

Ti6Al7Nb alaşımının yorulma davranışı

Mehmet CİNGİ, Hüseyin ÇİMENÖĞLU*

İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul

Özet

Titanyum ve alaşımları sahip oldukları üstün mekanik özellikleri, düşük yoğunlukları ve yüksek korozyon dirençleri sayesinde havacılık, otomotiv, kimya ve biyomedikal endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Titanyum ve alaşımlarının yüksek sıcaklıkta oksijene olan yüksek afiniteleri kullanımları sınırlamaktadır. Titanyum ve alaşımlarının yüksek sıcaklıkta oksijene maruz tutulmaları yüzeyde oksit tabakasının ve hemen altında ise oksijen difüzyon bölgesinin oluşmasını sağlamaktadır. Bu işleme termal oksidasyon adı verilmektedir. Bu çalışmada aşınma ve korozyon direncinde önemli artışlar sağlayan termal oksidasyon işleminin Ti6Al7Nb alaşımının yorulma davranışı üzerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla 600 °C'de 60 saat tutulmasıyla gerçekleştirilen termal oksidasyon işlemi sonrasında numunelerin yüzey karakterizasyonu, kesit mikroyapısının incelenmesi ve yüzey mikrosertlik değerinin ölçülmesi ile yapılmıştır. Numune yüzeylerinin mikrosertlik değerleri, termal oksidasyon öncesi ve sonrasında, numuneler çekme deneyine tabi tutularak, akma ve çekme dayanımı ile kopma uzaması ve kesit daralması değerleri belirlenmiştir. Dönel eğmeli yorulma deney düzeneği ile orijinal ve termal oksidasyon uygulanmış numuneler, 25 Hz frekansta farklı gerilme genliği değerlerinde yorulma deneylerine tabi tutularak S-N eğrileri elde edilmiştir. Dönel eğmeli yorulma deneyleri sonrasında, numunelerin kırık yüzeyleri stereo mikroskop ile incelenmiştir. Termal oksidasyon sonucunda Ti6Al7Nb alaşımının yüzeyinde ince bir oksit tabakası ve hemen altında oksijen difüzyon bölgesi oluşmuştur. Termal oksidasyon sonucu yüzey sertliğinin Ti6Al7Nb alaşımında % 170 gibi yüksek bir oranda arttığı belirlenmiştir. Termal oksidasyon işlemi sonrasında Ti6Al7Nb alaşımının mekanik özelliklerinde kayda değer bir değişiklik görülmüştür. Termal oksidasyon sonrasında Ti6Al7Nb alaşımının yorulma dayanım sınırı düşmüştür.

Anahtar Kelimeler: Oksidasyon, titanyum, yorulma.

*Yazışmaların yapılacağı yazar: Hüseyin ÇİMENÖĞLU. cimenoglu@itu.edu.tr; Tel: (212) 285 68 34.

Bu makale, birinci yazar tarafından İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı'nda tamamlanmış olan "Oksit kaplı titanyum ve alaşımlarının yorulma davranışının incelenmesi" adlı doktora tezinden hazırlanmıştır. Makale metni 28.01.2008 tarihinde dergiye ulaşılmış, 04.07.2008 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.07.2010 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

Fatigue behavior of Ti6Al7Nb titanium alloy

Extended abstract

Musculoskeletal system diseases cost in the countries around the globe a significant amount of money annually. The occurrence of bone fractures has also increased due to an increase of the number of traffic accidents and the increase of life expectancy almost twice as compared with past centuries. It is expected that one-third of European citizens will be soon over the age of 60. Hence, healthcare costs will be an increasing burden for society. Therefore, the need for economically feasible biomaterials for fracture healing will increase.

For decades, researchers have focused on developing a viable and cost effective alternative materials for the dental applications instead of nickel-chromium and cobalt-chromium alloys which have been popular for the denture frameworks since 1970s. Usage of alloys containing nickel was limited due to doubts related with biological safety. Titanium, which eliminates persisting doubts as to biological safety of alloys containing nickel, was introduced in the 1970s.

Titanium alloys are attractive materials for many engineering applications, which require excellent combination of mechanical properties, corrosion resistance and biocompatibility along with a low weight. Their excellent corrosion resistance and biocompatibility are assumed to be due to the formation of a dense and stable TiO_2 layer, which rebuilds spontaneously after being damaged, even in solutions with low oxygen contents. Unfortunately, in applications where contacting motion of counterparts is maintained, titanium and its alloys have limited usage owing to their poor tribological performance. Poor wear resistances of titanium and its alloys can be enhanced by surface modification techniques. Among the surface modification techniques, thermal oxidation is one of the simplest and cheapest process and appears as it is very promising way to produce hard surfaces on titanium and its alloys. Surface modifications like surface roughening, oxidation or coating techniques also often improve the bioadhesion and the corrosion behaviors of titanium implants.

Although many types of titanium alloys are commercially available, since when compared with commercially pure titanium Ti6Al4V alloys have superior

physical and mechanical properties and almost same of nickel-chromium and cobalt-chromium alloys, alfa/beta alloy Ti6Al4V is the most commonly used in the biomedical applications. Sometimes usage of Ti6Al4V alloy can be problematic due to the toxicity of vanadium in the body. In order to eliminate this negative effect of vanadium, in the 1980s new vanadium-free alloy containing niobium Ti6Al7Nb was developed.

The aim of this study was to examine the effect of thermal oxidation on rotating bending fatigue behavior Ti6Al7Nb alloy. Thermal oxidation was conducted at 600°C for 60 h in air. Characterization of the oxidized alloy was made by microstructure examinations, hardness measurements, tensile and fatigue tests. Microstructure survey was conducted on the cross sections of the oxidized alloy by an optical light microscope after etching with 2% HF. Hardness measurements were made on the surfaces of the samples by a micro hardness tester in the unit of Vickers hardness under different indentation loads. Before and after thermal oxidation, tensile tests were performed in order to measure the yield and tensile strengths, percent elongation and reduction in area. Fatigue tests were performed under rotating bending condition at a frequency of 25 Hz. Fractured surfaces obtained from rotating bending fatigue tests were investigated utilizing a stereo microscope.

In this study, the effect of thermal oxidation on the rotating bending fatigue behavior of Ti6Al7Nb alloy was investigated. Thermal oxidation, which was performed at 600 °C for 60 h in an air furnace, resulted in the formation of 0.7 μm thick oxide layer with a 7 μm oxygen diffusion zone beneath it. Thermal oxidation considerably improved surface hardness to 929 $HV_{0.1}$.

Among the tensile properties only the yield strength was affected from the thermal oxidation. Yield strength of the examined alloy increased from 947 MPa to 1019 MPa, which corresponds to about 8 % improvement. Other tensile properties including tensile strength, elongation at fracture and reduction in area did not show any significant variation with thermal oxidation. Rotating bending endurance limit at 5×10^6 cycles decreased from about 560 MPa to about 500 MPa upon oxidation. The loss in fatigue resistance corresponds to 12%.

Keywords: Fatigue, oxidation, titanium.

Giriř

Titanyum ve titanyum alařımları, yüksek mukavemet/yoęunluk oranları ve yüksek korozyon dirençleri nedeniyle çok önemli mühendislik malzemeleridir. Isıl iřlem ve deformasyon ile mukavemetlerini artırmak mümkündür. Titan- yum ve alařımları yüksek mukavemet ve üstün korozyon direncine sahip oldukları için bařlıca havacılık sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır. Havacılık sektörüne ek olarak titan- yum ve alařımları medikal mühendisliğinde, enerji sektöründe, denizcilik sektöründe ve kimya endüstrisinde kullanılmaktadır (Boyer vd., 1994; Donachie, 1989). Süper mekanik özelliklerine karřın titanyum ve alařımları yük- sek ve kararsız sürtünme katsayıları ile birlikte düşük aşınma dirençleri nedeniyle sürtünme ve aşınmanın önemli olduęu uygulamalarda tercih edilmemektedirler (Dong ve Bell, 2000; Long ve Rack, 1998). Titanyum ve alařımlarının zayıf tribolojik özellikleri yüzey mühendislięi kullanılarak geliştirilebilir (Boyer vd., 1994; Iman ve Fraker, 1996; Boettcher vd., 2002; Qi vd., 2002). Fiziksel buhar biriktirme (PVD), termal püştürtme, iyon ařılama, termo-kimyasal difüzyon iřlemleri (N, C, B, O) titanyum ve alařımlarının yüzey özelliklerinin geliştirilmesinde kullanılır (Boyer vd., 1994). Bu teknikler arasında difüzyon iřlemleri özellikle oksijen difüzyonu en güvenilir yüzey sertleřtirme iřlemidir (Long ve Rack, 1998).

Titanyum ve alařımlarının oksijen içeren bir ortamda yüksek sıcaklıkta (termal oksidasyon) bekletilmesi sonucu dıřta bir oksit tabakası ve içerde oksijen difüzyon bölgesi oluşur. Göreceli olarak ince olan oksit tabakası korozyon direncini artırırken içeri difüze olmuş oksijen katı çözelti oluşumu mekanizmasıyla yüzey sertlięini artırmaktadır (Boyer vd., 1994; Dong ve Bell, 2000; Boettcher vd., 2002; Qi vd., 2002; Mishra vd., 1996).

Bu çalıřmada termal oksidasyon iřleminin Ti6Al7Nb alařımının yorulma davranıřları üzerindeki etkisi incelenmiřtir.

Materyal ve yöntem

Bu çalıřmada termal oksidasyon iřleminin saf titanyumun, Ti6Al7Nb alařımlarının mekanik

özellikleri üzerindeki etkisinin arařtırılması amaçlanmıřtır. Termal oksidasyon iřlemi normal fırın atmosferinde Nabertherm marka laboratuvar tipi fırında 600 °C sıcaklıkta 60 saat süre ile gerçekteřtirilmiřtir. Termal oksidasyon parametreleri Güteryüz ve Çimenoglu (2004, 2005)'nun çalıřmalarına göre optimum korozyon ve aşınma direnci veren kořullara göre belirlenmiřtir.

Termal oksidasyon sonrasında numunelerin mikroyapı incelemeleri yapılmıř ve sertlik, çekme ve dönel eęmeli yorulma testleri ile mekanik özellikleri belirlenmiřtir.

Termal oksitlenmiř numunelerin kesitleri standart metalografik yöntemler ile hazırlandıktan sonra %2 HF ile daęlanarak Leica marka TCS-SL model ışık mikroskobunda incelenmiřtir.

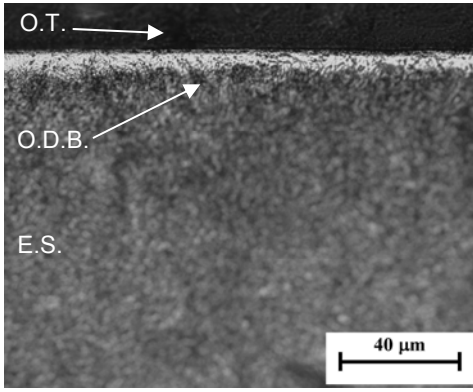
Termal oksitlenmiř numunelerin yüzey sertlik ölçümleri derinlik duyarlı CSM marka mikrosertlik cihazında, 10 g, 25 g, 50 g, 75 g ve 100 g yük altında ve Vickers uç kullanılarak gerçekteřtirilmiřtir. İşlemsiz numunelerin sertlikleri Shimadzu marka mikrosertlik test cihazında 100 g yük ve Vickers uç kullanılarak ölçülmüřtür. Çekme testleri 250 kN kapasiteli Dartec marka üniversal test cihazında 0.1 mm/s çekme hızında ve oda sıcaklığında gerçekteřtirilmiřtir. Çekme testlerinde akma mukavemet deęerleri ekstansometre kullanılarak belirlenmiřtir. Her bir numune grubunu temsilen üç adet çekme testi yapılmıř ve bunların aritmetik ortalaması deney sonucu olarak alınmıřtır.

Dönel eęmeli yorulma deneyleri için Walter Bai marka deney cihazı kullanılmıř ve orijinal ve termal oksidasyon uygulanmıř numuneler, 25 Hz frekansta farklı gerilme genlięi deęerlerinde dönel eęmeli yorulma deneylerine ($R = -1$) tabi tutulmuřtur. Hasar kriteri olarak numunelerin kırılmasının esas alındıęı dönel eęmeli yorulma deneylerinde, her bir gerilme genlięi için kırılma çevrim sayıları belirlenerek S-N eęrileri oluşturulmuř ve 5×10^6 çevrimde numunelerin kırılmadıęı gerilme genlięi, yorulma dayanım sınırı olarak alınmıřtır. Dönel eęmeli yorulma deneyleri sonrasında, numunelerin kırık yüzeyleri stereo mikroskop ile incelenmiřtir. Yorulma

testlerinde 8 mm çene çapına, 6 mm göbek çapına ve 50 mm uzunluğa sahip numuneler kullanılmıştır.

Deneysel çalışma sonuçları

Termal olarak oksitlenen Ti6Al7Nb alaşımının kesit mikro yapısı Şekil 1’de verilmiştir. Termal oksidasyon sonucunda titanyumun oksijene olan yüksek afinitesinden dolayı yüzeyde yaklaşık 0.7 µm kalınlığında oksit tabakasının ve bu tabakanın altında açık renkli yaklaşık 7 µm kalınlığında oksijen zengin bir difüzyon bölgesinin (oksijen difüzyon bölgesi) oluştuğu görülmektedir.



Şekil 1. Termal olarak oksitlenmiş Ti6Al7Nb alaşımının kesit mikro yapısı (O.T.:Oksit Tabakası, O.D.B.:Oksijen Difüzyon Bölgesi ve E.S.: ESAS METAL)

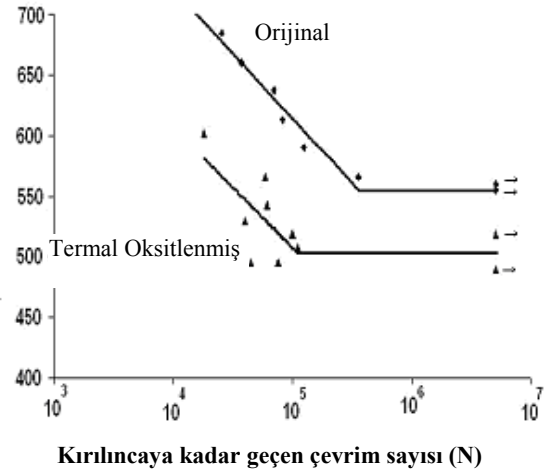
Termal olarak oksitlenmiş ve işlem görmemiş numuneler üzerinde yapılan çekme testi ve sertlik ölçüm sonuçları Tablo 1’de verilmiştir. Oksit tabakasının ve altında bulunan oksijen difüzyon bölgesinin oluşması yüzey sertliğini ($HV_{0.1}$) kayda değer şekilde arttırmıştır. Ancak sertlikteki artış akma mukavemetini de artırırken, çekme mukavemeti ve süneklikte (kopma uzaması ve kesit daralması) kayda değer değişime sebep olmamıştır.

Termal olarak oksitlenmiş ve orijinal Ti6Al7Nb numuneler ile gerçekleştirilen dönel eğmeli yorulma test sonuçları gerilme-kırılmaya kadar geçen çevrim sayısı cinsinden Şekil 2’de verilmiştir. Genel olarak termal oksidasyon işlemi Ti6Al7Nb alaşımının yorulma direncini düşürmüştür. Şekil 2’de görüldüğü gibi termal olarak

oksitlenmiş ve orijinal numunelere ait gerilme kırılmaya kadar geçen çevrim sayısı grafikleri (S-N) farklı eğimlere sahiptirler. Ancak termal olarak oksitlenmiş numuneler daha düşük yorulma direncine sahip oldukları görülmüştür. Termal olarak oksitlenmiş numunelerin S-N eğrisinin eğiminin düşük olması yorulma davranışının uygulanan gerilmeye çok bağımlı olduğunu belirtmektedir. Şekil 2’deki oklar 5×10^6 çevrimde kırılmayan numuneleri temsil etmektedir. 5×10^6 çevrim sayısı için dönel eğmeli yorulma gerilmesi (yorulma dayanımı) orijinal Ti6Al7Nb alaşımı için yaklaşık 560 MPa iken termal olarak oksitlenmiş Ti6Al7Nb alaşımı için yaklaşık 500 MPa değerindedir. Dolayısıyla termal oksidasyon işleminin yorulma dayanım sınırını yaklaşık %10 azalttığı söylenebilir.

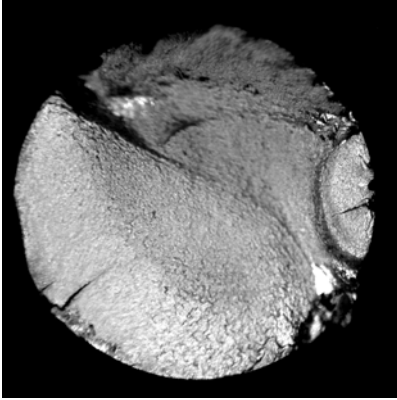
Tablo 1. Orijinal ve termal oksitlenmiş Ti6Al7Nb alaşımının mekanik özellikleri

	Orijinal	Termal oksidasyon
Sertlik ($HV_{0.1}$)	342	929
Akma muk. (MPa)	947	1019
Çekme muk. (MPa)	1090	1080
Kopma uzaması (%)	15.9	16.9
Kesit daralması (%)	41.8	41.2

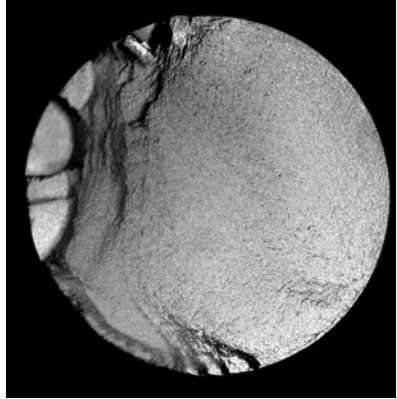


Şekil 2. İşlemsiz ve termal oksitlenmiş numuneler üzerinde gerçekleştirilen dönel eğmeli yorulma test sonuçları (Okar yorulma testleri sırasında kırılmayan numuneleri temsil etmektedir)

Yoruma sonucu oluřan kırık yzeylerin temsili makroskobik gcrnrmeleri Őekil 3'te verilmiřtir. Makroskopik incelemeler sonucu atlakların yzeyden bařlayarak ieri dođru ilerledikleri ve atlak ilerlemesi sonucu nihai kırılma bclgesinin i kesimlerde oluřtuđu gcrmlmüřtur. Termal olarak oksitlenmiř numuneler ile kıyaslandığında iřlemsiz numune yzeyinde daha az sayıda atlak bařlangı noktasının olduđu gcrmlmüřtur. Bu durumsan sert oksit tabakasının ve altındaki oksijen difüzyon tabakasının atlak bařlangıcını teřvik ettiđi anlařılmaktadır. Bu durum termal olarak oksitlenmiř numunelerde daha geniř nihai kırılma bclgesinin oluřmasını sađlamıřtır. Geniř nihai kırılma bclgesinin oluřması yorulma ömrünün büyük kısmının atlak bařlangıcı iin getiđini belirtmektedir. Bir kez yzeyde atlak oluřtuđunda, atlak i bclgelere kolayca ilerlemekte ve kırılma merkezde aniden gerekleřmektedir.



Orijinal, 683MPa ve 25636 evrim



Termal oksitlenmiř, 565MPa ve 59329 evrim

Őekil 3. Dönel eđmeli yorulma testleri sonucu elde edilen kırık yzeylerin makroskopik gcrnrmeleri

Sonular

Ti6Al7Nb alařımı üzerinde gerekleřtirilen test sonuları ařađıdaki gibidir:

1. Alařımın 600 °C sıcaklıkta 60 saat süreyle oksitlenmesi sonucunda yzeyde ince bir oksit tabakasının ve hemen altında oksijen difüzyon bclgesinin oluřtuđu gcrmlmüřtur.
2. Termal oksidasyon iřlemi akma mukavemetini ve ekme sünekliliđini düřürmeden yzey sertliđinde artıřa sebep olmuřtur.
3. Oksidasyon sonucu dönel eđmeli yorulma dayanım sınırı 560 MPa'dan 500 MPa'a düřmüřtur.

Kaynaklar

- Boettcher, C., Bell, T. ve Dong, H., (2002). Surface engineering of Timet 550 with oxygen to form a rutile-based wear resistant coating, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **33**, 1201-1211.
- Boyer, R., Welsch, G. ve Collings, E.W., (1994). *Materials properties handbook: Titanium alloys*, ASM International, Materials Park, Ohio.
- Donachie, M.J., (1989). *Titanium: A technical guide*, ASM International, Metal Park, Ohio.
- Dong, H. ve Bell, T., (2000). Enhanced wear resistance of titanium surfaces by a new thermal oxidation treatment, *Wear*, **238**, 131-137.
- Gülyüz, H. ve imenöđlu, H., (2004). Effect of thermal oxidation on corrosion and corrosion wear behaviour of Ti6Al4V alloy, *Biomaterials*, **25**, 3325-3333.
- Gülyüz, H. ve imenöđlu, H., (2005). Surface modification of a Ti6Al4V alloy by thermal oxidation, *Surface and Coating Technology*, **192**, 164-170.
- Imam, M.A. ve Fraker, A.C., (1996). *Titanium alloys as implant materials, in Medical applications of titanium and its alloys*, Brown, S.A., Lemons, J.E., ASTM, Philadelphia, 3-15.
- Long, M. ve Rack, H.J., (1998). Titanium alloys in total joint replacement-a materials science perspective, *Biomaterials*, **19**, 1621-1639.
- Mishra, A.K., Davidson, J.A., Poggie, R.A., Kovacs, P. ve Fitzgerald, T.J., (1996). *Mechanical and tribological properties and biocompatibility of diffusion hardened Ti-13Nb-13Zr-a new titanium alloy for surgical implants in Medical applications of titanium and its alloys*, Brown, S.A., Lemons, J.E., ASTM 96-112, Philadelphia.
- Qi, P.Y., Li, X.Y., Dong, H. ve Bell, T., (2002). Characterization of the palladium-modified thermal oxidation-treated titanium, *Materials Science and Engineering A*, **326**, 330-342.