainak behatárolását. Ezek az ismeretek felhasználhatók az ötvözet próbatesteken nyert anyagjellemzőinek tárgyalásánál.



12. ábra Ti6Al4V, öntés utáni állapot (fémfólia, TEM)

Következtetések

Az öntött Ti6Al4V ötvözetmintákon végrehajtott hőkezelési eljárások alapján megállapítható, hogy a 950 °C és az 1050 °C-os oldó izzítási hőfokról vízhűtést alkalmazva α' martenzites szövetszerkezet jött létre. A 800 °C-os oldó izzítási hőmérsékletről vízhűtést követően nem keletkezett α' martenzit, az ötvözet szövete lemezes $\alpha + \beta$ fázisú volt. Az alkalmazott oldó izzítási hőmérsékletekről levegőn történő hűtés minden esetben lemezes $\alpha + \beta$ fázisú szövetállapotot eredményezett. Az oldó izzítás után kialakult mikroszerkezet lényegében nem változott az 550 °C-on elvégzett izzítás után, viszont minden esetben keménységnövekedés lépett fel. A Ti6Al4V ötvözet hőkezelése során a szövetszerkezetben végbemenő változások feltérképezésére átsugárzásos elektronmikroszkópos vizsgálatok alkalmazását tartjuk célravezetőnek.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők köszönetüket fejezik ki a VEGA Tudományos Ügynökségnek (Szlovákia) a kutatás támogatásáért, amely a VEGA No. 1/1081/04 projekt keretén belül valósult meg.

Irodalomjegyzék

- [1] WILLIAMS D. F.: Titanium for medical applications. In: BRUNETTE D. M., TENGVALL P., TEXTOR M., THOMSEN P.(eds.) *Titanium in medicine*, Springer-Verlag, Berlin, 2001, pp.13-24.
- [2] TAKÁCS J., OZSVÁTH P.: Development of human implants with plasma sprayed surfaces. First Hungarian Conference on Biomechanics, Budapest, Hungary, June 11-12, 2004, p. 464-471.
- [3] ŽITŇANSKÝ M., ČAPLOVIČ Ľ.: The preparing of Ti-Al-4V alloy in laboratory conditions. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 157-158, (2004), pp. 781-787.
- [4] PINKE P., ŽITŇANSKÝ M., ČAPLOVIČ Ľ., RÉGER M.: The influence of heat treatment parameters on the microstructure of the Ti6Al4V titanium alloy. In: *Proceedings of 12th International Scientific Conference CO-MAT-TECH 2004*, Trnava, Slovakia, 14-15 October, 2004, pp. 1042-1046.
- [5] DONACHIE M. J., Jr.: Heat treating. In: *Titanium: A technical guide*, ASM International, Metals Park, OH, 1988, pp. 57-74.

Ing. Peter Pinke, CSc., egyetemi adjunktus
Materiálovotechnológická fakulta STU Trnava
Paulínska 16, 917 24 Trnava, Slovensko
00421/33 552 1007, email: peter.pinke@stuba.sk

Dr. Réger Mihály, főiskolai docens
BMF-Bánki Donát Gépészmérnöki Főiskolai Kar
1081 Budapest, Népszínház u. 8
0036/1219 63 00, email: reger.mihaly@bkgk.bmf.hu

Bc. Roderik Marcinka, egyetemi hallgató
Materiálovotechnológická fakulta STU Trnava
Paulínska 16, 917 24 Trnava, Slovensko
00421/33 552 1007, email: roderik@zoznam.sk