



Cooling with liquid leads to distinctively higher compressive residual stresses in comparison with cooling using cold air from Ranque-Hilsch vortex tube.

Absolute value of stress components σ_{11} in vast majority of samples is always smaller than the stress component σ_{22} .

The condition that the values of stress components σ_{13} and σ_{33} at the surface are equal to zero is fulfilled because the values of calculated stress tensors are averages over the penetration depth of applied radiation.

References

[1] Doelle H., Hauk V.: Zur roentgenographischen Ermittlung dreisacher Spannungszustände allgemeiner Orientierung, Materialpruef. 18 (1976), 427-431.

[2] Gondí P., Mattogno G., Montanari R.: On the origin of the residual stress σ -splitting, Z. Metallkde 81(1990), 570-575.

[3] Doelle H., Cohen J.B.: Residual stresses in ground steels, Metallurgical transactions A, volume 11A, January 1980, 159-164.

[4] Hauk V., Oudelhoven R., Vaessen G.: The state of residual stress in the near surface region of homogenous and heteroneneous materials after grinding, Metallurgical transactions A, volume 13A, July 1982, 1239-1244.

[5] Kraus I., Ganev N.: Technické aplikace difrakční analýzy, Praha 2004, Vydavatelství ČVUT.

The research was supported by the project no. 106/03/1039 by the Grant Agency of the Czech Republic.

Analysis of residual stress of nickel superalloy Inconel 718 after electro discharge machining

ANALÝZA ZBYTKOVÉ NAPJATOSTI VYSOKOPEVNOSTNÍ SLITINY INCONEL 718 PO ELEKTROEROZIVNÍM OBRÁBĚNÍ

Kamil Kolařík¹, Nikolaj Ganev¹, Jaroslav Barcal²

¹Katedra inženýrství pevných látek JFJI ČVUT v Praze

²Ústav strojírenských technologií FS ČVUT v Praze

Keywords

Macroscopic residual stress, EDM - electro discharge machining, milling, X-ray diffraction, Inconel 718

Abstract

The aim of this paper is to provide a comparison of residual stress states in the surface layers of nickel superalloy Inconel 718 which were investigated employing X-ray diffraction analysis (XRA) and electric etching method. Two parameters of the surface layer integrity were studied: polished section. for determination of the affected layers of cutting area and phase changes, and surface roughness (Ra) obtained after each method of machining. The measurement was carried out on samples machined by EDM in following modes: finishing using graphite and copper electrodes leading to requested surface of high quality i.e. $Ra = 0,55 \mu\text{m}$, and stocking using graphite and copper electrodes. EDM was compared to classical milling technology both down-cut and up-cut.

1. Zbytková napětí a nekonvenční technologie obrábění

Protože se libovolná interakce s materiálem realizuje přes jeho volný povrch, může stav povrchových vrstev součástí ovlivnit rozhodujícím způsobem užitkové vlastnosti celého objemu. Jedním z nejvýznamnějších faktorů, který musí být v této souvislosti uvažován, je distribuce zbytkových napětí doprovázejících každý technologický proces, při němž dochází k nerovnoměrné plastické deformaci.

Zbytková napjatost v povrchových vrstvách řezné plochy je důsledkem kombinovaného účinku mechanických a tepelných příčin. Působí-li mechanické zatížení při nízkých teplotách, dochází v tenké povrchové vrstvě k plastickým deformacím a ve vrstvách pod ní k deformaci pružné. Po odlehčení se pružně deformovaná část snaží

vrátit do svého původního stavu a při tom působí tlakem na vrstvu plasticky deformovanou. Tím vzniká ve zpevněné povrchové vrstvě napětí tlakové a ve vrstvách spodních tahové. Zároveň s plastickou deformací je povrchová vrstva obrobené plochy vystavena účinku tepla vznikajícího při obrábění. Plasticky deformovaná ohřátá povrchová vrstva se snaží při ochlazení zmenšit svůj objem, čemuž brání spodní studenější vrstvy; tak u povrchu vznikají tahy a hlouběji tlaky. Účinek plastické deformace a teploty na směr a velikost zbytkových napětí je tedy opačný. Při těch způsobech obrábění, kdy dominuje velké mechanické zatížení povrchu (při menší teplotě) bude pravděpodobně převažovat vliv plastické deformace a povrch zůstane napjatý tlakově. Při vysoké teplotě a malé zatěžující síle vzniknou naopak v povrchové vrstvě tahy.

Druh a velikost zbytkových napětí v povrchových vrstvách je vždy funkcí obráběného materiálu, způsobu a podmínek obrábění. Charakter zbytkových napětí v povrchové vrstvě obrobku má vliv na jeho provozní vlastnosti. Tlaková napětí zvyšují mez únavy a zlepšují odolnost povrchu obrobku proti opotřebení. Tahová napětí naopak mez únavy snižují a usnadňují rozrušení povrchových vrstev troucích se ploch.

Studium vlivu pracovních podmínek na druh a velikost zbytkových napětí v povrchových vrstvách obrobku je proto jedním z podkladů pro optimalizaci obráběcího procesu z hlediska kvality obrobku, a to zejména u součástí aplikovaných v obtížných provozních podmínkách.

Rentgenografický difrakční výzkum zbytkové napjatosti řezné plochy po nekonvenčních technologiích obrábění materiálu dosud nebyl systematicky prováděn. Přitom právě takové "nástroje" obrábění jako je elektroerozivní obrábění (EDM - electro discharge machining) [2] umožňují řešit úlohy na kvalitativně vyšší úrovni než klasické způsoby opracování kovů. K základním přednostem progresivních metod úběru materiálu pomocí

elektroeroze (EDM) v oblastech moderní výroby tvarových ploch dnes jednoznačně patří možnost spolehlivě obrábět elektricky vodivé materiály vysokých pevností a tvrdostí (nad 60HRC), a to i velmi členitých tvarů jako jsou jemné profily a úzká žebra či tvarové drážky, při izotropní mikrogeometrii povrchu. V kombinaci s obráběním grafitovými elektrodami či triskovým předhrubováním tvaru patří dnes technologie EDM k nejrozšířenějším nekonvenčním metodám výroby tvarových ploch v oblastech nástrojářen. Vysoká přesnost elektroerozivních drátových řezacích strojů spolu s růstem plošného výkonu řezání má dnes zcela nezastupitelnou úlohu v progresivní výrobě tvarových otvorů při výrobě střížných nástrojů a celé řady komponent z vysoce pevnostních materiálů (ozubená kola, lopatky čerpadel a turbin).

Přes značné rozšíření a postupné osvojování EDM, není tato technologie vždy použitelná zejména v případě přísnějších požadavků na kvalitu povrchu a užité vlastnosti výrobku. Znalost charakteru a stavu povrchových vrstev a vyhodnocení změn, které v nich nastávají jako důsledek použití technologie EDM, je proto nezbytnou součástí jejího rozšíření v dalších oblastech průmyslové výroby.

V tomto příspěvku jsou uvedené výsledky dvou tenzometrických metod, které patří v současné době k nejrozšířenějším, a jejich praktické využití pro tenzometrickou analýzu povrchů obrobených nekonvenční technologií EDM a pro porovnání s dosavadní „klasickou“ strojírenskou technologií frézování.

2. Zkoumané vzorky a použité technologie

Zkušební vzorky byly vyrobeny z vysokopevnostní slitiny INCONEL 718 (C 0,08%, Mg 0,35%, P 0,015%, S 0,015%, Cr 17 - 21%, Ni 50 - 55%, Mo 2,8 - 3,3%, Nb 4,75 - 5,5%, Ti 0,65 - 1,15%, Al 0,2 - 0,8%, Co 1%, Ta 0,05%, B 0,06%, Cu 0,3%, Fe 19%). Pevnostní charakteristiky INCONELU 718 jsou uvedeny v tab.1.

Tenzometrická analýza byla provedena pro dva způsoby obrábění:

Tab. 1. Pevnostní charakteristik INCONELU 71.

Tloušťka materiálu	do 4,75 mm	nad 4,75 mm
Pevnost	965 MPa	1034 MPa
Mez Kluzu	555 MPa	720 MPa
Tažnost	30%	

Elektroerozivní hloubení (EDM)

Tato technologie byla realizována na vzorcích o rozměrech 30 30 7 mm³ pomocí zařízení AGIE – IMPAKT 3 s automatickou optimalizací pracovních podmínek pro nastavené vstupní parametry odpovídající požadované drsnosti obrobené plochy. Byly použity dva režimy obrábění:

a) *obrábění na čisto* (cílem dokončovacího cyklu bylo dosažení kvalitního povrchu, R_a 0,55 μ m), bylo provedeno grafitovou a měděnou elektrodou (označení vzorků: vzorek 1 – EDM Gr - D, vzorek 2 – EDM Cu - D),

b) *hrubování* (pracovní cyklus je charakterizován vyššími hodnotami doby výboje, napětím naprázdno a vybíjecího proudu). bylo provedeno grafitovou a měděnou elektrodou (označení vzorků: vzorek 3 – EDM Gr-H, vzorek 4 – EDM Cu - D).

Frézování

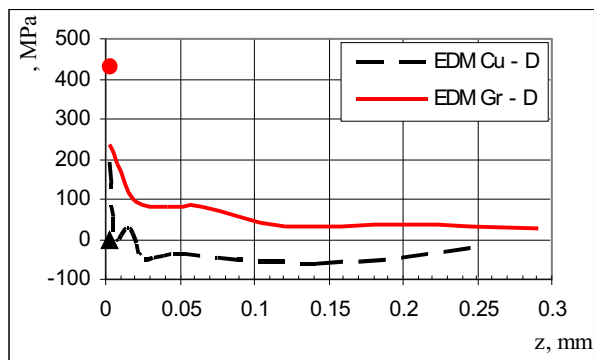
Frézování vzorků o rozměrech 30 10 7 mm³ bylo provedeno na stroji HERMLE C 800 čelní vřetovou frézou (ϕ 8) se slinutých karbidů. Při pracovních podmínkách: hloubka řezu $a_p = 0,35$ mm, šířka frézované plochy $a_e = 0,35$ mm, otáčky vřetena $n = 1600$ 1/min, posuv 180 mm/min. Pracovní podmínky byly zvoleny stejné pro frézování: sousledné (vzorek 5 – FR-S) a nesousledné (vzorek 6 – FR-N).

Tab. 2. Makroskopická zbytková napětí τ_L a střední šířka difrakční linie $\{220\}$ stanovené rentgenograficky (střední hodnoty z vrstvy o tloušťce cca 3 μ m) na fázi Ni a „povrchové“ hodnoty zbytkových napětí (odpovídající směru τ_L) zjištěných mechanickou metodou.

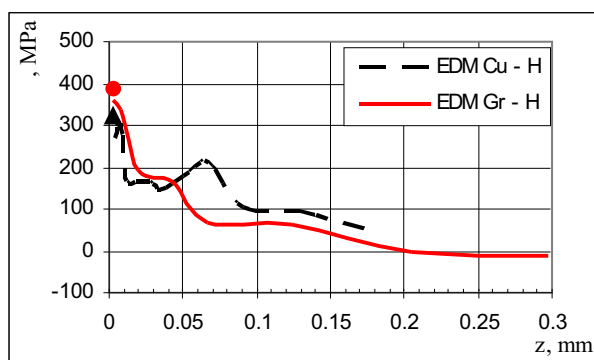
Vzorek	Metoda rtg. difrakce	Mechanická metoda		
	τ_L , MPa	τ_L , MPa	$\bar{W}2$	τ_L , MPa
EDM Gr-D	+483 \pm 64	+433 \pm 47	1,306	+234
EDM Cu-D	0 \pm 15	-1 \pm 62	1,151	+195
EDM Gr-H	+388 \pm 59	+292 \pm 64	1,690	+362
EDM Cu-H	+217 \pm 34	+321 \pm 77	2,525	+268
FR-S	-798 \pm 57	-343 \pm 24	2,176	-452
FR-N	-546 \pm 47	-405 \pm 67	2,281	+686

Tab. 3. Hodnoty mřížkového parametru a_e

Vzorek	a_e [nm]
EDM Gr-D	0,35973
EDM Cu-D	0,36034
EDM Gr-H	0,35936
EDM Cu-H	0,35845
FR-S	0,36167
FR-N	0,36170



a)



b)

Obr. 1. Průběhy zbytkových napětí v povrchových vrstvách vzorků hloubených elektroerozivně měděnou a grafitovou elektrodou, na čisto – dokončování (a) a hrubováním (b). Diskrétními hodnotami v levé části obrázků jsou znázorněny výsledky získané rentgenograficky z vrstvy odpovídající hloubce vnikání použitého záření.

3. Použité analytické metody

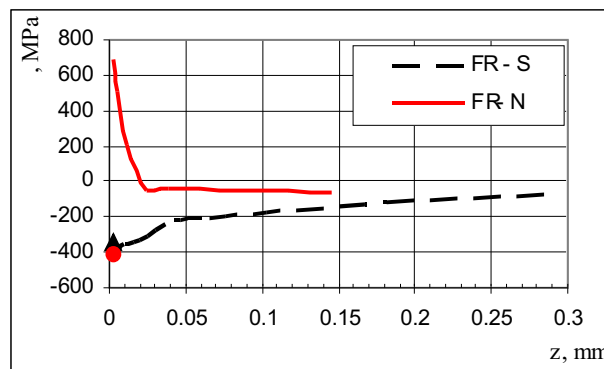
Metoda elektrolytického rozpouštění [2] spočívá v kontinuálním měření deformace vzorku při postupném odleptávání povrchových vrstev materiálu z analyzované plochy. Smysl a velikost této deformace jsou úměrné rozložení zbytkových napětí v odleptané vrstvě.

Rentgenografická tenzometrická metoda „sin²“ [3] byla realizována na goniometru Siemens se zářením rentgenky s chromovou anodou. Byla analyzována difrakční linie {220} Ni. Hodnoty mřížkových deformací byly interpretovány napětím za předpokladu dvojsového stavu zbytkové napjatosti

4. Výsledky měření a jejich diskuse

Hloubkové profily zbytkových makroskopických napětí získaných mechanickou destruktivní metodou jsou znázorněny na obr. 1 – 2, na nichž jsou rovněž vyneseny hodnoty „povrchových“ rentgenografických měření uvedených v tabulce č. 2. Dále byl u všech zkoumaných vzorků stanoven mřížkový parametr pomocí regresní analýzy uvedené v práci [4]. Měření mřížkového parametru bylo provedeno na goniometru Siemens se zářením rentgenky s kobaltovou anodou. Zjištěné hodnoty jsou uvedeny v tab. 3.

Při porovnávání výsledků obou experimentálních metod tenzometrické analýzy je třeba brát na zřetel



Obr. 2 Průběhy zbytkových napětí v povrchových vrstvách frézovaných vzorků. Diskrétními hodnotami v levé části obrázků jsou znázorněny výsledky získané rentgenograficky z vrstvy o tloušťce rovné hloubce vnikání použitého záření.

Tab. 4. Naměřené hodnoty drsnosti R_a .

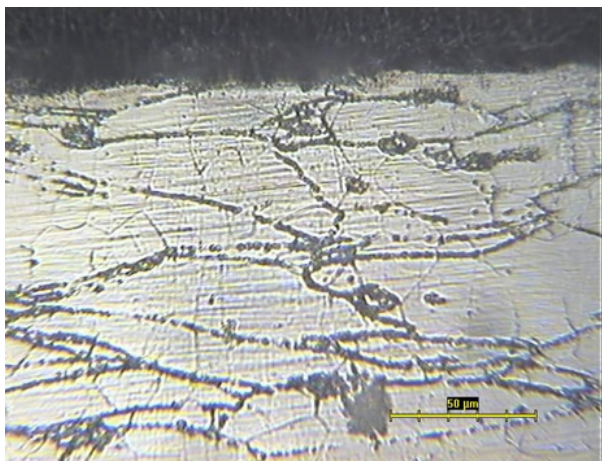
Vzorek	Označení vzorku	R_a [m]
1.	EDM Gr-D	0,94
2.	EDM Cu-D	0,58
3.	EDM Gr-H	15,9
4.	EDM Cu-H	16,4
5.	FR-S	0,47
6.	FR-N	0,84

skutečnost, že obě metody měření zbytkové napjatosti jsou založeny na zcela odlišných principech, a nejsou tedy navzájem zaměnitelné. Jestliže destruktivní metoda postupného odnimaní vrstev zjišťuje pouze zbytková napětí I. druhu a podává informaci o průběhu v celém průřezu materiálu, pak metoda rentgenové difrakce nám podává informace o stavu povrchové vrstvy maximálně do hloubky 3 až 4 μm a na rozdíl od metody destruktivní rozlišuje i zbytková napětí II. a III. druhu. Zatím co mechanickou destruktivní metodu lze použít bez ohledu na strukturní složení kovu, je aplikace rentgenové metody výrazně limitována v případě texturovaných polykrystalických materiálů nebo materiálů s krystalitami o rozměrech větších než 10 μm , kdy se difrakční linie rozpadají na diskrétní stopy.

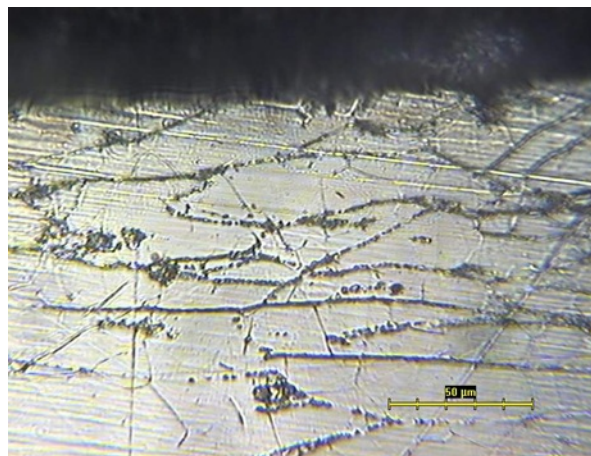
Na všech zkoumaných vzorcích byla pomocí dotykového profiloměru TALIFUS 6 TAYSURF HOBSON změřena drsnost povrchu R_a (viz. tab. 4). Dále byly zhotoveny boční metalografické výbrusy pro zjištění hloubky ovlivněné vrstvy řezných ploch získaných technologiemi EDM a frézování. Fotografie z optického mikroskopu CARL ZEISS JENA s CCD kamerou JAI při zvětšení 600X jsou na obr. 3.

5. Závěr

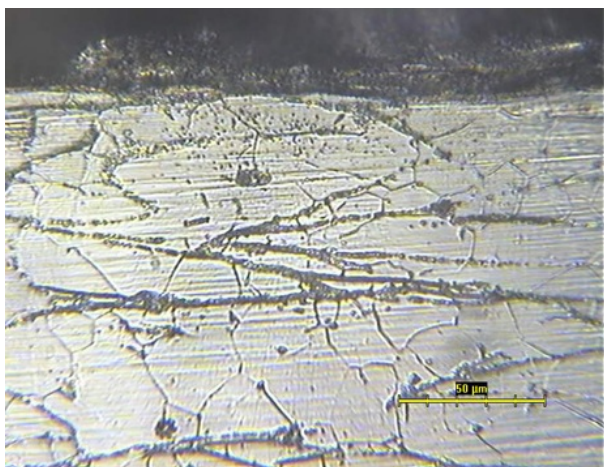
1. Na všech analyzovaných řezných plochách opracovaných elektroerozivním obráběním (EDM) byl rtg metodou identifikován dvojosý izotropní stav zbytkové makroskopické napjatosti (viz. tab. 1), tj. $\sigma_L = \sigma_T$.



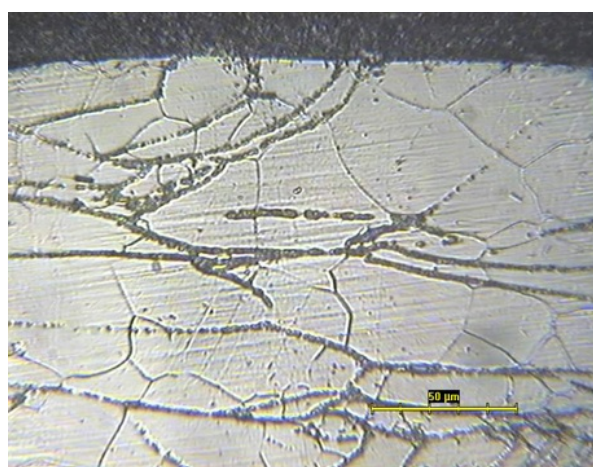
Vzorek EDM Gr-D



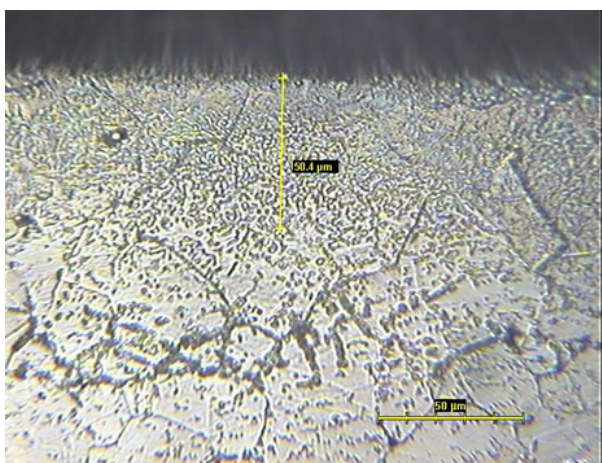
Vzorek EDM Cu-D



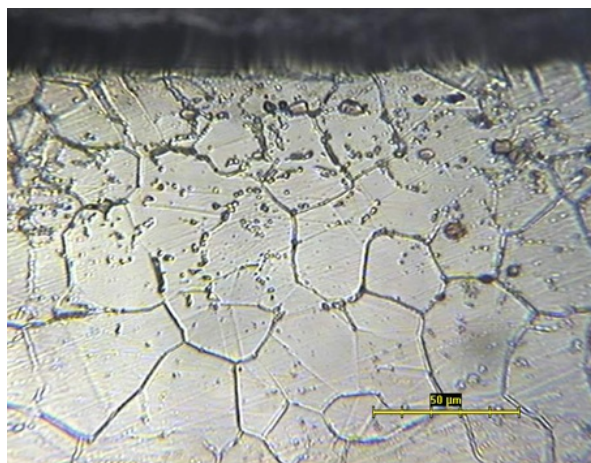
Vzorek EDM Gr-H



Vzorek EDM Cu-H



Vzorek FR-S



Vzorek FR-N

Obr. 3. Mikrostruktura bočních metalografických výbrusů zkoumaných vzorků pořízených na optickém mikroskopu Carl Zeiss Jenna s CCD kamerou JAI při zvětšení 600x

2. Značně vyšší hodnoty tahových napětí u EDM v případech dokončování grafitovou elektrodou a hrubování měděnou elektrodou odpovídají vyššímu tepelnému zatížení při obrábění vzorků. Je to důsledkem rozdělení energie ve výbojovém kanálu – vyšších počátečních proudů na elektrodě.

3. Povrchy frézovaných vzorků vykazují značně anizotropní stav zbytkové napjatosti způsobený charakterem mechanické interakce nástroje s materiálem.

4. Na bočních metalografických výbrusech pořízených na vzorcích obrobených technologií EDM (viz. obr. 3) není zřejmá přítomnost podpovrchové tepelně ovlivněné oblasti. Zjištěná struktura odpovídá struktuře neobrobeného materiálu.



5. Mikrofotografie frézovaných vzorků 5 a 6 potvrzují účinek plastické deformace povrchových vrstev vzniklé mechanickou interakcí materiálu s nástrojem, která je v případě sousledného frézování výraznější a sáhá do hloubky cca 50 nm.

6. Výsledky stanovení mřížkových parametrů povrchových vrstev zkoumaných vzorků uvedených v tab. 2 ukazují, že elektroerozivní hloubení vede ve všech případech k hodnotám nižším než frézování. Této skutečnosti, která je zřejmě důsledkem difúze atomů elektrody (grafit, měď) do povrchových vrstev obráběného vzorku, bude věnována pozornost při dalších měřeních.

Tato práce je dílčím výsledkem řešení projektu VZ MSM 6840770021.

Literatura

- [1] Barcal J.: Nekonvenční metody obrábění, Skriptum FSI ČVUT, Vydavatelství ČVUT, Praha 1989.
- [2] Neckář F., Kvasnička I.: Vybrané statě z úběru materiálu, Skriptum FSI ČVUT, Vydavatelství ČVUT, Praha 1991.
- [3] Kraus I., Ganev N.: Difrakční analýza mechanických napětí. Skriptum ČVUT, Vydavatelství ČVUT, Praha 1995.
- [4] Kužel R., Rafaja D.: Prášková difraktometrie, Experimentální techniky v rentgenové a neutronové strukturní analýze, Krystalografická společnost, Praha 1994.

X-RAY DIFFRACTION FROM POLYCRYSTALLINE MULTILAYERS WITH FLAT INTERFACES IN GRAZING-INCIDENCE GEOMETRY

P. F. Fewster¹, N. L. Andrew¹, V. Holý², K. Barmak³, J. Krčmář⁴

¹PANalytical Research Centre, Sussex Innovation Centre, Falmer, Brighton, UK

²Department of Physics of Electronic Structures, Charles University, Prague, Czech Republic

³Department of Materials Science and Engineering, Carnegie Mellon University, Pittsburgh, U.S.A.

⁴Institute of Condensed Matter Physics, Masaryk University, Brno, Czech Republic

Abstract

X-ray diffraction from polycrystalline multilayers in grazing-incidence geometry is a new method to measure the crystallite size and its distribution as a function of depth in multi-layer thin films. The principle relies on the idea that when X-rays are scattered at an interface the incident and scattered waves create a standing wave whose periodicity can be varied and thereby enhance the scattering at certain depths. By varying the angle of incidence the penetration depth is changed.

This has been used for mono-crystalline semiconductor wafer samples and for very thin (30 nm) polycrystalline layers. Numerical examples are shown for multi-layer consists of 14 periods, each containing a 4 nm thick Nb layer and a 11 nm thick Al layer.

I. Introduction

X-ray powder diffractometry is a standard method for obtaining the size of crystallites in industrial materials. However in general the method is suited to obtaining the size normal to the surface using the focusing Bragg-Brentano geometry. To estimate the general shape of crystallites in bulk samples, several reflections are required, however this method is less suited to thin films that in general exhibit significant texture. Hence these methods are essentially bulk methods, i.e. they assume a random distribution of orientations and become difficult in the analysis of thin films when the crystallite size in the plane of the interface cannot be determined. Access to scattering planes normal to the interface is possible at grazing angles of incidence. This in-plane scattering geometry relies on the refractive index of X-rays being less than unity, such that there is a critical angle for total external reflection. Thus the X-rays can enter through the sample surface, scatter from planes normal to the surface plane and then scatter out through the same sur-

face. By varying the angle of incidence the penetration depth is varied. This has been used extensively in the study of mono-crystalline semiconductor wafer samples and can also be shown to work for very thin (30nm) polycrystalline layers. Although some average crystallite size is determined, knowledge of the variation as a function of depth in thin films can be very valuable.

This paper describes a new method to measure the crystallite size and its distribution as a function of depth in multi-layer thin films. The principle relies on the idea that when X-rays are scattered at an interface the incident and scattered waves create a standing wave whose periodicity can be varied and thereby enhance the scattering at certain depths.

II. Theoretical description

In the in-plane grazing-incidence geometry, both the angle of incidence θ_i of the incident radiation, and the angle of exit θ_f of the scattered beams are comparable with the critical angle θ_c of total external reflection of X-rays (Fig. 1). Thus, the interaction of x-rays with matter is rather strong and it cannot be described by a simple kinematical approximation. On the other hand, the polycrystalline grains can be assumed much smaller than the extinction length λ_{ext} of x-rays in the material, so that the individual grains scatter kinematically.

We describe the scattering process using the distorted-wave Born approximation (DWBA) [1], in which the total scattering potential $\hat{V}(\mathbf{r})$ occurring in the wave equation:

$$(\nabla^2 + K^2)E(\mathbf{r}) = \hat{V}(\mathbf{r})K(\mathbf{r}); K = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (1)$$

is divided in two terms $\hat{V} = \hat{V}_A + \hat{V}_B$. The first term describes the undisturbed system, the latter is the disturbance.