

KSZTAŁTOWANIE MIKROSTRUKTURY I ODPORNOŚCI NA PĘKANIE STOPU Ti-6Al-7Nb DO ZASTOSOWAŃ BIOMEDYCZNYCH

THE FORMATION OF MICROSTRUCTURE AND FRACTURE TOUGHNESS OF Ti-6Al-7Nb ALLOY FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS

Robert Dąbrowski*, Jerzy Pacyna, Justyna Kochańczyk

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej,
Katedra Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków, 30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30

*e-mail: rdabrow@agh.edu.pl

STRESZCZENIE

W artykule dokonano oceny odporności na pękanie dwufazowego stopu tytanu w gatunku Ti-6Al-7Nb w warunkach statycznych i dynamicznych. Własność tę oceniono w próbie statycznego trójpunktowego zginania oraz w dynamicznej próbie udarności sposobem Charpy'ego. Odporność na pękanie stopu kształtowano poprzez zmianę mikrostruktury uzyskanej wskutek zastosowania różnych zabiegów obróbki cieplnej. Jako miary odporności na pękanie wyznaczono tzw. współczynnik intensywności naprężeń (K_{Ic}) oraz pracę złamania (KV) stopu w stanie przesyconym, tj. po oziębieniu w wodzie z zakresu dwufazowego oraz po starzeniu w wybranym zakresie temperatur. Badania odporności na pękanie w warunkach statycznych stopu (K_{Ic}) uzupełniono dokumentacją fraktograficzną przełomów próbek. Przełomy analizowano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego NovaNanoSEM 450. Badania mikrostruktury stopu po obróbce cieplnej wykonano przy użyciu mikroskopu świetlnego Axiovert 200 MAT firmy Zeiss.

Słowa kluczowe: mikrostruktura, obróbka cieplna, twardość, odporność na pękanie, stopy tytanu

ABSTRACT

Assessment of the fracture toughness of the Ti-6Al-7Nb grade two-phase titanium alloy, under static and dynamic conditions, is performed in the hereby paper. This property was estimated in the static three-point bend test and in the dynamic Charpy impact test. The alloy fracture toughness was shaped by the microstructure changes obtained due to the application of various operations of the heat treatment. As the measures of the fracture toughness the so-called stress intensity factor (K_{Ic}) and impact energy (KV) of the alloy in the supersaturating state, i.e. after water-cooling from two-phase range and after ageing at the selected temperature range, were determined. Fracture toughness tests of alloys, under static conditions (K_{Ic}), were supplemented by the fractographic documentation of sample fractures. These fractures were analysed by means of the scanning electron microscopy: NovaNanoSEM 450. Investigations of the alloy microstructure, after the heat treatment, were performed by using the light microscope, Axiovert 200 MAT of the Zeiss Company.

Keywords: microstructure, heat treatment, hardness, fracture toughness, titanium alloy

1. Wstęp

Biomateriały metaliczne są obecnie dominującym tworzywem stosowanym na implanty m.in. w ortopedii, stomatologii oraz chirurgii serca i wewnątrznaczyniowej [1].

Spośród wielu grup biomateriałów perspektywiczne znaczenie dla medycyny mają stopy na osnowie tytanu. Próby zastosowania tych stopów w chirurgii kostnej podjęto już w latach 40. ubiegłego stulecia z uwagi na ich dobrą odporność na korozję w środowisku tkanek i płynów ustrojowych, wysoką biotolerancję oraz mniejszy ciężar właściwy w porównaniu ze stopami na osnowie żelaza i kobaltu [2]. Podstawowym stopem tytanu stosowanym w chirurgii kostnej i ortopedycznej na elementy endoprotez stawu biodrowego i kolanowego jest obecnie dwufazowy stop $\alpha + \beta$ w gatunku Ti-6Al-V [3]. Jednak w latach 80. ubiegłego stulecia pojawiły się doniesienia o obluzowywaniu się endoprotez stawu biodrowego wykonanych z tego stopu jak i zastrzeżenia co do jego własności mechanicznych (niskiej odporności na ścieranie). Ponadto, obserwacje kliniczne obejmujące biokompatybilność endoprotez wykonanych z tego stopu wykazały, że wanad wywołuje w organizmie ludzkim reakcje cytotoksyczne i zaburzenia neurogenne [4]. Dlatego, powstała grupa stopów tytanu tzw. drugiej generacji (z układu Ti-Al-Nb), do których należy m.in. stop Ti-6Al-7Nb [5]. W tym stopie wanad zastąpiono niobem, który jest pierwiastkiem witalnym (tolerowanym przez organizm ludzki w dużych ilościach), nie wywołującym stanów zapalnych i odczynów alergicznych. Stop Ti-6Al-7Nb jest więc alternatywnym w stosunku do stopu z wanadem. Składy chemiczne warstw tlenkowych obu stopów są zbliżone, z tą różnicą, że zamiast tlenków wanadu TiO_2 występują tlenki niobu Nb_2O_5 . Tlenek niobu jest chemicznie stabilniejszy od tlenku wanadu, wykazuje większą biozgodność w organizmie oraz jest trudniej rozpuszczalny w środowisku tkanek i płynów ustrojowych [6]. Jest to główna zaleta stopu Ti-6Al-7Nb, który obecnie stosowany jest m.in. na wyroby protetyczne w stomatologii [7].

Obecnie podejmowane są próby zastosowania tego stopu na implanty długotrwałe tj. elementy endoprotez stawu biodrowego. Takie implanty oprócz bardzo dobrej odporności na korozję, wysokiej wytrzymałości względnej, niskiego ciężaru właściwego (zwiększającego komfort użytkowania endoprotezy), powinny charakteryzować się połączeniem wysokiej wytrzymałości i dobrej odporności na pękanie [8]. Te ostatnie dwie cechy implantu są determinowane przez uzyskanie odpowiedniej mikrostruktury stopu, a więc przez wielkość ziarna pierwotnej fazy β oraz rodzaj i morfologię faz powstałych podczas chłodzenia stopu z zakresu jedno lub dwufazowego. Pierwszy – drobnoziarnisty typ mikrostruktury cechuje się połączeniem wysokiej wytrzymałości i dobrej odporności na pękanie. Uzyskuje się ją po chłodzeniu stopu od temperatury z zakresu tuż poniżej przemiany fazowej $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ i jest nazywana mikrostrukturą bimodalną. Drugi – gruboziarnisty typ mikrostruktury uzyskuje się w stopach tytanu po chłodzeniu z zakresu jednofazowego β . Jeżeli chłodzenie stopu z tego zakresu przebiegało z szybkością wyższą od krytycznej wówczas uzyskane wytrzymałości są wysokie, ale towarzyszy im nieco niższa odporność na pękanie. Jest to spowodowane m.in. obecnością w mikrostrukturze martenzytu tytanu α' wywołującego większą kruchość tych stopów [9].

Mikrostrukturę dwufazowych stopów tytanu (także badanego stopu Ti-6Al-7Nb) oraz własności mechaniczne (w tym odporność na pękanie) można więc kształtować przez zastosowanie odpowiedniej obróbki cieplnej, tj. przez przesycanie (ozębienie z zakresu dwufazowego) i następne starzenie najczęściej w zakresie temperatur 300–600 °C [10].

W artykule dokonano oceny wpływu temperatury starzenia na zmiany zachodzące w mikrostrukturze i odporności na pękanie stopu Ti-6Al-7Nb. Wpływ ten oceniono po uprzednim przesycaniu próbek badanego stopu z zakresu dwufazowego.

Wyniki tych badań uzupełnią istniejące już bazy danych dotyczące własności mechanicznych stopu Ti-6Al-7Nb, a poparte w przyszłości badaniami własności wytrzymałościowych (R_m , $R_{p0.2}$) i plastycznych (A , Z) oraz modułu sprężystości wzdłużnej Younga i wytrzymałości zmęczeniowej, pozwolą zaprojektować technologię obróbki cieplnej zapewniającej uzyskanie optymalnych własności mechanicznych, tj. takich, które są wymagane przez użytkowników elementów wykonanych z tego stopu, np. elementów endoprotez stawu biodrowego.

2. Materiał do badań

Badania wykonano na dwufazowym stopie tytanu w gatunku Ti-6Al-7Nb.

Szczegółowy skład chemiczny stopu według ISO 5832-11 oraz według analizy kontrolnej podano w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny stopu Ti-6Al-7Nb

Zawartość pierwiastków stopowych, % masowy						
	Al	Nb	Fe	C	H	O
Wg ISO 5832-11	5,5÷6,5	6,5÷7,5	max 0,25	max 0,08	max 0,009	max 0,2
Wg analizy kontrolnej	5,80	6,50	0,037	0,017	0,001	0,14

Materiał do badań dostarczono z firmy Bimotech z Wrocławia w formie pręta o średnicy 40 mm i długości 1000 mm w stanie wyżarzonym po uprzedniej przeróbce plastycznej w zakresie dwufazowym z następnym chłodzeniem na powietrzu.

Analizę kontrolną badanego materiału wykonano w Laboratorium Chemii i Materiałów Formierskich Instytutu Odlewnictwa w Krakowie metodą optycznej spektrometrii emisyjnej. Analiza nie wykazała rozbieżności w stosunku do wymagań określonych w normie ISO 5832-11. Stop zawiera 5,80% Al, które zmniejsza jego ciężar właściwy oraz stabilizuje fazę α , 6,50% Nb, który stabilizuje fazę β oraz stanowiące zanieczyszczenia: Fe, C, H i O, których zawartość również mieści się w granicach określonych w normie.

3. Metodyka badań i obróbka cieplna

Do realizacji tematu pracy wykorzystano następujące metody badawcze:

- badania mikroskopowe,
- pomiary twardości,
- badania odporności na pękanie w warunkach statycznych,
- badania odporności na pękanie w warunkach dynamicznych (udarności),
- badania fraktograficzne.

Badania te zrealizowano na stopie obrabianym cieplnie wg schematu podanego w tabeli 2.

Tabela 2. Parametry obróbki cieplnej stopu Ti-6Al-7Nb

Wariant obróbki cieplnej	Temperatura wygrzewania [°C]	Czas wygrzewania [h]	Warunki chłodzenia	Temperatura starzenia [°C]	Czas starzenia [h]	Warunki chłodzenia
I	970	1	H ₂ O	-	-	-
II	970	1	H ₂ O	350	5	powietrze
III	970	1	H ₂ O	450	5	powietrze
IV	970	1	H ₂ O	550	5	powietrze

Badania mikroskopowe wykonano przy użyciu mikroskopu świetlnego Axiovert 200 MAT firmy ZEISS. Próbkę do tych badań, po obróbce cieplnej, najpierw inkludowano w duracrylu, a następnie szlifowano mechanicznie na szlifierce magnetycznej i papierach ściernych. Potem przeprowadzono polerowanie w zawieszinie SiC, zaś trawienie dwustopniowo w odczynnikach:

- 1) kilka sekund w 6% roztworze HF,
- 2) kilka sekund w roztworze o składzie 2 ml HF + 2 ml HNO₃ + 96 ml H₂O.

Obserwacje mikroskopowe mikrostruktur wytrawionych próbek prowadzono przy powiększeniu 950x. Pomiary twardości wykonano aparatem Vickersa typu HPO 250 przy obciążeniu węglownika 10 kg (98 N) zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1. Dla każdego wariantu obróbki cieplnej wykonano po cztery pomiary twardości, z których obliczono średnią arytmetyczną oraz odchylenie standardowe wartości średniej.

Próbkę udarności wykonano zgodnie z normą PN – EN 10045-1/1994 na obrabianych cieplnie próbkach z karbem w kształcie litery V. Próbkę po przeszlifowaniu na wymiar końcowy 10×10×55 mm z karbem „V” równym 2 mm łamano młotem wahadłowym Charpy’ego o energii potencjalnej równej 150 J. Każdy wariant pomiarowy reprezentowały trzy próbki dla których

zmierzono pracę złamania KV [J] oraz określono wartość udarności KCV [J/cm²].

Badania odporności na pękanie w stanie przesyconym i starzonym wykonano metodą liniowo sprężystej mechaniki pękania w oparciu o pomiar współczynnika intensywności naprężeń K_{Ic} w statycznej próbie zginania. W próbkach o wymiarach 10×20×100 mm na dnie karbów naciętych mechanicznie na głębokość ok. 8 mm wytworzono pęknięcie zmęczeniowe o głębokości ok. 2 mm. Następnie próbki zginano trójpunktowo na maszynie wytrzymałościowej INSTRON sterowanej komputerem z wykorzystaniem programu Ins K_{Ic} . W czasie trwania próby rejestrowano zmiany siły zginającej w funkcji rozwarcia brzegów karbu aż do momentu pęknięcia próbki. Następnie wykorzystując zarejestrowane podczas łamania próbek zależności oraz określoną po złamaniu rzeczywistą głębokość karbu (przy użyciu mikroskopu warsztatowego), wyznaczono wartość współczynnika K_{Ic} .

Wszystkie próbki spełniły wymagany w normach ASTM-E 399-90 oraz PM-87/H-04335, płaski stan odkształcenia.

Przełomy próbek użytych do wyznaczenia odporności na pękanie stopu posłużyły do badań fraktograficznych. Przełomy obserwowano na skaningowym mikroskopie elektronowym Nova Nano SEM 450. Stosowano powiększenia: 500, 1000, 2000 i 3000x. Wyniki tych badań umożliwiły ocenę charakteru przełomów oraz interpretację wyników badań odporności na pękanie (K_{Ic}).

4. Wyniki badań i dyskusja

Będący przedmiotem badań stop Ti-6Al-7Nb należy do grupy stopów tytanu dwufazowych, martenzytycznych.

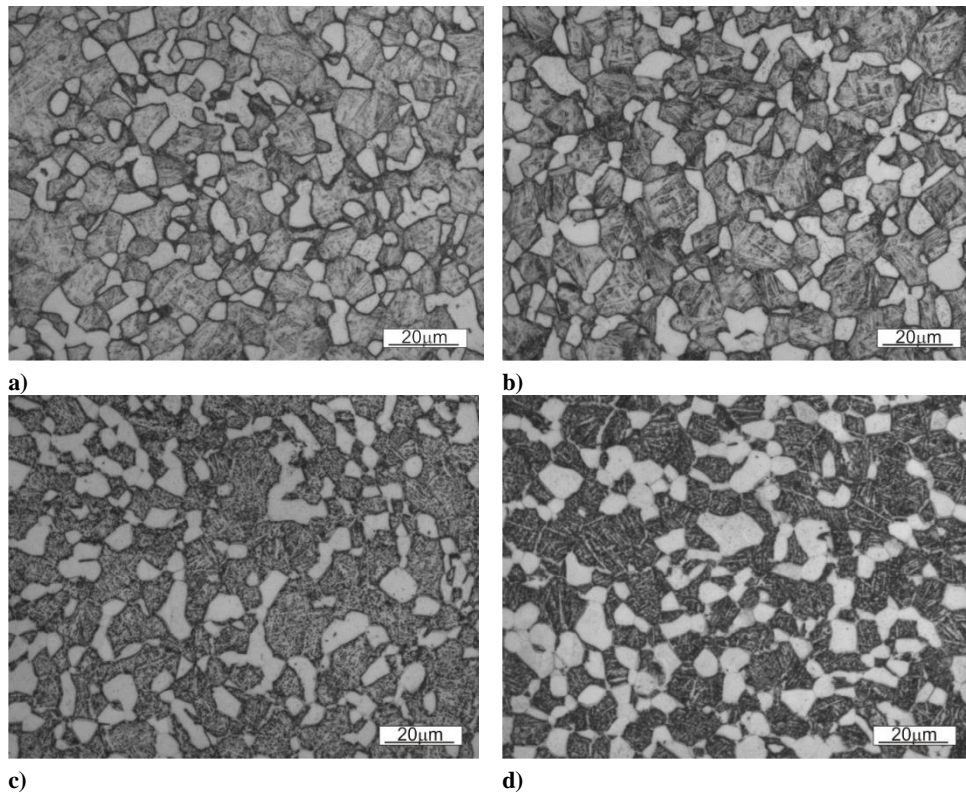
W stanie wyżarzonym oprócz fazy α zawiera w mikrostrukturze ok. 25% obj. fazy β . Podczas nagrzewania ze stanu wyżarzonego zachodzi w nim przemiana fazowa $\alpha + \beta \rightarrow \beta$, a temperatura końca tej przemiany wynosi 1010 °C [11]. Poniżej tej temperatury w mikrostrukturze występuje jeszcze pewien udział objętościowy fazy α , hamujący migrację granic i rozrost ziaren fazy β . Powyżej tej temperatury stop znajduje się w zakresie jednofazowym β .

Na rysunku 1a pokazano mikrostrukturę próbki stopu Ti-6Al-7Nb w stanie po przesycaaniu, tj. po wygrzewaniu przy 970 °C przez 1 godzinę z następnym oziębianiem w wodzie do temperatury pokojowej. Obserwowana mikrostruktura jest tzw. mikrostrukturą bimodalną. Składa się z prawie równoosiowych ziaren pierwotnej fazy α , która przy tej temperaturze nie uległa jeszcze przemianie w fazę β . Udział objętościowy pierwotnej fazy α wynosi ok. 30%. Ciemno trawiące się obszary, występujące wokół prawie równoosiowych ziaren (będące osnową) stanowią tzw. fazę β przemienioną. Twardość tak obrabianej cieplnie próbki wynosi 305 HV.

Na rysunkach 1b–d zaprezentowano zmiany zachodzące w mikrostrukturze stopu Ti-6Al-7Nb wskutek zastosowania różnych temperatur starzenia, tj. 350 °C, 450 °C i 550 °C. Mikrostruktury te również są bimodalnymi. Porównując obrazy mikrostruktur widać, że w przypadku każdej temperatury starzenia występuje pewien udział objętościowy pierwotnej fazy α , natomiast w obrębie fazy β przemienionej, widoczne są płytkowe wydzielenia nowej fazy α . Ze wzrostem temperatury starzenia udział objętościowy nowej fazy płytkowej wzrasta.

Zmiany zachodzące w mikrostrukturze stopu znalazły swoje odzwierciedlenie w zróżnicowaniu uzyskanych własności mechanicznych.

W tabeli 3 zamieszczono rezultaty pomiarów twardości oraz odporności na pękanie stopu po obróbce cieplnej wykonanej wg 4 różnych wariantów. Zmierzona twardość mieści się w dość wąskim zakresie, tj. od 305 HV (w stanie po przesycaaniu) do 336 HV (w stanie po starzeniu przy 550 °C). Odchylenie standardowe wartości średniej nie przekraczało w żadnym z przypadków 3 jednostek Vickersa. Wzrost twardości o 21 jednostek Vickersa w stosunku do stanu przesyconego z pewnością jest konsekwencją zwiększenia w mikrostrukturze udziału objętościowego płytkowej, kruchej, heksagonalnej fazy α . Należy go też wiązać ze zwiększeniem udziału powierzchni granic międzyfazowych α/β oraz z lokalnym odkształceniem sieci krystalicznej wskutek wydzielenia się fazy α o innej objętości właściwej niż faza β . Może być też związany ze „zgniotem fazowym” wskutek występowania naprężeń wewnętrznych.



Rys. 1. Fotografie mikrostruktur próbek stopu Ti-6Al-7Nb po nagrzewaniu do 970 °C, wygrzewaniu przez 1 h i oziębieniu w wodzie (a) oraz następnym starzeniu przy 350 °C (b), 450 °C (c) i 550 °C (d) przez 5 h z chłodzeniem na powietrzu

Tabela 3. Wyniki pomiarów twardości (HV10) i odporności na pękanie (K_{Ic} , KV) stopu Ti-6Al-7Nb po obróbce cieplnej

Wariant obróbki cieplnej	HV10	K_{Ic} [MPa \times m ^{1/2}]	KV [J]	KCV [J/cm ²]
I (Tw = 970 °C/1 h/woda)	305 ± 2	93,3 ± 1,1	71,2 ± 1,3	89,0 ± 1,3
II (Tw = 970 °C/1 h/woda + Ts = 350°C/5 h/powietrze)	309 ± 2	91,9 ± 1,8	67,4 ± 0,8	84,3 ± 0,8
III (Tw = 970°C/1 h/woda + Ts = 450 °C/5 h/powietrze)	318 ± 3	85,1 ± 1,1	58,3 ± 1,2	72,9 ± 1,2
IV (Tw = 970°C/1 h/woda + Ts = 550°C/5 h/powietrze)	336 ± 3	76,7 ± 1,1	51,7 ± 1,1	64,6 ± 1,1

Analiza danych zawartych w tabeli 3 wskazuje, że wyznaczone przy pomocy programu InSK_{Ic} wartości współczynnika intensywności naprężeń (K_{Ic}), mieszczą się w wąskim zakresie od 93,3 do 76,7 MPa·m^{1/2}. Maksymalną wartość K_{Ic} uzyskano w stanie przesyconym z temperatury 970 °C. Dalszy wzrost temperatury starzenia powoduje spadek odporności stopu na rozprzestrzenianie się pęknięć. Jest on związany ze zmianami zachodzącymi w mikrostrukturze wskutek obróbki cieplnej. Podobnie, ze wzrostem temperatury starzenia w zakresie 350–550 °C odnotowano zmniejszenie pracy złamania próbek (KV) wyznaczonej w warunkach dynamicznych. Obniżeniu odporności na pękanie w warunkach statycznych jak i dynamicznych, towarzyszy opisany wcześniej wzrost twardości, podobnie jak ma to miejsce w stopach na osnowie żelaza. Należy przypuszczać, że obniżeniu odporności na pękanie będzie towarzyszył, oprócz wzrostu twardości, także wzrost innych własności wytrzymałościowych, przede wszystkim wytrzymałości na rozciąganie.

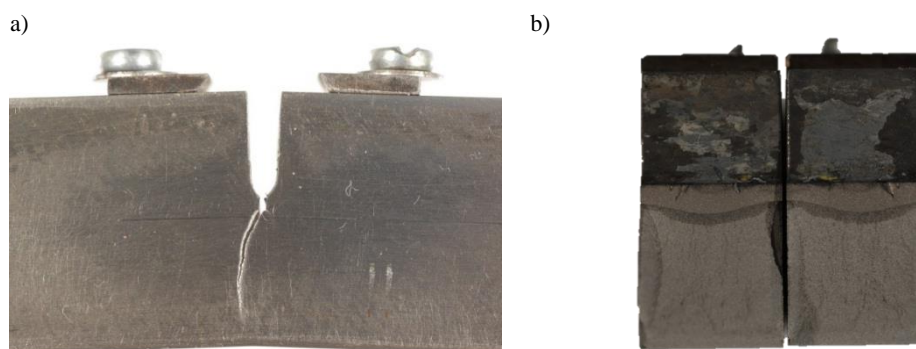
W tabeli 4 zamieszczono dla porównania wartości współczynnika intensywności naprężeń K_{Ic} dla wybranych, innych dwufazowych stopów tytanu, tj.: Ti-6Al-3Mo, Ti-6Al-3Mo-1V, Ti-6Al-2Mo-2Cr [12] oraz Ti-6Al-V [13]. Jak widać, w przypadku każdego stopu obserwuje się tendencję do obniżenia odporności na pękanie ze wzrostem temperatury starzenia ze stanu przesyconego. Wyniki badań zestawiono dla tego samego ośrodka chłodzącego oraz temperatury przesycaenia każdego ze stopów z zakresu poniżej przemiany fazowej $\alpha + \beta \rightarrow \beta$, tj. ok. 40 °C poniżej tej temperatury, zachowując zbliżony udział objętościowy pierwotnej fazy α przy tej temperaturze, tak jak dla stopu Ti-6Al-7Nb. Porównanie danych zawartych w tabelach 3 i 4 wskazuje na zdecydowanie wyższą odporność na pękanie badanego stopu Ti-6Al-7Nb w stosunku do innych w całym zakresie temperatur starzenia ze

stanu przesyconego.

Tabela 4. Wpływ parametrów obróbki cieplnej na odporność na pękanie (K_{Ic}) dwufazowych stopów tytanu

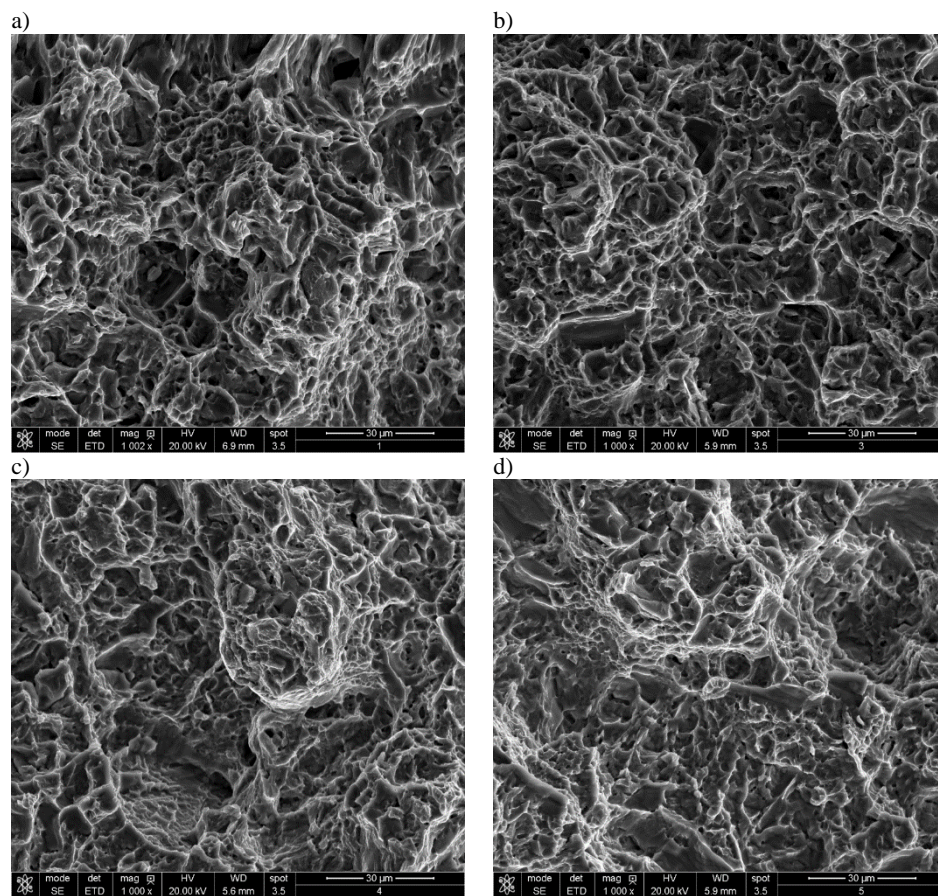
Wariant obróbki cieplnej	Ti ₆ Al ₃ Mo	Ti ₆ Al ₂ Mo ₂ Cr	Ti ₆ Al ₃ Mo ₁ V	Ti ₆ Al ₄ V
	T _w = 850 °C/1 h/H ₂ O	T _w = 800 °C/1 h/H ₂ O	T _w = 770 °C/1 h/H ₂ O	T _w = 950 °C/1 h/H ₂ O
-	K_{Ic} (MPa x m ^{1/2})			
I. Po przesycaaniu	50,4	b.d.	56,3	80,1
II. T _s = 350 °C/5 h	42,2	89,7	44,2	71,2
III. T _s = 450 °C/5 h	35,4	63,8	38,2	64,1
IV. T _s = 550 °C/5 h	32,0	56,1	36,2	52,9

Na rysunku 2 zamieszczono widok przykładowej próbki stopu Ti-6Al-7Nb wygrzewanej przy 970 °C, oziębianej w wodzie i starzonej przy 550 °C przez 5 godzin (wariant IV) po wykonaniu próby K_{Ic} (p. rys. 2a) wraz z makrofotografią jej przelomu. Trójpunktowe zginanie próbki na maszynie wytrzymałościowej Instron nie spowodowało jej całkowitego złamania. Podobna sytuacja miała miejsce w przypadku pozostałych próbek (wariant obróbki cieplnej I–III). W każdym z wariantów obróbki cieplnej wyraźnie widoczne było wytworzone w próbkach pęknięcie zmęczeniowe (o długości ok. 2 mm) oraz ich ugięcie. Makrofotografie przelomów dołamanych próbek wykazały zbliżony charakter. Na przelomach zaobserwowano jedynie bardzo niewielkie różnice w sposobie wytwarzania pęknięcia zmęczeniowego.



Rys. 2. Widok przykładowej próbki stopu Ti-6Al-7Nb wygrzewanej przy 970 °C, oziębianej w wodzie i starzonej przy 550 °C przez 5h (wariant IV) po wykonaniu próby K_{Ic} (a) i makrofotografia jej przelomu (b)

Na rysunku 3 zaprezentowano uzyskane z mikroskopu skaningowego fotografie przelomów próbek użytych do badań odporności na pękanie w warunkach statycznych po uprzedniej obróbce cieplnej wykonanej według schematu przedstawionego w tabeli 2. Przelomy te mają podobny charakter. W każdym z wariantów obróbki cieplnej są to przelomy ciągliwe charakteryzujące się dużą ilością dołeczków. Widoczne są bardzo nieliczne obszary o charakterze płaskim wskazujące na obecność przelomu quasi-krucho. Świadczy on o pękaniu transkrystalicznym po płaszczyznach łupliwości w obszarach pierwotnej, kruchej fazy α . Przelomy uzyskane po starzeniu (p. rys. 3b–d) charakteryzują się nieco inną wielkością dołeczków, które w sposób nieznaczny zmniejszają się ze wzrostem temperatury starzenia. Może to świadczyć o zachodzącym procesie starzenia i zróżnicowanym odkształceniu plastycznym poprzedzającym proces pękania. Tak więc o odporności na pękanie badanego stopu decyduje przede wszystkim rodzaj i morfologia faz uzyskanych po obróbce cieplnej oraz udział objętościowy każdej z nich.



Rys. 3. Fotografie przełomów próbek stopu Ti-6Al-7Nb po nagrzewaniu do 970 °C, wygrzewaniu przez 1 h i oziębianiu w wodzie (a) oraz następnym starzeniu przy 350 °C (b), 450 °C (c) i 550 °C (d) przez 5 h z chłodzeniem na powietrzu (SEM)

5. Podsumowanie i wnioski

W artykule dokonano oceny wpływu temperatury starzenia na zmiany zachodzące w mikrostrukturze i odporności na pękanie stopu Ti-6Al-7Nb.

Wpływ ten oceniono po uprzednim przesycaeniu próbek badanego stopu z zakresu dwufazowego. Badania te uzupełniono analizą fraktograficzną przełomów oraz pomiarami twardości. Uzyskane wyniki pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

- Mikrostruktura stopu Ti-6Al-7Nb po oziębianiu w wodzie z zakresu dwufazowego i następnym starzeniu w zakresie 350–550 °C wykazuje niewielkie różnice. Składa się z prawie równoosiowych ziaren nie przemienionej (pierwotnej) fazy α oraz wydzieleni płytkowej fazy α , powstałej z przesyconej fazy β .
- Ze wzrostem temperatury starzenia obserwuje się wzrost twardości stopu od 305 HV (w stanie po przesycaeniu) do 336 HV (po starzeniu przy 550 °C). Wzrostowi twardości towarzyszy obniżenie odporności na pękanie (K_{Ic}) od 93,3 do 76,7 MPa·m^{1/2} oraz pracy złamania (KV) od 71,2 do 51,7 J spowodowane wzrostem udziału objętościowego kruchej, heksagonalnej fazy α .
- Przełomy próbek po obróbce cieplnej są bardzo zbliżone. Są to przełomy ciągliwe z niewielkim udziałem przełomu transkryystalicznego kruchej po płaszczyznach łupliwości w obszarach fazy α .
- W celu uzyskania wyższej odporności na pękanie stopu, prawdopodobnie należałoby zastosować jeszcze wyższą temperaturę wygrzewania (np. 990 °C), aby w mikrostrukturze po chłodzeniu z zakresu dwufazowego, pozostawić nieco mniejszy udział objętościowy kruchej,

pierwotnej fazy α oraz temperaturę starzenia 350 °C, tak aby uzyskać odpowiedni udział objętościowy płytek nowej fazy α , wydzielonej z przesyconej fazy β .

Podziękowania

Praca finansowana ze środków Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach projektu badawczego (PBS3/A5/44/2015) pt. *Wysokoobciążone węzły tribologiczne do zastosowań biomedycznych* w Programie Badań Stosowanych (PBS III).

LITERATURA

- [1] M. Niinomi: *Materials for biomedical devices*, Wood Head Publishing Limited, 2010.
- [2] J. Marciniak: *Biomateriały*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2002.
- [3] J. Marciniak: *Biomateriały metalowe – kierunki i prognozy rozwojowe*, Advanced forming technologies and nano-structured materials. Conference Proceedings, Poznań - Opalenica, 2012.
- [4] H.J. Rack, J.I. Qazi: *Titanium alloys for biomedical applications*, Materials Science and Engineering C26, 2006, s. 1269–1277.
- [5] M. Geetha, A.K. Singh, R. Asokamani, A.K. Gogia: *Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants*, Progress in Materials Science, vol. 54, 2009, s. 397–425.
- [6] M. Long, H. Rack: *Titanium alloys in total joint replacement – a materials science perspective*, Biomaterials, vol. 19, 1998, s. 1621–1639.
- [7] M. Semlisch, F. Staub, H. Weber: *Development of vital highstrength Ti-Al-Nb alloy for surgical implants*, Performance of Biomaterials, Elsevier Science Publishers, Amsterdam 1986, s. 69–74.
- [8] R. Boyer, G. Welsch, E. Coolings: *Materials Properties Handbook*, ASM International, 1994.
- [9] D. Askeland: *Titanium alloys. The Science and Engineering of Materials*, PWS-Kent, Publishing Company, 1984, s. 231–236.
- [10] G. Lütjering, J.C. Williams: *Titanium*, Springer – Verlag, Berlin, Heidelberg 2003.
- [11] R. Dąbrowski: *Investigation of $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ phase transformation in monotonically heated Ti6Al7Nb alloy*, Archives of Metallurgy and Materials, vol. 57(4), 2012, s. 995-1000.
- [12] J. Sieniawski: *Przemiany fazowe i ocena możliwości kształtowania struktury w wieloskładnikowych stopach Ti z zawartością Al, Mo, V i Cr*, Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej, vol. 17, Rzeszów 1986.
- [13] J. Pacyna i wsp.: *Przemiany fazowe w stopie Ti6Al4V i ich wpływ na wybrane własności*, Praca statutowa AGH, nr 11.11.110.928, Kraków 2013.

otrzymano / submitted: 19.10.2016

wersja poprawiona / revised version: 21.10.2016

zaakceptowano / accepted: 22.11.2016