

Onderzoeksprojecten

NIL project:
HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

Het superplastisch diffusiëren van
Ti en Ti6Al4V (mechanisch onderzoek)



EL-TNO-MI
t.a.v. de heer H.H. van der Sluis
Postbus 541
7300 AM APELDOORN

Auteur: ir. H.H. van der Sluis

doc.nr.: TC-I-A-537-94

Nederlands Instituut
voor Lastechniek

Krimkade 20
2251 KA Voorschoten

Vestiging Apeldoorn (Onderzoek)
Postbus 541 7300 AM Apeldoorn

NIL PROJECT HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

HET SUPERPLASTISCH DIFFUSIELASSEN

VAN Ti en Ti6Al4V

(mechanisch onderzoek)

TC-I-A-537-94

Bestemd voor: Nederlands Instituut voor Lastechniek NIL
Krimkade 20
2251 KA Voorschoten
t.a.v. de voorzitter en de leden van de
TC I-A Subcie "Hoogtemperatuursolderen"

Samengesteld door: H.H. van der Sluis
namens de werkgroep "Diffusieverbinden"
bestaande uit:

A. Arun Junai	- IPL/TNO-MI	J.H.F.G. Lipperts	-	ABB
M.W. Brieko	- ECN	M. Oosterveld	-	KSLA
W.H. Brouwer	- FOM A	C.A.M. Siskens	-	HIC
G.H.M. Gubbels	- CTK/TNO	P. Th. H. Steege	-	VSC
S. van Heusden	- NPB	H.H. van der Sluis	-	IPL/TNO-MI
C.C.J. Kaasschieter	- IPL/TNO-MI	Chr. van Stiphout	-	HCH
J. Kamans	- Holec	F.M. Velterop	-	Velterop
W. Kersbergen	- FOM-N	R.J. Zaalberg	-	Thomassen Int.
G.A. Kool	- NLR			

Dit onderzoek is uitgevoerd door het TNO Metaalinstituut in opdracht van het Nederlands Instituut voor Lastechniek.

INHOUD

pag.

SAMENVATTING

4

1 INLEIDING

5

2 UITVOERING VAN HET ONDERZOEK

7

2.1 Materialen

7

2.1.1 Materiaalkeuze

7

2.1.2 Chemische samenstelling

7

2.2 Opstelling

7

2.2.1 Apparatuur

7

2.2.2 Geometrie van de gewichten

7

2.2.3 Temperatuurmeting

8

2.3 Preparaatvoorbereiding

8

2.4 Uitvoering diffusielasproeven aan Ti

8

2.4.1 Warmtebehandeling

9

2.4.2 Oppervlaktevoorbehandeling

9

2.4.3 Lasprocedure Ti

9

2.5 Uitvoering diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V

10

2.5.1 Warmtebehandeling

10

2.5.2 Oppervlaktevoorbehandeling

10

2.5.3 Lasprocedure Ti-6Al-4V

11

3	RESULTATEN VAN HET ONDERZOEK	12
3.1	Resultaten diffusielasproeven aan Ti	12
3.2	Resultaten diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V	14
4	BESPREKING VAN DE RESULTATEN	16
4.1	Bespreking diffusielasproeven aan Ti	16
4.1.1	Microstructuur	16
4.1.2	Hardheid	16
4.1.3	Kwaliteit van de verbindingen	18
4.2	Bespreking diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V	19
4.2.1	Microstructuur	19
4.2.2	Hardheid	19
4.2.3	Kwaliteit van de verbindingen	19
5	CONCLUSIES	21
5.1	Conclusies t.a.v. Ti verbindingen	21
5.2	Conclusies t.a.v. Ti-6Al-4V verbindingen	21
6	AANBEVELINGEN	22
6.1	Aanbevelingen t.a.v. de proefuitvoering	22
6.2	Mechanische beproeving van de verbindingen	22
7	LITERATUUR	23
8	BIJLAGE (figuren)	

SAMENVATTING

Er is onderzoek verricht naar het superplastisch diffusiëren van Ti aan Ti en van Ti-6Al-4V aan Ti-6Al-4V. Onder bepaalde condities bezitten deze materialen superplastische eigenschappen. Hierdoor kan de lastijd aanzienlijk bekort worden.

De lasproeven zijn in vacuüm uitgevoerd in een HF-inductieve verhittingsinstallatie. De lasdruk is met "dode" gewichten aangebracht. Bij het diffusiëren gebruikmakend van isotherme superplasticiteit werd alleen in lasdruk gevarieerd, de andere lasparameters zoals: temperatuur, tijd, oppervlaktegesteldheid en ovenatmosfeer zijn constant gehouden. Bij het transformatie superplastisch diffusiëren werd ook de temperatuur gevarieerd. De afmetingen van de cilindrische proefstukjes waren: diameter van 3 mm en een lengte van 20 mm (per proefstaafhelft 10 mm). De verbindingen zijn op sterkte beproefd en microscopisch onderzocht. Het pendelen rond de fase-transformatie temperatuur van titaan tijdens het diffusiëren gaf geen korrelverfijning, wat wel een voorwaarde voor superplastische vervorming is. De oorzaken hiervan waren:

- te snelle temperatuurswisselingen tijdens het pendelen rond de transformatietemperatuur (ca. 6 wisselingen per min).
- een te hoog O- en N-gehalte in het restgas in de oven resp. een te hoog O- en N-gehalte in het titaan in uitgangstoestand, waardoor een grove plaatvormige structuur ontstond tijdens afkoeling. Desondanks werden bij een lasdruk van 0,5 MPa wel verbindingen verkregen met een continue structuurovergang. Bij een lasdruk van 1,4 MPa werd een treksterkte van 709 MPa behaald.

Ti-6Al-4V, uitgevoerd met een fijnkorrelige uitgangsstructuur van 6,0 μm , gedraagt zich superplastisch tijdens het lassen. De verbindingen bij Ti-6Al-4V met als lasparameters: 850°C, 600 s, 2, 3 en 4 MPa vertoonden een continue verbinding. Verbindingen vervaardigd bij een druk van 3 MPa hadden een treksterkte van 881 MPa.

1 INLEIDING

Titaan en zijn legeringen zijn zowel met behulp van smeltlas- als warmdruklasprocessen, zoals diffusilassen, te verbinden. Het diffusilassen van Ti en Ti-6Al-4V heeft twee voordelen t.o.v. smeltlasprocessen, zoals MIG en TIG:

- 1) Er treedt geen smelten en stollen op, zodat er geen warmtebeïnvloede zone en lasmetaal met een gietstructuur ontstaan.
- 2) Titaan heeft een grote affiniteit tot zuurstof. Bij smeltlassen blijven oxides in de vorm van poriën achter op de smeltlijn. Deze oxides en andere oppervlakteverontreinigingen zijn bij verhoogde temperatuur en druk, dus bij het diffusilassen, goed oplosbaar in titaan.

Het grote nadeel van diffusilassen is dat het een langdurig proces is (tot 3 uur bij de Ti-legeringen [1]), waardoor het een dure techniek is. Onder bepaalde condities vertonen Ti en Ti-6Al-4V superplastisch gedrag. Superplasticiteit wil zeggen dat het materiaal de eigenschap bezit een lange insnoeringsvrije uniforme verlenging te ondergaan (>100%) voordat breuk optreedt. Deze grote vervormbaarheid van superplastische materialen kan gebruikt worden om het contactproces in het bindingsvlak te versnellen.

De doelstelling van het onderzoek is om de mechanische sterkte van een diffusieverbinding tussen Ti met Ti en tussen Ti-6Al-4V met Ti-6Al-4V door middel van superplastisch diffusilassen verkregen te bepalen. Uit de literatuur is vrij weinig bekend over het mechanisch gedrag van superplastisch gediffusiellast Ti- en Ti-6Al-4V-verbindingen. Pilling en Ridley [1] geven dat superplastisch gediffusiellast Ti-6Al-4V een vermoeïingssterkte heeft liggend tussen 480-520 MPa bij 10^6 wisselingen; echter de kerfslagwaarde van dergelijke verbindingen is laag: tussen 2 en 7 voor Ti-6Al-4V volgens Baker en Partridge [2]. Deze auteurs betogen dat de kerfslagproef een beter criterium is om de kwaliteit van een gediffusiellaste verbinding vast te stellen dan de trekproef: de aan- of afwezigheid van poreusheid in de verbinding laat zich in de kerfslagproef beter gevoelen dan in de trekproef. Dit geldt ook voor de invloed van oxiden op het grensvlak van de verbinding.

Het overzichtsartikel van Maehara c.s. [3] verwijst voornamelijk naar de artikelen van Enjo c.s. [4,5], welke een uitgebreide beschrijving geven van hun experimenten met Ti en Ti-6Al-4V. Zij verkregen een goede verbinding tussen Ti met Ti door thermisch te pendelen tussen 845 en 920°C rond de α - β transformatietemperatuur van 882°C met een druk van 2,0 MPa [4]. Tevens hebben Enjo c.s. diffusielasproeven uitgevoerd tussen Ti-6Al-4V met Ti-6Al-4V [5]. Hier werd een goede verbinding verkregen door gebruik te maken van de volgende lasparameters: 850°C, 600 s en 2,0 MPa; een treksterkte van ca. 1000 MPa wordt bereikt. Bij het onderzoek is daarom voornamelijk gebruik gemaakt van de gegevens uit de experimenten van Enjo c.s.. Ook zij concluderen dat het diffusielasproces sneller verloopt naarmate het basismateriaal fijnkorreliger is. In [6] concluderen Peshkov en Podoprikhin dat naarmate het vacuüm waarin wordt gelast van betere kwaliteit is, de sterkte van de las toeneemt. Als de temperatuur toeneemt of de ruwheid afneemt, is de invloed van de vacuümkwaliteit geringer.

2 UITVOERING VAN HET ONDERZOEK

2.1 Materialen

2.1.1 Materiaalkeuze

Als materialen werden ongelegeerd titaan en Ti-6Al-4V toegepast; beide materialen werden ook gebruikt in een eerder uitgevoerd onderzoek (zie TC-I-A-476-92).

2.1.2. Chemische samenstelling

Met behulp van REM/EDAX spectrum analyses werd de samenstelling van het Ti en Ti-6Al-4V bepaald. De analyses staan in het rapport TC-I-A-476-92. De lichtere elementen, zoals N en O, kunnen hiermee niet zondermeer worden geregistreerd; dit is echter wel mogelijk met weggedraaid Be-venster.

2.2. Opstelling

2.2.1. Apparatuur

De diffusielasproeven zijn uitgevoerd in een hoogfrequent inductief verhitte oven. Het voordeel van verhitting in een dergelijke oven is dat het opwarmen veel sneller verloopt. In figuur 1 wordt deze opstelling verder toegelicht (zie bijlage).

2.2.2. Geometrie van de gewichten

De druk werd d.m.v. "dode" gewichten aangebracht. De gewichten komen overeen met een druk van 0,5 MPa op het oppervlak van het proefstukje. Door de gewichten te combineren kan een van te voren vastgestelde lasdruk worden bereikt. Als na afloop van de proef bleek dat de proefstaafinden t.o.v. elkaar waren verschoven, werd er een correctie toegepast t.a.v. de lasdruk.

2.2.3. Temperatuurmeting

Bij de proefnemingen werd gebruik gemaakt van het NiCr/NiAl koppel, ook wel het chromel-alumel koppel genoemd (type K).

De temperatuurmeting bij de experimenten met Ti-6Al-4V is veel minder kritisch dan bij Ti. Dit vindt zijn oorzaak in het feit dat Ti-6Al-4V zich over een vrij groot temperatuursgebied van 750-950°C superplastisch kan gedragen [3]. Het superplastische gedrag van Ti is aanmerkelijk gevoeliger voor een niet correcte temperatuurmeting, omdat het zich alleen superplastisch kan gedragen als rond de faseformatietemperatuur wordt gependeld. Het koppel moet daarom tegen het proefstukje liggen en mag er niet te ver van verwijderd zijn.

De proeven met Ti zijn daarom uitgevoerd met een NiCr/NiAl i.p.v. Pt/PtRh thermokoppel. Het voordeel van dit koppel is dat het beter buigbaar is. Het koppel kan nu wel tot in het proefstukje gebracht worden; zie figuur 2 in de bijlage.

2.3. Preparaatvoorbereiding

De Ti-proefstukjes zijn uit stafmateriaal van ϕ 40 mm gehaald. In figuur 3a (zie bijlage) is weergegeven hoe de proefstukjes uit het materiaal zijn genomen. Uit deze stukjes zijn vervolgens staafjes van ϕ 3 mm gedraaid, zie figuur 3b (zie bijlage). De Ti-6Al-4V-proefstukjes zijn uit stafmateriaal van ϕ 6 mm gehaald. Hieruit zijn staafjes gehaald, die vervolgens op ϕ 3mm zijn gedraaid.

2.4 Uitvoering diffusielasproeven aan Ti

In de Inleiding is al vermeld dat bij het onderzoek gebruik is gemaakt van gegevens uit het onderzoek van Enjo c.s. [4]; het thermisch pendelen tussen 840 en 920°C bij diverse drukken diende als uitgangspunt voor de proeven met Ti.

2.4.1 Warmtebehandeling

Ter verkrijging van een fijnkorrelige structuur van het titaan is dit materiaal pendelend gegloeid tussen 840 en 920°C in de vacuümoven en daarna snel afgekoeld m.b.v. argon.

2.4.2 Oppervlaktevoorbehandeling

Voorafgaand aan het diffusielassen, werden de oppervlakken van de proefstukjes voorbehandeld. Vanwege de kleine afmetingen werden de proefstukjes ingebed in bakeliet, waardoor de schuurbehandeling makkelijker uitvoerbaar werd. Na het schuren werden de stukjes uitgebrosen.

De voorbehandeling was als volgt:

- Schuren : 220-500-1000 grit.
- Ontvetten : 3 min. ultrasoon reinigen in aceton (25°C).

De oppervlakteruwheid na de schuurbehandeling werd bepaald met Talysurf metingen.

De R_a van Ti = 0,12 μm .

2.4.3 Lasprocedure Ti

De lastijd en de lasdruk werden gevarieerd. De lascyclus bestond uit het pendelen rond de faseformatietemperatuur bij 882°C, zie figuur 4 in de bijlage. De lasparameters waren:

- Temperatuur : Tien tot Twintig cycli tussen 840 en 920°C.
- Tijd : Ca. 10 s per cyclus
- Druk : 0,5-1,0-1,2-1,4-1,6-2,4-4,4 MPa.

2.5 Uitvoering diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V

Ook bij deze proeven is weer gebruik gemaakt van gegevens uit het onderzoek van Enjo c.s. [5]. Uit hun onderzoek kwam naar voren dat hoe kleiner de korrelgrootte van het uitgangsmateriaal was, hoe beter de lasbaarheid werd. De lasparameters: 850°C, 600 s en 2,0 MPa dienden is uitgangspunt voor de proeven met Ti-6Al-4V; rond de lasdruk van 2,0 MPa werd gevarieerd resp. 0,5, 3,0 en 4,0 MPa.

2.5.1. Warmtebehandeling

De titaanlegering Ti-6Al-4V moest alvorens het lassen een warmtebehandeling ondergaan voor korrelverfijning. De gemiddelde korreldiameter moet kleiner dan 10 µm zijn, wil het materiaal zich superplastisch gedragen. Uit onderzoek bleek dat de onderstaande oplosgloeï- en verouderingsbehandeling een korrelgrootte kleiner dan 10 µm gaf [5]. De gloeiproeven zijn uitgevoerd in de vacuümoven.

De warmtebehandeling bestond uit twee stappen:

- 1) Oplosgloeien: 15 minuten op 890°C en vervolgens met argon-snelkoeling afschrikken.
- 2) Verouderen: 2 uur op 540°C en vervolgens met argon-snelkoeling afschrikken.

2.5.2. Oppervlaktevoorbehandeling

De oppervlaktevoorbehandeling van Ti-6Al-4V is gelijk aan die van Ti, zoals beschreven in 2.4.1. Na de schuurbehandeling was de R_a -waarde van het oppervlakteruwheidsprofiel 0,22 µm.

2.5.3. Lasprocedure Ti-6Al-4V

In het totaal zijn vijf diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V uitgevoerd. De temperatuur en tijd zijn bij iedere proef hetzelfde gehouden, alleen de lasdruk werd gevarieerd.

De lasparameters waren:

- Temperatuur : 850°C
- Tijd : 600 s
- Druk : 0,5- 2,0-3,0-4,0 MPa
(Bij 0,5 MPa bedraagt lastijd 60 s)

3 RESULTATEN VAN HET ONDERZOEK

Bij de diffusielasproeven werd gebruik gemaakt van het superplastische gedrag dat de materialen onder bepaalde condities vertonen. Het is dus belangrijk om te weten of daadwerkelijk superplastische vervorming tijdens het diffusielasan heeft opgetreden. Dit werd bepaald aan de hand van de korrelgrootte en de hardheid van de microstructuur in dwarsdoorsnedes van de diffusielasan. Daartoe werden de verbindingen ingebed, gepolijst tot op 1 μm en geëtst met Kroll. De samenstelling van Kroll is: 2 ml HF, 2 ml HNO₃ en 86 ml H₂O.

3.1 Resultaten diffusielasproeven aan Ti

De diffusielasproeven zijn twaalfmaal uitgevoerd. Bij alle proeven was een binding tot stand gekomen. De foto's van de lasverbindingen worden gegeven in figuren 4b en 4c (zie Bijlage). In onderstaande tabel 1 staan gegevens die betrekking hebben op de korrelstructuur en hardheid.

Tabel 1: Hardheid en korrelgrootte van Ti

Lasdruk (MPa)	Hardheid Vickers	De gem. korreldiameter (μm)	
		ASTM -methode	lijnanalyse
- (1)	146 Hv ₅	31,2	35,0
1,2	165 Hv ₂	-	-

(1) uitgangsmateriaal

Het pendelend gloeien tussen 840 en 920°C heeft niet de gewenste fijnkorrelige structuur voor het uitgangsmateriaal opgeleverd; zie ook fig. 5a en 5b in de bijlage. Het grofkorrelige titaan is na het diffusielasan wel in hardheid toegenomen (van 146 tot 165 Hv). Langzaam opwarmen en afkoelen tijdens het pendelend gloeien levert een nog grovere structuur op (zie Bijlage Fig. 5b en 5c). In tabel 2 worden resultaten van de trekproeven gegeven.

Tabel 2

Resultaten trekproeven superplastisch diffusiellenen van titaan. Temperatuur-
 pendelgebied in h.f. inductie vacuümoven: 840-920°C; tijd: 10 s per temp.wiss.
 Trekproeven bij kamertemperatuur; proefstaafdiameter ϕ 3mm.

Lasdruk (MPa)	Aantal temp. wiss. (n)	Trek- kracht (N)	R_m (MPa)	Breuk- plaats*)	Opmerkingen
0,5	10	-	-	L	in lijn; gebroken bij inspannen
0,5	12	-	-	L	verschoven; gebroken bij inspannen
0,5	11	1635	274	L	in lijn
1	20	1300	197	L	verschoven
1	10	2700	509	BM	in lijn
1	10	2850	538	BM	verschoven
1,2	10	1930	363	L	verschoven
1,4	10	2580	709	L	verschoven
1,6	12	2750	694	L	verschoven
2,4	10	1390	355	L	verschoven; krom
4,4	10	2350	443	BM	verschoven; krom
1,2	10	-	-	-	preparaat; H _{v2} 165

*) Opmerking: L = Las

B = Basismateriaal

t.p.v. het geboorde kanaal

t.b.v. het thermokoppel

R_m -opp. gecorrigeerd bij verschoven

proefstukkeinden bij breuk in de las bij.

3.2. Resultaten diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V

De diffusielasexperimenten zijn ieder vijf maal uitgevoerd. Bij alle experimenten zaten de proefstukjes aan elkaar vast. De foto's van de uitgangstoestand en van de lasverbindingen staan in fig. 6a resp. 6b en 6c (zie bijlage). In tabel 3 staan gegevens die betrekking hebben op de korrelstructuur en de hardheid.

Tabel 3: Hardheid en korrelgrootte van Ti-6Al-4V

Lasdruk (MPa)	Hardheid Vickers	Gem. korreldiameter (μm)	
		ASTM-methode	lijnanalyse
- (1)	316 Hv ₅	- (3)	12,5
- (2)	311 Hv ₅	6,0	7,1
4,0	338 Hv ₅		

(1) Uitgangsmateriaal

(2) Korrelverfijnend gegloeid

(3) Korrelstructuur was alleen met gepolariseerd licht zichtbaar.

De ASTM-methode is niet te gebruiken met gepolariseerd licht.

Het uitgangsmateriaal is na het fijnkorrelig gloeien in korrelgrootte afgenomen. Na het diffusielassen is de hardheid toegenomen (van 311 naar 338 Hv). In tabel 4 worden de resultaten van de trekproeven gegeven.

Tabel 4

Resultaten trekproeven superplastisch diffusielassen van Ti6Al4V
 Temperatuur in h.f. inductievacuümoven: 850°C; Tijd: 10 min.
 Trekproeven bij kamertemperatuur; proefstaafdiameter ϕ 3 mm.

Lasdruk (MPa)	Trekkracht (N)	R _m (MPa)	Breuk- plaats *)	Opmerkingen
2	3950	745	BM	
2	4110	775	BM	
3	6230	881	L	in lijn
3	1740	276	L	verschoven
4	-	-	-	preparaat; 338 H _{v5}

*) Opmerking: L = Las
 BM= Basismateriaal
 t.p.v. het geboorde
 kanaal t.b.v. het
 thermokoppel.

R_m -opp. gecorrigeerd bij verschoven
 proefstukkeinden, bij breuk in de las

4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN

4.1 Bespreking diffusielasproeven aan Ti

Aan de hand van de korrelstructuur (korrelgrootte en hardheid) en foto's van dwarsdoorsnedes van de lasverbindingen wordt bepaald of tijdens het lassen superplastische vervorming heeft opgetreden.

Aangenomen is dat als de gemiddelde diameter van de korrels kleiner dan 10 μm is geworden en dat de korrelvorm gelijkassig is gebleven superplasticiteit tijdens het diffusielasan is opgetreden.

4.1.1 Microstructuur

In vergelijking met de uitgangsstructuur in fig. 5a is in de figuren 5b en 5c duidelijk te zien dat er geen korrelverfijning is opgetreden. De binding kan dus niet door superplasticiteit tot stand zijn gekomen, omdat niet aan de voorwaarde van een fijne korrel (<10 μm) is voldaan.

4.1.2 Hardheid

Dat het warmtebehandelen c.q. het diffusielasan van titaan geen fijnkorrelige structuur heeft opgeleverd, kan de volgende reden hebben. Om te kunnen vaststellen of zuurstof en/of stikstof in het restgas van het vacuüm waarin het warmtebehandelen/diffusielasan is uitgevoerd invloed heeft/hebben op de verschuiving van de α - β transformatie temperatuur (zie hiervoor de fasediagrammen in fig. 8 en 9 voor O-Ti en N-Ti) zijn hardheidsmetingen uitgevoerd. Volgens Mc Quillan en Mc Quillan [9] bestaat er namelijk een relatie tussen de hardheid en het zuurstofequivalent; deze luidt:

$$\text{VHN} = 65 + 310 \sqrt{0_2} \quad (1)$$

Hierin is:

VHN = hardheid Vickers (H_v)

$\sqrt{0_2}$ = wortel uit het zuurstof equivalent

$$\text{eq. } O_2 = (\%)O_2 + 2(\%)N_2 + 2/3(\%)C \quad (2)$$

Hierin zijn:

$\%O_2$ = gew. proc. zuurstof in Ti

$\%N_2$ = gew. proc. stikstof in Ti

$\%C$ = gew. proc. koolstof in Ti.

Teneinde aan te kunnen geven hoeveel zuurstof resp. stikstof in het Ti aanwezig is (toename van koolstof wordt verwaarloosd) geldt de volgende aanname: diffusie van stikstof t.o.v. zuurstof in het Ti is bij ca. 900°C een factor 10 lager.

Hardheid Ti in uitgangstoestand: 146 Hv

Hardheid Ti na diffusiellenen: 165 Hv

Door deze hardheden in vergelijking (1) in te vullen, kunnen N_2 - en O_2 -gehalten worden bepaald:

$$eq. \sqrt{O_2 \text{ uitg. tst}} \frac{146-65}{310} = \frac{81}{310} \rightarrow eq. O_2 \text{ uitg. tst} = 0,068\%$$

Aangenomen dat $\frac{N_2}{O_2} = 1/10 \rightarrow O_2 = 10 N_2$; dit ingevuld in vergelijking (2) geeft:

$$eq. O_2 \text{ uitg. tst} = 10(\%)N_2 + 2(\%)N_2 = 12(\%) \times N_2 = 0,068\%$$

$$N_2 = 0,006\%$$

$$\text{dus } O_2 = 0,062\%$$

in uitgangstoestand

$$eq. \sqrt{O_2 \text{ diff. lassen}} = \frac{165-65}{310} \rightarrow \frac{100}{310} \rightarrow eq. O_2 \text{ diff. lassen} = 0,104\%$$

Uitgaande van dezelfde aanname en dit uitgevuld in vergelijking (2) geeft:

$$\text{eq. } O_2 \text{ diff.lassen} = 10N_2 + 2\% N_2 = 12\% \times N_2 = 0,104\%$$

$$N_2 = 0,009\%$$

$$\text{dus } O_2 = 0,095\%$$

na het diffusiëren

Als resultaten gelden dan:

- 1) O_2 toegenomen met 0,033% en
 N_2 toegenomen met 0,003%
- 2) O_2 -gehalte ligt tussen 0,062-0,095%
 N_2 -gehalte ligt tussen 0,006-0,009%.

Uit O-Ti fase diagram (fig. 7) blijkt dat het gevonden O_2 -gehalte een niet verwaarloosbare invloed uitoefent op verschuiving van de transformatie temperatuur (ca. 10°C stijging per 0,05% O_2): ongeveer 20°C toename t.o.v. 882°C (transformatietemperatuur).

Uit N-Ti fase diagram (fig. 8) blijkt dat het gevonden N_2 -gehalte een geringe invloed uitoefent op verschuiving van de transformatie temperatuur (ca. 3,5°C stijging per 0,005% N_2): ongeveer 7°C toename t.o.v. 882°C.

Daar het pendelen is uitgevoerd tussen 840°C en 920°C heeft transformatie kunnen optreden; echter het pendelen laat geen korrelverfijning van de structuur zien.

4.1.3 Kwaliteit van de verbindingen

Ondanks dat geen korrelverfijning is opgetreden tijdens vooraf pendelend gloeien en daarna diffusiëren door te pendelen in het temperatuurgebied 840-920°C zijn er verbindingen tot stand gekomen.

Bij een te kleine lasdruk (0,5 MPa) is er sprake van een slechte verbinding die tijdens het inspannen in de trekbank breekt. Bij een lasdruk van 1 MPa is er sprake van een diffusielaag die zodanig sterk is dat breuk in het basismateriaal optreedt.

Hierbij dient te worden opgemerkt dat breuk plaats vindt ter plaatse van het geboorde kanaal in het proefstuk ten behoeve van de plaatsing van het thermokoppel; hierdoor is het materiaal plaatselijk verzwakt. Ook dient opgemerkt te worden dat de proefstukkeinden tijdens het diffusiëren kunnen verschuiven ten opzichte van elkaar. Bij het berekenen van de treksterkte van de verbinding bij breuk in de las is hiermee rekening gehouden. De optimale sterkte (709 MPa) wordt verkregen bij een lasdruk van 1,4 MPa en 10 temperatuurwisselingen; ook een lasdruk van 1,6 MPa levert een hoge

treksterkte op (694 MPa). Bij hogere lasdrukken treedt sterke vervorming van het proefstuk op; het krom worden ervan wordt ontoelaatbaar geacht.

4.2 Bespreking diffusielasproeven aan Ti-6Al-4V

Aan de hand van de korrelstructuur (korrelgrootte en hardheid) en dwarsdoorsnedes van de lasverbindingen wordt bepaald of tijdens het lassen superplastische vervorming heeft opgetreden.

Aangenomen is dat als de korrelvorm gelijkkassig en de gemiddelde diameter van de korrels 6,0 μm is gebleven superplasticiteit tijdens het diffusielasan is opgetreden.

4.2.1 Microstructuur

De microstructuur na een gloeibehandeling op 890°C-15 min gevolgd door 2 uur op 540°C geeft een fijne korrel te zien, zie fig. 6a. Bij hogere temperaturen dan 890°C resp. langere gloeitijden is er sprake van sterke korrelgroei zoals uit [8] blijkt. In de figuren 9 en 10 wordt dit in beeld gebracht.

Gezien de korte diffusielaastijd (10 min) is geen al te grote korrelgroei te verwachten tijdens het diffusielasan.

4.2.2 Hardheid

Ten gevolge van de warmtebehandeling heeft uitscheiding van V/Fe-rijke deeltjes uit de matrix plaatsgevonden. Hierdoor zal de matrix minder oververzadigd raken. De inwendige spanning in de matrix zal daardoor dalen, wat een daling van de gemiddelde hardheidswaarde tot gevolg heeft van HV5 316 naar 311.

Na het diffusielasan is de gemiddelde hardheid van het Ti-6Al-4V toegenomen van HV5 311 tot 338. Waarschijnlijk zijn de uitscheidingen, met een verhoogde concentratie aan V en Fe, tijdens het lassen weer in oplossing gegaan. Dit kan oplosharding geven, waardoor de hardheidsstijging verklaard kan worden.

4.2.3 Kwaliteit van de verbindingen

Uit tabel 4 blijkt dat bij een lasdruk van 2 MPa verbindingen ontstaan die sterker zijn dan het basismateriaal (745 en 775 MPa). Hierbij moet worden opgemerkt dat het basismateriaal breekt ter plaatse van het geboorde kanaal in het proefstuk ten behoeve van het thermokoppel. Bij een lasdruk van 3 MPa treedt binding over de gehele lengte van de las op en breekt in één geval de las bij een treksterkte van 881 MPa. In het

andere geval trad breuk in de las bij een lagere sterkte op; de proefstukkeinden waren tijdens het lassen verschoven.

In figuur 6b en 6c is de bindingszone nog nauwelijks waarneembaar (lasdruk 4 MPa); de overgang tussen de beide proefstuk zijden verloopt hier continu. Nadelig voor de mechanische eigenschappen is dat een van de proefstukkeinden afgerond is (fig. 6c).

5 CONCLUSIES

5.1 Conclusies ten aanzien van Ti verbindingen

- De verbindingen zijn niet tot stand gekomen met behulp van superplasticiteit tijdens het lassen.
- Het niet optreden van superplasticiteit is te wijten aan:
 - 1) het niet optreden van korrelverfijning tijdens het pendelend gloeien tussen 840 en 920°C van het uitgangsmateriaal.
 - 2) het niet optreden van korrelverfijning tijdens het diffusielassen door thermisch pendelen.
- Ondanks het niet optreden van superplasticiteit is bij een lasdruk van 1,4 MPa een verbinding met hoge sterkte (709 MPa) ontstaan; dit geldt ook voor de verbinding verkregen met een lasdruk van 1,6 MPa.
- Bij een lasdruk van 1,2 MPa wordt geen continue overgang in de bindingszone aangetroffen.

5.2 Conclusies ten aanzien van Ti-6Al-4V verbindingen

De volgende conclusies kunnen getrokken worden uit de proefnemingen waarbij het Ti-Al-4V een fijnkorrelige uitgangsstructuur van 6,0 μm had:

- Het Ti-6Al-4V heeft tijdens de proeven voldaan aan de voorwaarden voor superplasticiteit.
- De verbindingen die gerealiseerd zijn met lasdrukken van 3,0 en 4,0 MPa vertonen een continue structuurovergang. Continu wil zeggen dat de korrels van de ene component door het bindingsvlak naar de andere lopen. Bij een lasdruk van 3,0 MPa wordt een verbinding met een treksterkte van 881 MPa verkregen.

6 AANBEVELINGEN

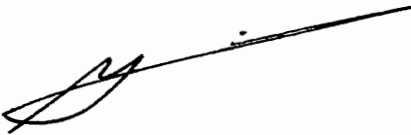
6.1 Aanbevelingen ten aanzien van de proefuitvoering

- Bij voortgezet onderzoek is het noodzakelijk voor het verkrijgen van eenduidige proefstaven over voorzieningen te beschikken die het verschuiven van proefstukeinden voorkomen.
- Bij het toepassen van titaan dient fijnkorrelig materiaal (korrelgrootte $<10 \mu\text{m}$) te worden gebruikt.

6.2 Mechanische beproeving van de verbindingen

Ter bestudering van het mechanisch gedrag van gediffusielaste verbindingen dienen eigenschappen als kerftaaiheid en vermoeiingssterkte onderzocht te worden.

TNO Metaalinstituut

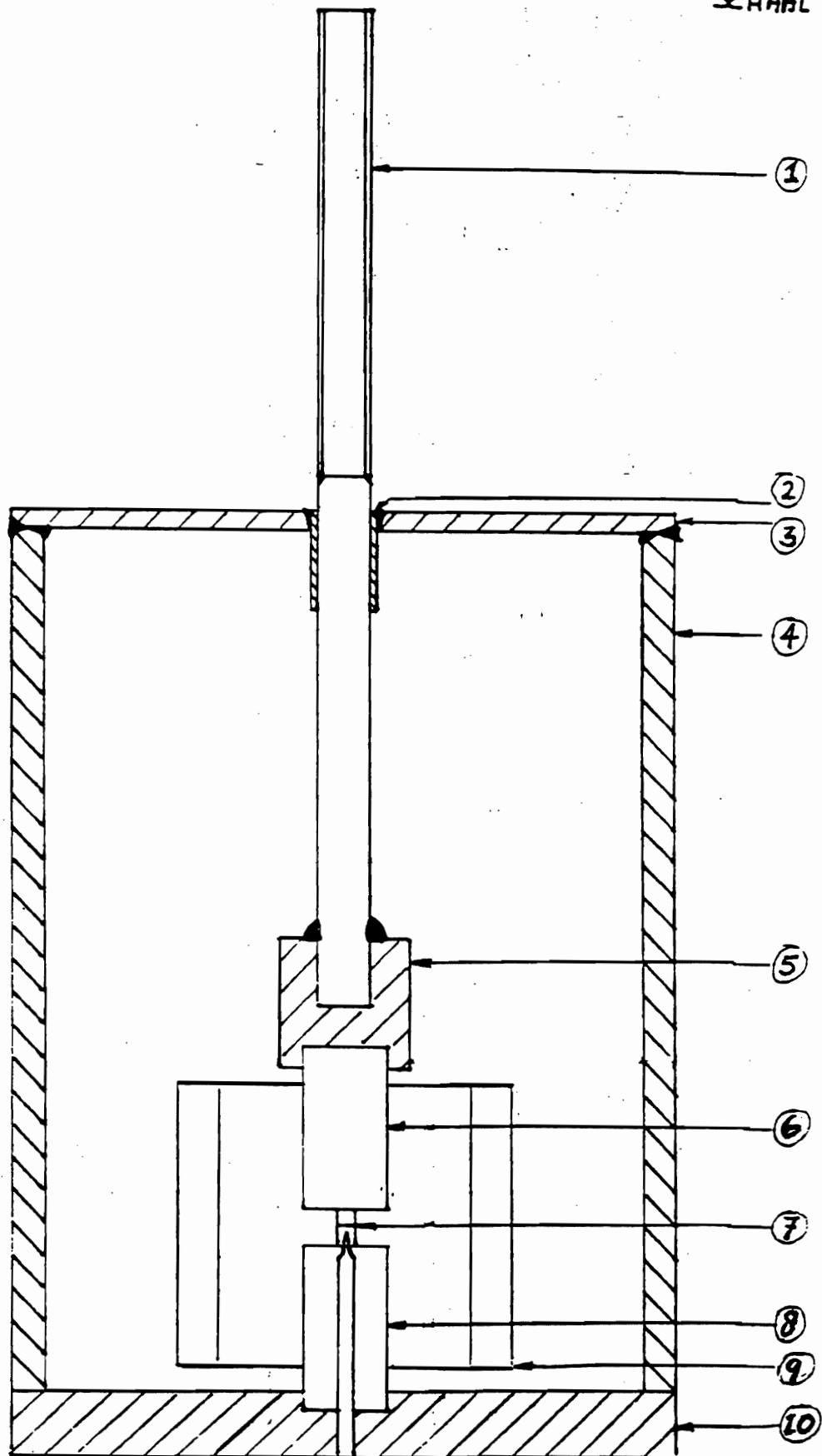


ir. H.H. van der Sluis

LITERATUUR

- [1] J. Pilling en N. Ridley,
Superplasticity in Crystalline Solids, 1e druk,
the Camelot Press, Southampton, 1989.
- [2] T.S. Baker en P.G. Partridge
Properties of Diffusion Bonded Butt Joints in Ti-6Al-4V and Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si
(IMI550) Alloys-Titanium,
Science and Technology, DGM, Munich 2(1985) blz. 861-868
- [3] Y. Maehara, Y. Komizo en T.G. Langdon,
"Principles of Superplastic Diffusion Bonding",
Materials Science and Technology, (1988), no. 4, blz 669-674.
- [4] T. Enjo, K. Ikeuchi en T. Marayama, J. High Temp. Soc. Jpn,(1980), no. 6 blz. 81.
- [5] T. Enjo, K. Ikeuchi, N. Akikawa en M. Ito
Influence of the microstructure of the base metal on Diffusion Bonding of the Alloy
Ti-6Al-4V.
J.Jpn Inst. Met., (1980), no 44, blz. 659.
- [6] V.V. Peshkov en M.N. Podoprikin,
Effects of vacuum height on the quality of diffusion welded joints in titanium and its
alloys
Avt. Svarka 1982 no. 11 blz. 32-36
- [7] Metals Handbook, deel 4 9e druk
American Society for Metals, Ohio.

- [8] S.P. von Agrawal, E.D. Weisert
Die Praxis der Superplastischen Umformung/Diffusionsschweissung von
Titanlegierungen und die Einflüsse der Korngrösse Teil 1,
Blech-Rohre-Profile 27 (1980) blz. 242-245
- [9] A.D. Mc Quillan & M.K. Mc Quillan, Titanium, Butterworth
Scientific Publications, London 1956.



- | | |
|-------------------------------|--------------------------|
| 1 pen t.b.v. 'dode' gewichten | 6 boriumnitride drukstuk |
| 2 bus | 7 proefstukje |
| 3 bovenplaat | 8 boriumnitride drukstuk |
| 4 staander | 9 verhittingselement |
| 5 verbindingsstuk | 10 grondplaat |

Fig. 1: Proefopstelling in de hoog-frequent oven

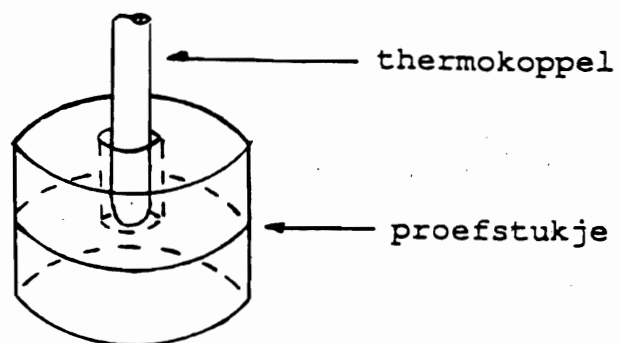


Fig. 2: Temperatuurmeting

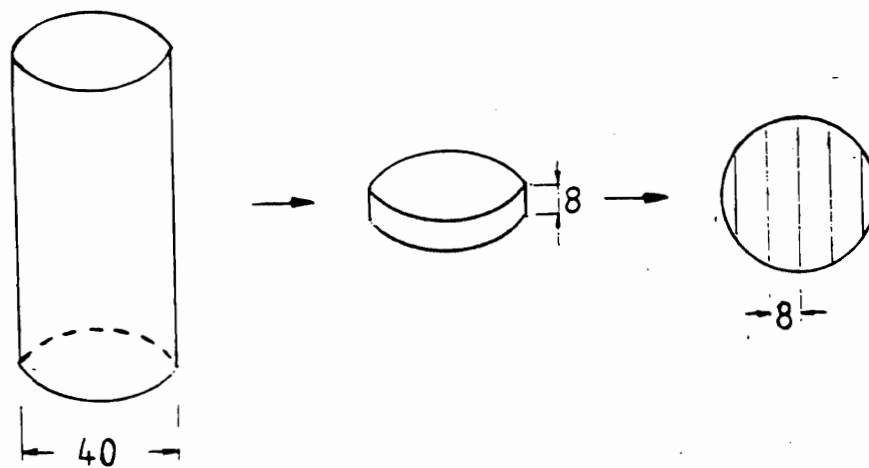


Fig. 3a: Vervaardiging Ti-proefstukjes

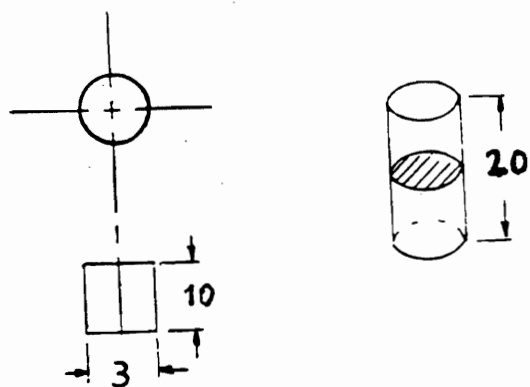


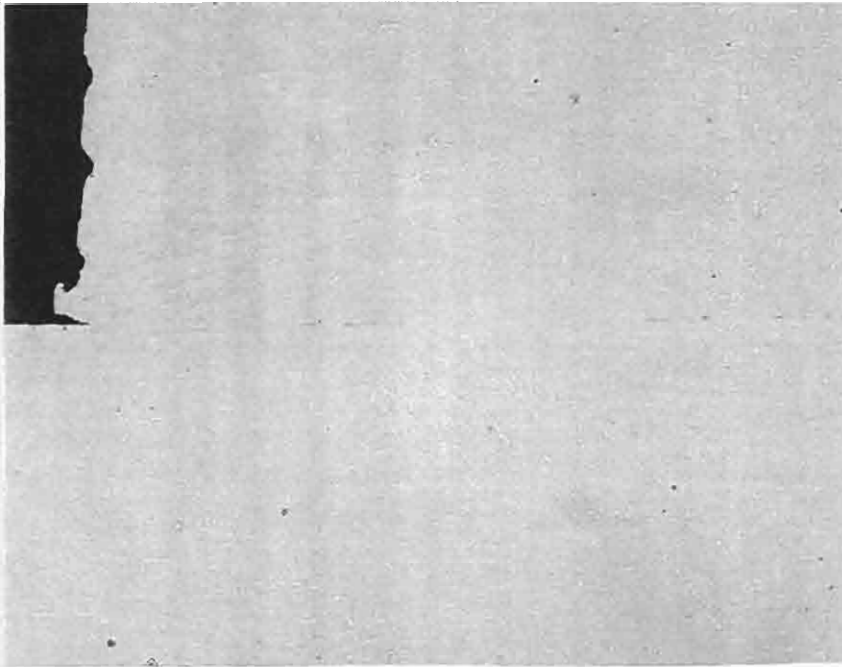
Fig. 3b: Geometrie proefstukjes



H5254 Fig. 4a HF ind.verh.diff.lassen
10 x temp wiss. 840-920°C, druk: 1,2 MPa
in vacuüm uitgevoerd. proefstuk nr.1

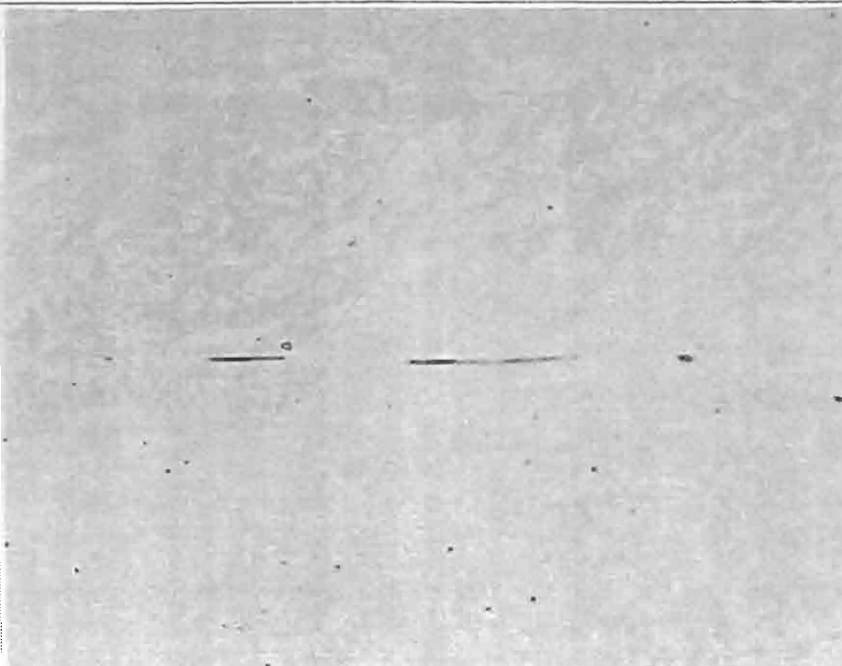
$H_{v2} = 165$

V = 40x



H5252 Fig. 4b, detail proefstuk nr. 1
Totale naad bevat 5-10% hechtingsfouten

V = 200x



H5253 fig. 4c, detail proefstuk nr. 1
enkele hechtingsfouten

V = 1000x

Fig. 5a uitgangstoestand Ti

V = 100x

H4744

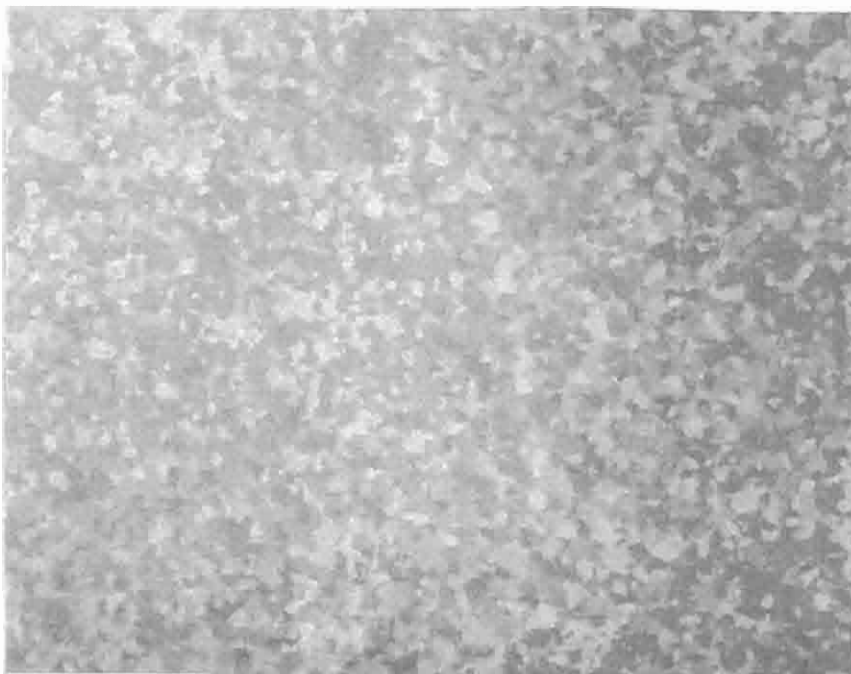
Fig. 5b, na 10 maal pendelend gloeien
tussen 840 en 920°C; snel opwarmen/afkoelen

V = 100x

H4581

fig. 5c, na 10 maal pendelend gloeien
tussen 840 en 920°C; langzaam opwarmen/afkoelen

V = 100x



H5458

Fig. 6a uitgangstoestand Ti6Al4V
 korrelgrootte: 6-7 μm
 proefstuk nr. 1

$H_{v5} = 311$

$V = 200\times$



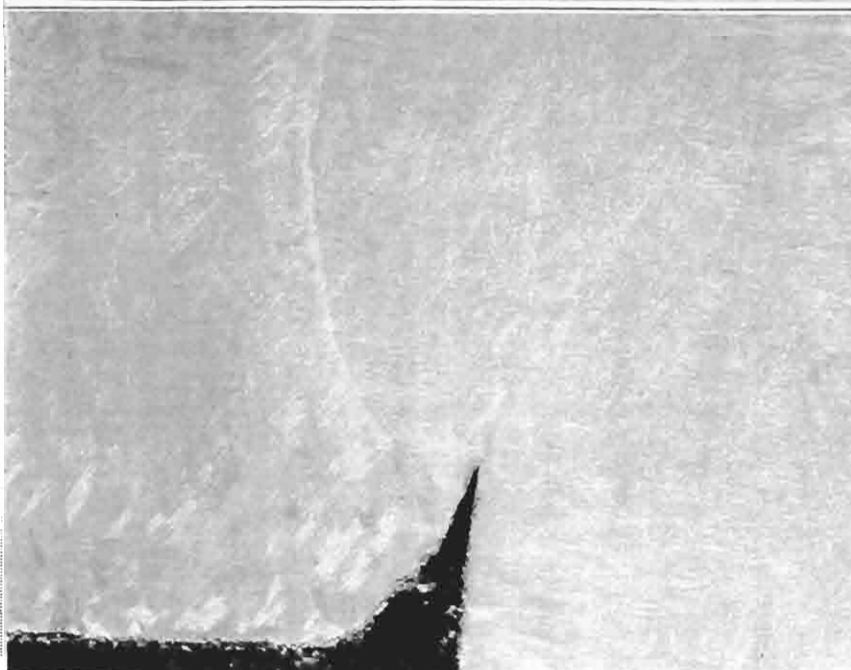
H5459

Fig. 6b, HF ind.verh.diff.lassen
 850°C-10 min - 4MPa in vacuüm opgevoerd

Proefstuk nr. 3

H_{v5}

$V = 32\times$



H5460

fig. 6c, detail proefstuk 3
 uit fig. 6b

$V = 200\times$

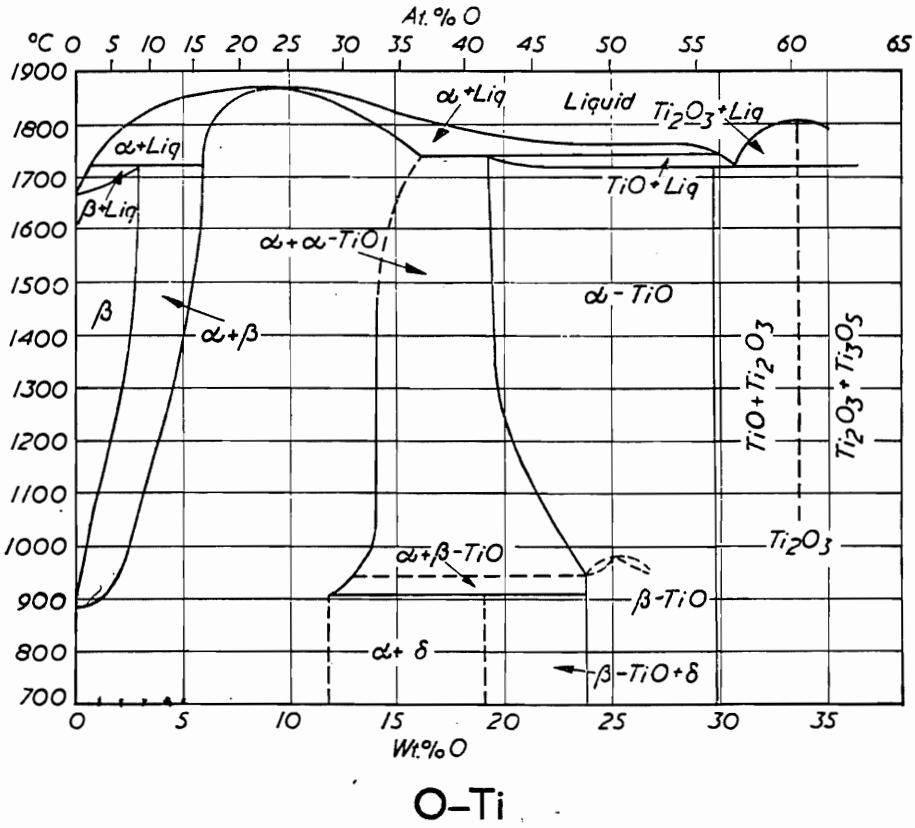


Fig. 7 Fasediagram Titaan-zuurstof

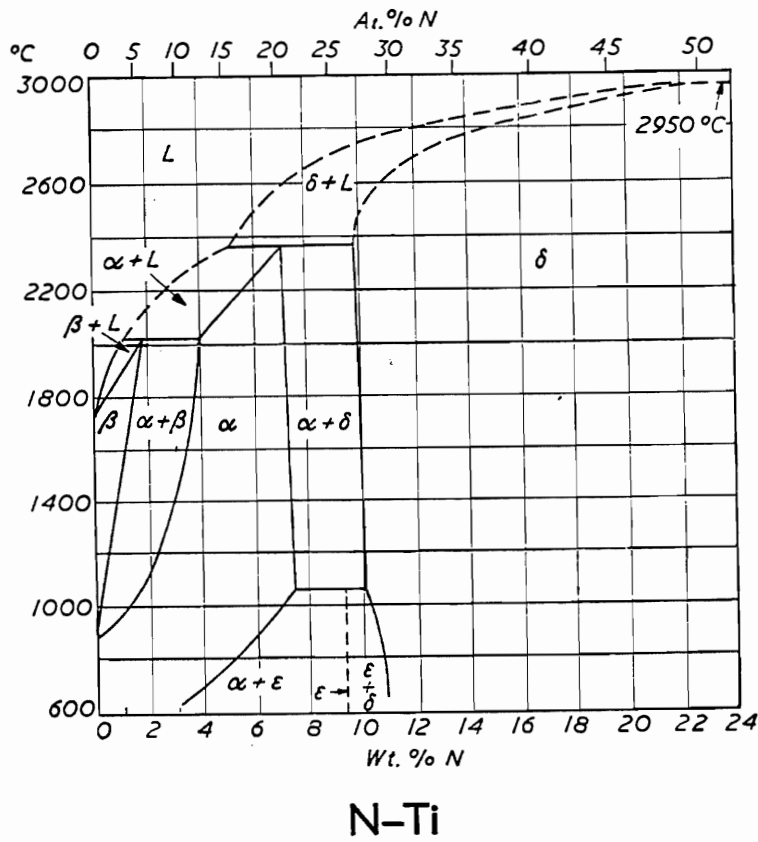


Fig. 8 Fasediagram Titaan-stikstof

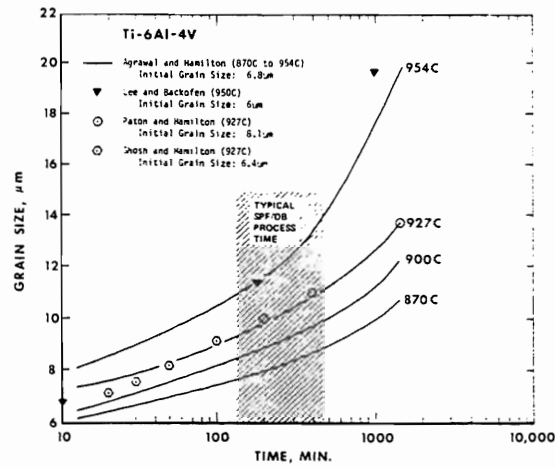


Fig. 9: Korrelgrootte in relatie tot de gloeitijd voor Ti6Al4V [7]

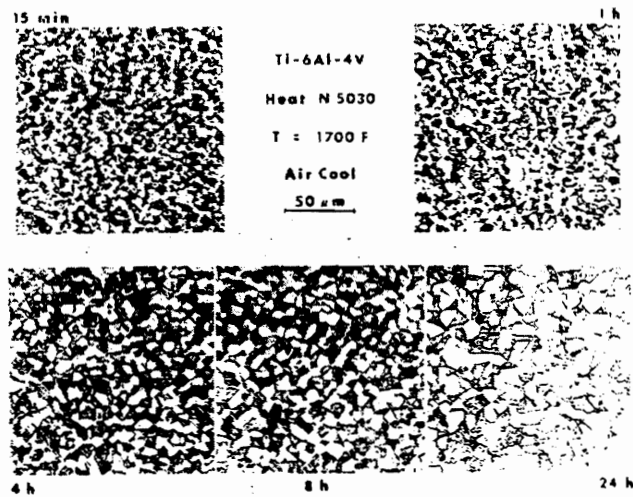


Fig. 10: Korrelgroei van Ti6Al4V bij een temperatuur van 927°C [7].