

Jacek Jagielski

Grzegorz Gawlik

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych

Jerzy Łunarski

Politechnika Rzeszowska

WPLYW IMPLANTACJI AZOTU NA WŁASNOŚCI ZMĘCZENIOWE STOPÓW ŻELAZA I TYTANU

Praca poświęcona jest analizie możliwości kształtowania własności zmęczeniowych stali EJ961SZ i stopu tytanu WT3-1 metodą implantacji jonów azotu.

Na podstawie wykonanych badań strukturalnych stali implantowanej azotem przedyskutowano możliwe mechanizmy wzrostu odporności zmęczeniowej tej stali.

1. Wstęp

Zagadnieniom kształtowania własności zmęczeniowych stopów żelaza i tytanu poświęcono, w porównaniu do badań odporności na ścieranie, stosunkowo niewiele publikacji [1-6].

W badaniach dotyczących implantacji azotu do stali [1-4] stosowano dawki jonów od $1 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ do $3 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ i energie od 30 keV do 3 MeV.

Stwierdzono możliwość uzyskania poprawy własności zmęczeniowych stali w wyniku implantacji dawkami od $1 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ do $2 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ [1,2,4]. Najkorzystniejsze efekty (około 10% wzrostu obciążenia dopuszczalnego) uzyskano prowadząc proces implantacji azotu do stali w podwyższonej temperaturze [1] lub też stosując dodatkowe wygrzewanie poimplantacyjne [2].

Zaobserwowano również [5,6], że implantacja stopu tytanu Ti-6Al-4V dawką $10 \times 10^{16} \text{N}_2^+/\text{cm}^2$ powoduje wzrost obciążenia dopuszczalnego o 15%. W odróżnieniu jednak od zjawisk obserwowana-

nych dla stali, podwyższona temperatura implantacji ani też wygrzewanie poimplantacyjne nie wpływają na własności zmęczeniowe tego materiału.

Niniejsza praca poświęcona jest ocenie możliwości implantacyjnego kształtowania własności zmęczeniowych stali EJ961Sz oraz stopu tytanu WT3-1 pod kątem praktycznego zastosowania tych materiałów.

Oceny takiej dokonano na podstawie wibracyjnych testów zmęczeniowych, zaś możliwe mechanizmy poprawy odporności zmęczeniowej wymienionej stali i stopu tytanu przedyskutowano w oparciu o badania strukturalne stali oraz pomiary rozkładów azotu w obu implantowanych materiałach.

2. Warunki eksperymentu

A. Materiał poddawany obróbce

Badaniom poddano stal EJ961Sz i stop tytanu WT3-1.

Oba te materiały stosowane są do produkcji elementów pracujących zmęczeniowo.

W celu zapewnienia porównywalności wyników wszystkie próbki do badań zmęczeniowych przygotowywano z jednej partii odpowiednio stali lub stopu tytanu.

B. Warunki procesów implantacji

Próbki przeznaczone do badań zmęczeniowych implantowane były jonami N_2^+ .

Stosowano dwie różne gęstości prądu wiązki jonów: około $10 \mu A/cm^2$ i poniżej $0,8 \mu A/cm^2$. Temperatury próbek w czasie implantacji wynosiły odpowiednio: około $300^\circ C$ i około $50^\circ C$, zaś energie jonów odpowiednio 100 keV i 70 keV .

C. Warunki wygrzewania poimplantacyjnego

Doniesienia literaturowe [1,2,4] sugerują korzystny wpływ wygrzewania poimplantacyjnego na własności zmęczeniowe stali implantowanej azotem. Autorzy cytowanych prac przypisują ten efekt procesowi dyfuzji azotu, zachodzącemu w czasie termicznej obróbki zaimplantowanego materiału.

W celu sprawdzenia wpływu dyfuzji na własności zmęczeniowe

stali EJ961Sz część próbek implantowanych w temperaturze 50°C poddano dodatkowemu wygrzewaniu w temperaturze 300°C. Czas wygrzewania wynosił 1 lub 2 godziny.

Ponadto jedną partię próbek poddano sześciogodzinnemu wygrzewaniu w temperaturze 100°C. Warunki te odpowiadają procesowi przyspieszonego starzenia, opisanemu w pracy [2] .

3. Wyniki badań

A. Testy zmęczeniowe

W celu określenia wpływu dawki implantacji, wygrzewania poimplantacyjnego i przyspieszonego starzenia na wartość dopuszczalnego obciążenia materiału przeprowadzono testy zmęczeniowe próbek stali i stopu tytanu.

W tablicy I zamieszczono dane dotyczące procesów implantacji próbek przeznaczonych do tych testów (dawka D oraz temperatura procesu t) i warunków wygrzewania poimplantacyjnego. Zaprezentowano tam również wyniki testów zmęczeniowych (wartości obciążenia dopuszczalnego Z_{go} , odchylenia standardowego $\sigma_{Z_{go}}$ oraz przyrostów obciążenia dopuszczalnego ΔZ_{go}).

Najkorzystniejsze wyniki testów zmęczeniowych stali uzyskano dla próbek implantowanych dawką $1 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ w temperaturze 50°C. Wyniki te są sprzeczne ze wspomnianymi wyżej danymi, prezentowanymi w pracach [1,2,4] .

Własności zmęczeniowe stopu WT3-1 implantowanego azotem praktycznie nie zależą od dawki implantacji w zakresie dawek od $8 \times 10^{16} \text{cm}^{-2}$ do $2 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$.

B. Badania strukturalne stali implantowanej azotem

W celu wyjaśnienia rozbieżności między zaprezentowanymi w tablicy I wynikami testów zmęczeniowych stali implantowanej azotem a doniesieniami literaturowymi [1,2,4] przeprowadzono badania strukturalne stali EJ961Sz implantowanej jonami N_2^+ w różnych temperaturach.

Badania prowadzono przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego Phillips EM 300 przy napięciu przyspieszającym 100 kV.

Próbki implantowano dawką $1 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$. Stosowano gęstości prądu

Tablica I

Lp.	materiał	D [cm ⁻²]	t [°C]	warunki wygrzewania	Z _{Go} [MPa]	σ _{Z_{Go}} [MPa]	Δ Z _{Go} [%]
1	EJ961Sz	8x10 ¹⁶	-	-	519	49,5	..
2	"	8x10 ¹⁶	300	-	583	47,0	+12,3
3	"	1x10 ¹⁷	300	-	599	43,7	+15,4
4	"	2x10 ¹⁷	300	-	564	22,2	+8,7
5	"	1x10 ¹⁷	50	-	672	35,3	+29,5
6	"	1x10 ¹⁷	50	1h, 300°C	604	25,6	+16,4
7	"	1x10 ¹⁷	50	2h, 300°C	574	39,8	+10,6
8	"	2x10 ¹⁷	50	6h, 100°C	501	31,3	- 3,4
9	WT3-1	-	-	-	1190,5	80,8	-
10	"	8x10 ¹⁶	50	-	1427,1	33,7	+19,9
11	"	1x10 ¹⁷	50	-	1417,2	30,3	+19,0
12	"	2x10 ¹⁷	50	-	1438,0	30,3	+20,8

wiązki odpowiadające temperaturom procesu 50°C i 300°C.

Wyniki badań pozwoliły stwierdzić w warstwie implantowanej obecność metastabilnego azotku żelaza $Fe_{16}N_2$ w postaci drobno-dyspersyjnych wytrąceń.

Wielkość wydzieleni azotkowych jest rzędu 50Å-100Å w próbkach implantowanych w temperaturze 50°C i 100Å-200Å w próbkach implantowanych przy 300°C.

Ponadto w warstwach implantowanych nie zaobserwowano dyslokacji, wyraźnie widocznych w materiale nieimplantowanym.

C. Pomiary rozkładu koncentracji azotu

Rozkłady azotu implantowanego do stali i stopu tytanu określano metodą reakcji jądrowych. Wykorzystywano reakcję $^{14}N(d,\alpha)^{12}C$ wzbudzaną wiązką deuteronów o energii 1,3 MeV.

Badaniom poddano próbki obu materiałów implantowane dawką $1 \times 10^{17} N_2^+ / cm^2$ w temperaturach 50°C i 300°C. Określono również rozkłady azotu w stali wygrzewanej w 300°C w czasie 1 i 2 godziny.

Rozkłady azotu implantowanego w różnych temperaturach do stopu tytanu były jednakowe, niezależnie od temperatury implantacji. Nie stwierdzono również występowania dyfuzji domieszki.

Profile koncentracji azotu zaimplantowanego do stali przedstawiono na rysunkach: 1 i 2. Rozkłady te wskazują na występowanie dyfuzji domieszki zarówno podczas implantacji w 300°C, jak również podczas wygrzewania poimplantacyjnego w temperaturze 300°C.

4. Dyskusja wyników i wnioski

Zaprezentowane wyniki wskazują na możliwość uzyskania znacznej poprawy własności zmęczeniowych zarówno stali BJ961Sz jak i stopu tytanu WT3-1 po implantacji azotem.

Najkcrzystniejsze własności zmęczeniowe stali uzyskano w wyniku implantacji dawką $1 \times 10^{17} cm^{-2}$ w temperaturze 50°C. Temperatura ta nie powodowała istotnej dyfuzji domieszki. Stwierdzono natomiast obniżanie się wartości obciążeń dopuszczalnych zarówno po wygrzewaniu w 300°C, jak też po przyspieszonym starzeniu w temperaturze 100°C. Wynik ten jest sprzeczny z opisa-

nym w pracy [2] .

Przeprowadzone badania strukturalne stali EJ961Sz pozwalają przypuszczać, że wzrost wytrzymałości zmęczeniowej tej stali, spowodowany implantacją azotu, wynika z powstania w warstwie wierzchniej naprężeń ściskających wywołanych przez drobnodyspersyjne wytrącenia azotku $Fe_{16}N_2$. Zbyt duże dawki lub też obróbka termiczna prowadzą do relaksacji naprężeń ściskających, a w konsekwencji zmniejszają poprawę odporności zmęczeniowej implantowanej stali.

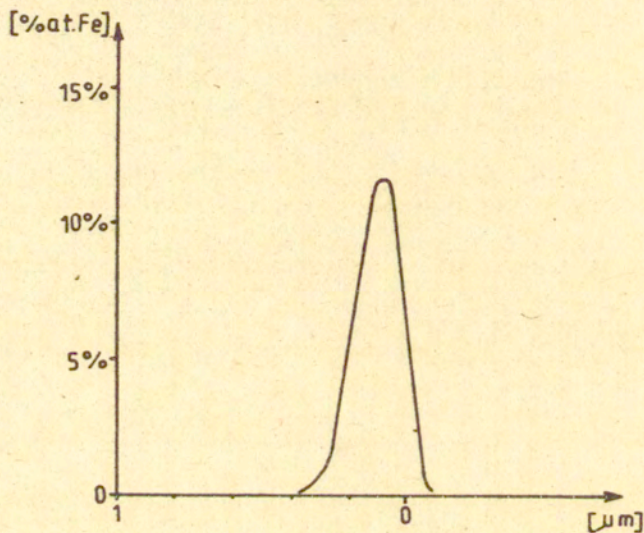
Zaprezentowane wyniki badań stopu tytanu WT3-1 implantowanego azotem nie pozwalają na wyciągnięcie jednoznacznych wniosków co do mechanizmu poprawy własności zmęczeniowych tego materiału. Najprawdopodobniej i w tym przypadku poprawa ta związana jest z powstaniem naprężeń ściskających w warstwie wierzchniej. Nie można jednak wykluczyć wpływu blokowania ruchu dyslokacji przez dekorowanie ich atomami azotu. Za mechanizmem tym przemawia występowanie poprawy odporności zmęczeniowej już przy dawkach $8 \times 10^{16} N_2^+ / cm^2$ i brak zależności tej odporności od dawki jonów. Jest to zgodne z danymi publikowanymi przez Wittkowera i Hirvonena [7] , którzy efekt blokowania ruchu dyslokacji zaobserwowali już przy dawkach $5 \times 10^{16} N_2^+ / cm^2$.

Interesujące jest też znaczne zmniejszenie rozrzutów wartości obciążeń dopuszczalnych po implantacji jonowej, występujące w obu materiałach. Wydaje się, że efekt ten można wytłumaczyć znacznym wzrostem jednorodności struktury materiału implantowanego, obserwowanym przy użyciu mikroskopu elektronowego.

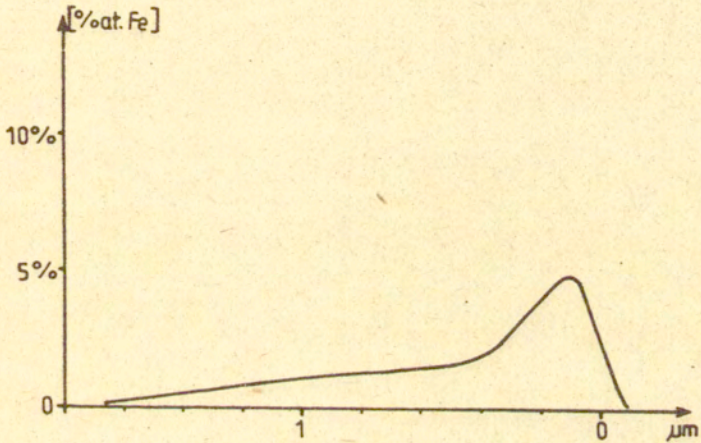
Literatura

1. S.LO RUSSO, P.MAZZOLDI, I.SCOTONI, C.TOSELLO, S.TOSTO, "Fatigue-Life Improvement by Nitrogen-Ion Implantation on Steel. Dose Dependence". Appl.Phys.Lett. 36(10), (1980), 822-823.
2. W.W.HU, C.R.CLAYTON, H.HERMAN, J.K.HIRVONEN, "Fatigue-Life Enhancement by Ion Implantation", Scripta Metallurgica 12, (1978), 697-698.
3. H.BAKHRU, W.GIBSON, C.BURR, A.J.KUMNICK, G.E.WELSCH, "Modification of the Fatigue Properties of Copper and Stainless Steel by Ion Implantation". Nucl.Instr. and Meth. 182/183, (1981), 959-964.

4. W.W.HU, H.HERMAN, C.R.CLAYTON, J.KOZUBOWSKI, R.A.KANT, J.K.HIRVONEN, R.K.MACCRONE, "Surface Related Mechanical Properties of Nitrogen-Implanted 1018 Steel", Proc. Mat. Res.Soc. Ann. Meeting, Cambridge, Mass. (1979).
5. J.K.HIRVONEN, C.A.CAROSELLA, R.A.KANT, I.SINGER, R.VARDIMAN, B.B.RATH, "Improvement of Metal Properties by Ion Implantation". Thin Solid Films 63, (1979), 5-10.
6. R.G.VARDIMAN, R.A.KANT, "The Improvement of Fatigue-Life in Ti-6Al-4V by Ion Implantation". J.Appl.Phys. 53(1), (1982), 690-694.
7. A.WITKOWER, J.K.HIRVONEN, "Some Practical Aspects of Ion Implantation for Wear Reduction", Nucl.Instr. and Meth. in Phys. Res. B6 (1985), 78-87.



Rys.1. Rozkład azotu implantowanego do stali w temperaturze 50°C



Rys.2. Rozkład srebrowa implantowanego do stali w temperaturze 300°C