

Titán alapú amorf ötvözetek tervezése és gyártása

Design and manufacture of Ti-based amorphous alloys

RENKÓ József Bálint¹, KÁROLY Dóra²

^{1,2} Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék
Magyarország, 1111 Budapest, Bertalan Lajos utca 7. telefonszám: +36 1 463-1234
¹renko.jozsef@edu.bme.hu, ²kdora@eik.bme.hu

Összefoglalás

Kellően nagy hűtési sebességgel elérhető, hogy az adott fémötvözet ne tudjon kristályos formába rendeződni. Az így kialakuló amorf ötvözet egyes tulajdonságai sokkal kedvezőbbek, mint az azonos összetételű kristályos fázisú ötvözeteké. Ezeket a kedvező szilárdsági tulajdonságokat titán alapú ötvözetekkel kombinálva új, eddig nem használt anyagokat hozhatunk létre.

Kulcsszavak: titán, amorf, ötvözet, tervezés, gyártás

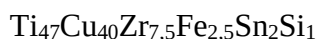
Abstract

With the use of high enough cooling speed on a given alloy, the alloy will not reach crystalline phase. Some of the created amorphous alloy's attributes are more favourable than the same material's crystalline version. If we combine these attributes with Titanium-based alloys, we can create materials that have not been used so far.

Keywords: Titanium, amorphous, alloy, design, manufacture

1. A VÁLASZTOTT ÖTVÖZETEK

Kutatásunk elsődleges célja az volt, hogy titán alapú amorf ötvözetet állítsunk elő, illetve ezzel kapcsolatban a mintakészítés és mintaminősítés lépésit megismerjük. Ehhez egy, a szakirodalomból ismert és már elkészített ötvözet, valamint egy eddig nem vizsgált, általunk tervezett ötvözet elkészítését és vizsgálatát kellett megvalósítanunk. Míg az irodalmi minta kiválasztásánál a legfőbb szempont az volt, hogy referenciát és egyfajta ellenőrzést tudjunk végezni, biztosítva ezzel, hogy a mért eredményeket más kutatók munkája is alá tudja támasztani, addig a saját ötvözetnél a tervezés legfőbb szempontja a kis, legfeljebb 5 g/cm³ sűrűség és a jó üvegesedési hajlam volt [1]. A rendelkezésre álló információkból ezért a választott „irodalmi ötvözet” [2]:



Az általunk tervezett ötvözetnél szempont, hogy az ötvözet különösen nagy titán tartalmú legyen, kis, legfeljebb 5 g/cm³ sűrűséggel, de mégis megfelelő üvegesedési hajlammal. A feltételeknek megfelelő „saját ötvözet”:

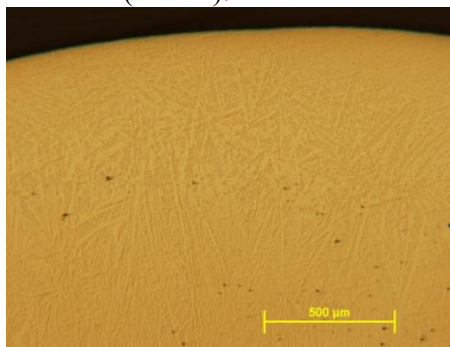


Ennek elméleti sűrűsége 4,8 g/cm³, elméleti szabadentalpia-változása pedig háromszorosa az irodalmi ötvözetnek, így elmondható, hogy a nagy üvegesedési hajlam feltételének is eleget tesz.

2. MINTAKÉSZÍTÉS

A tervezett atomarányos összetételt tömegarányra átszámolva megkapható, mennyit kell az egyes elemi ötvözőkből összeolvasztani ahhoz, hogy végeredményben 20 grammos minta álljon elő, mivel ennyi az alkalmazott olvasztótégely maximális befogadóképessége. Az elemi összetevőket fűrésszel és csiszolópapírral aprítottuk megfelelően kis méretűre. Erre azért volt szükség, mert olvasztás során nincs lehetőség az olvadékot megkeverni, így minél kisebbek a darabok, annál jobb lesz a homogenitás összeolvasztáskor.

Mindkét vizsgálandó ötvözet előállítása hidegtégelyes indukciós olvasztás segítségével történt. A homogenitás fokozása érdekében a kész ötvözet öt alkalomnyi összetörése és újraolvasztása szükséges. A vizsgálatok során megbizonyosodtunk arról, hogy már ekkor kis mértékben kialakult üvegfázis a minta réztégely felőli oldalán, ám ennek vastagsága túlságosan kicsi ahhoz, hogy érdemi következtetéseket lehessen levonni belőle (1. ábra).



1. ábra

Irodalmi öntecs 50x nagyítással

Amorf mintákat centrifugálöntéssel, az indukciósan felhevített ötvözet előre kialakított formájú kokillába öntésével kívántuk létrehozni [3]. Mivel a minták olvadáspontja nagyon nagy, így szükség volt az esetleges öntőtégely-lyukadás ellen védekezni. Az öntőtégelybe ezért grafitömbből esztergált betétet készítettünk. A grafitbetét így az előre behelyezett és felhevített tiszta titánnal titánkarbidot képez, amelynek olvadáspontja már kellően nagy ahhoz, hogy védje az öntőtégelyt. Sajnálatos módon a rendelkezésre álló berendezéssel végül sem a tiszta titánt, sem a vizsgálandó ötvözeteket nem sikerült megolvasztani, mivel a gép nem bírta előállítani az ehhez szükséges hőmérsékletet.

Mivel olvasztással és az azt követő gyorsűtéssel nem sikerült fémüveget előállítani, érdekes alternatívát találtunk. Malomban őrölve a szemcsék elaprózódnak, valamint a folyamatos dinamikus igénybevétellel diszlokációk vihetők a szerkezetbe. Kellő idejű és intenzitású igénybevétellel elérhető, hogy fokozatos szemcsecsökkenés során nano-, majd amorf fázis alakuljon ki. Ezért az ötvözeteket 15 órán át őröltük golyós malomban.

Az így kapott porral viszont felmerült egy újabb probléma. Pormintákon ugyanis a megszokott vizsgálati módszerek nem alkalmazhatóak, ezért nincs lehetőség sem keménységmérésre, sem mikroszkópos csiszolati vizsgálatra. A porokat ezért tömbösíteni kellett. Erre két különböző eljárást alkalmaztunk. Először egy egyszerű préselést, amely során 10 tonna nyomóerő alatt préseltük az alig 1 grammos mintákat két percig. A két vizsgált ötvözet közül az irodalmi minta tömörített felülete meglepő módon már ekkor alkalmassá vált a kívánt vizsgálatok elvégzésére, ugyanis nagy, összefüggő, tükörsima felületek alakultak ki a pormintán. Mivel a saját ötvözetnél a tömörítés után durva, egyenetlen felület alakult ki, a minták újabb tömörítése következett. Másodszor HPT (High Pressure Torsion) technológiával, úgynevezett nagynyomású torzióval tömbösítettük a mintákat. Itt a 10 tonna nyomóerő mellett torziós igénybevétel érte a porokat.

Az elkészült minták vizsgálatra való előkészítését egyaránt elvégeztük az öntött, a tömörített és a HPT technológiával kezelt mintákon is, igaz ezek eredményessége változó volt. A mintákat szilikon formában először duracryl gyantába öntöttük, amelyet nagy nyomás alatt térhálósítottunk. A kész mintákat egyre finomabb csiszolópapírral csiszoltuk, ügyelve arra, hogy a csiszolás iránya váltakozó legyen. A P4000-es, 6 μm szemcsenagyságú csiszolópapír után polírozógépen 3 μm-es gyémánttal políroztuk tükörsimára a felületeket, ahol arra lehetőség volt.

3. VIZSGÁLATOK

3.1 Sűrűségmérés

A megfelelően felületkezelt minták mérése hélium gáz piknométeres sűrűségméréssel kezdődött.

Sűrűségmérés eredményei:

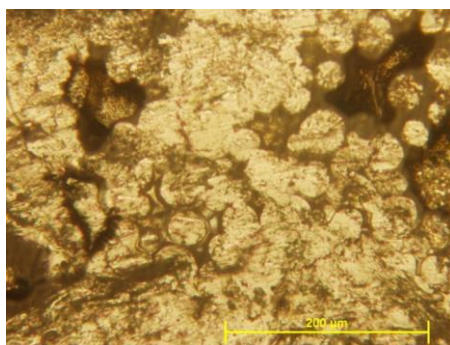
1. Táblázat

Ötvözet	Irodalmi	Saját
Elméleti sűrűség [g/cm ³]	6,3742	4,8029
Minta tömege [g]	2,87	1,99
Térfogatmérés átlaga [cm ³]	0,4977	0,4824
Térfogatmérés szórása [cm ³]	0,0019	0,0014
Átlagsűrűség [g/cm ³]	5,7671	4,1249
Sűrűség szórása [g/cm ³]	0,0215	0,0121

A fenti táblázatból látható, hogy jó közelítéssel sikerült megkapni az elméleti sűrűségeket. Az ettől való kb. 0,6 g/cm³ eltérés betudható az amorf fázis jelenlétének, az ötvözet esetleges inhomogenitásának és a gép hibájának.

3.2 Mikroszkópos vizsgálatok

Mikroszkópos vizsgálatok során lehetőség volt arra, hogy a mikroszkópos képek alapján előzetesen eldöntsük, alkalmas-e az adott minta a további vizsgálatokra. Az öntecseken, vagyis a kristályos kiindulási ötvözeteken megfelelő előkészítéssel könnyedén kialakítható volt a szükséges felület. Tömörítés után az irodalmi minta felszínén kiváló minőségű, nagy kiterjedésű összefüggő felületek jöttek létre. Polírozással megfelelő felületet kapható a keménységméréshez. Ugyanez a saját ötvözetéről nem mondható el, a minta felszínén bár kialakultak sima, egyenletes felületek, ezek kiterjedése olyan kicsi, hogy megfelelő mérési eredmény elérésére nem alkalmas. A HPT technológiával készített minták, köszönhetően a nagy keménységnek, nem tömörödtek össze megfelelően (2. ábra). Bár sikerült megcsiszolni több szemcsét is, elmondható, hogy a minta felülete nem alkalmas keménységmérésre, a legkisebb terhelés hatására is a szemcsék elváltak egymástól és a szerkezet szétesik.



2. ábra

Saját, HPT eljárással tömörített minta 200x nagyítással

3.3 Keménységmérés

A megfelelő felülettel rendelkező mintákon végzett Vickers mikrokeménység-mérés alapján elmondható, hogy a keménység a vizsgált irodalmi minta esetén porítás és tömörítés után nőtt az öntöthöz képest, ez pedig arra enged következtetni, hogy kialakult benne amorf fázis.

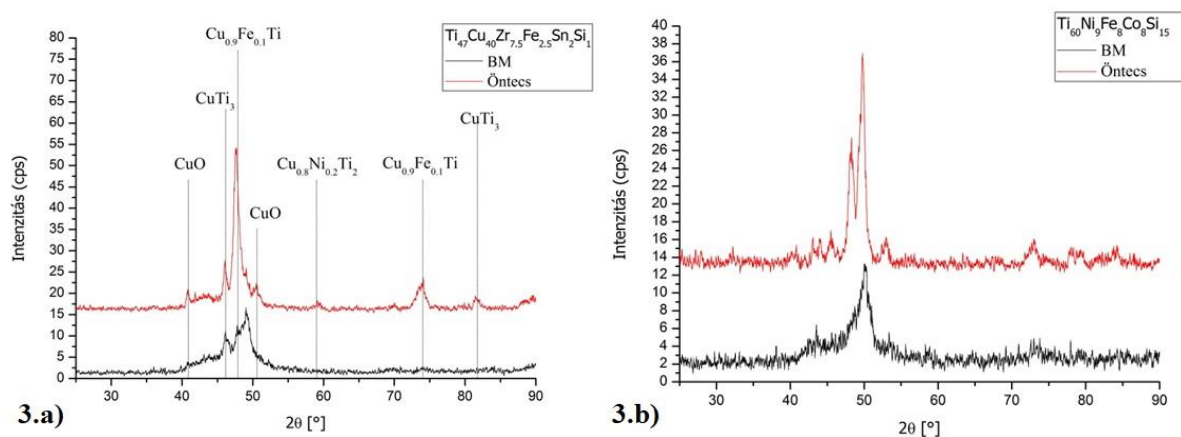
Keménységmérés eredményei:

2. Táblázat

Ötvözet	Minta típusa	Átlagos keménység [HV]
Irodalmi	Öntecs	423
Irodalmi	Tömörített	489
Saját	Öntecs	716

3.4 Röntgendiffrakciós mérés

A vizsgálat a minták röntgendiffrakciós mérésével zárult. Az öntés utáni (öntecs) és az őrlött mintáról (BM) készült röntgendiffrakciós mérések egymásra illesztésével megfigyelhető, hogy a legtöbb karakterisztikus csúcs mechanikai őrlés során eltűnt, valamint a legnagyobb intenzitású csúcsok nagyságrendekkel lecsökkentek és kiszélesedtek. Minden esetben, amikor egy karakterisztikus csúcs ellaposodik, az adott vegyületre jellemző kristályos fázis megszűnik az ötvözetben (3. ábra).



3. ábra

Irodalmi (3.a) és saját (3.b) ötvözet röntgendiffrakciós képei öntés és őrlés után

Elmondható, hogy irodalmi ötvözet esetén sikerült mechanikai őrléssel amorf ötvözetet előállítani, mivel az egyes vegyületekre jellemző karakterisztikus csúcsok többségében eltűntek. A saját ötvözetéről készített röntgendiffrakciós felvételeken is tapasztalható, hogy a mechanikai őrléssel létrehozott por fázisában részben amorf lett, ám ezeknél a mintáknál a kristályos részarány jóval nagyobb maradt. Mivel az ötvözet keménysége nagyon nagy, így hosszabb ideig tartó őrlésre lett volna szükség ahhoz, hogy az irodalmihoz hasonló, lelapult görbét kapjunk. Megfigyelhető a 70-90 fokos tartományon, hogy a kis karakterisztikus csúcsok az irodalmi minta esetében teljesen eltűntek. A saját ötvözetnél ugyanezen a tartományon a csúcsok bár elkezdtek eltűnni, szinte mindegyik megtalálható a BM görbéjén is.

4. ÖSSZEFOGLALÁS

A választott és az általunk tervezett ötvözetet is elő tudtuk állítani, ám ezeket centrifugálöntéssel már nem sikerült amorfizálni, mivel a berendezés nem volt alkalmas az ötvözetek megolvasztásához szükséges hőfok elérésére. Mechanikus őrléssel azonban sikerült por alapú, részben kristályos mintákat készíteni, amelyeken a választott vizsgálati módszerek bár nem maradéktalanul, de elvégezhetők voltak. Ezekről mind a két ötvözet esetében elmondható, hogy bár a mintában megjelent amorf fázis, a kristályos fázis nem tűnt el nyomtalanul. Az irodalmi mintánál az amorf fázis jelenlétét mind a röntgendiffrakciós vizsgálat, mind a keménységmérés megerősítette. A saját tervezett mintán a keménységmérés megfelelő felület hiányában nem volt elvégezhető a tömörített mintán, ám a röntgendiffrakciós vizsgálatok összehasonlításakor a karakterisztikus csúcsok ellaposodtak, vagyis itt is kialakult amorf fázis.

5. IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] F. Ashby, D. R. H. Jones, Engineering materials 2, An introduction to Microstructures, Processing and Design, Oxford (1986) pp. 62-68.
- [2] Liu, Ying et al.: Formation and properties of Ti-based Ti–Zr–Cu–Fe–Sn–Si bulk metallic glasses with different (Ti + Zr)/Cu ratios for biomedical application. Intermetallics. 72. pp. 36-43. (2016)
- [3] Bárdos András: Vasalapú tömbi üvegfémek előállítása és vizsgálata, Budapest (2006)