

Paweł Hujek, Paweł Kurtyka, Stanisław Wierziński

Własności mechaniczne i ewolucja struktury w wielofazowych stopach z układu Al-Ni*

Wieloskładnikowe stopy na osnowie faz międzymetalicznych z układu równowagi Ni-Al postrzegane są jako interesujące materiały konstrukcyjne o szerokiej gamie zastosowań inżynierskich. Odkrycie [1] możliwości uplastyczniania fazy międzymetalicznej Ni₃Al mikrodotądkiem boru stymulowało podjęcie badań nad wpływem innych dodatków stopowych na polepszenie właściwości użytkowych wspomnianej fazy.

Prowadzone prace nad odkształcalnością wieloskładnikowych stopów na osnowie fazy międzymetalicznej Ni₃Al koncentrowały się w głównej mierze na analizie charakterystyk mechanicznych odkształcania (σ - ϵ) i ewolucji struktury w szerokim zakresie temperatur i prędkości odkształcania [2-13]. W badaniach uwzględniono wcześniejsze doniesienia literaturowe [14-21] na temat wpływu dodatku chromu (8 at. %) i żelaza (>11 at. %) na obniżenie kruchości w podwyższonych temperaturach w atmosferze utleniającej, a także polepszenie właściwości użytkowych.

Badania prowadzono na stopach (at. %): Ni-22Al-8Cr-2Fe (struktura płytkowa) oraz Ni-22Al-5Cr-5Ti (struktura dendrytyczna), które poddawano próbom ściskania na maszynie wytrzymałościowej Instron wyposażonej w piec z atmosferą ochronną-argonową oraz możliwość szybkiego chłodzenia próbek. W badaniach szczególną uwagę zwrócono na problem kierunkowości właściwości mechanicznych stopów na osnowie fazy międzymetalicznej.

Preparatyka stopów na osnowie fazy Ni₃Al oraz metody badań

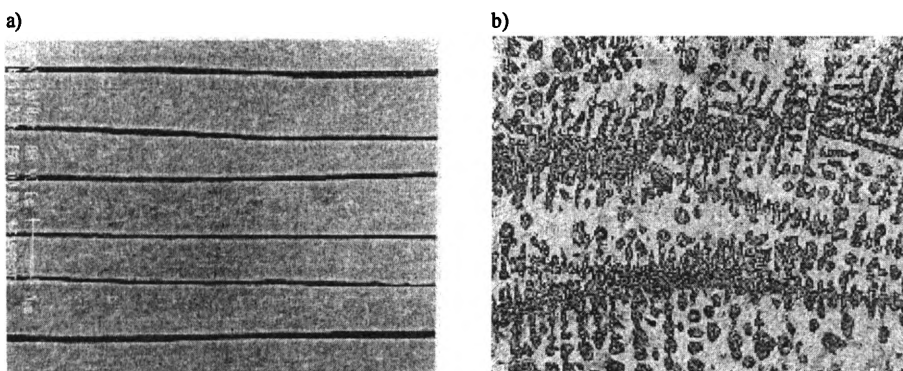
Pręty ze stopów Ni-22Al-8Cr-2Fe i Ni-22Al-5Cr-5Ti o wymiarach ϕ 10 mm, l₀ 150 mm poddawano krystalizacji kierunkowej na zmodyfikowanej aparaturze

* Tekst złożono do druku 26 września 2005 roku.

Bridgmana [19] w atmosferze argonu, stosując odpowiednio dobrane stałe szybkości wzrostu oraz gradienty temperatury na froncie krystalizacji, które przykładowo dla stopu z dodatkiem żelaza wynosiły: $4,17 \times 10^{-6} \text{ m/s}$ i $15 \times 10^3 \text{ K/m}$ [20, 21]. Nominalne składy chemiczne stopów oraz poszczególnych elementów struktury określone metodą EDS na mikroskopie skaningowym Philips XL30 zamieszczono w tabeli 1, a struktury stopów w stanie wyjściowym pokazano na rys. 1.

Stop	NiAlCrFe	NiAlCrTi
Nom. skład chem. (w at. %)	Ni-28,47Al-6,77Cr-2,04Fe	Ni-22Al-5Cr-5Ti
Element struktury (w at. %):		
– płytki	Ni-28,47Al-6,77Cr-2,04Fe	
– otoczka płytek	Ni-18,48Al-11,66Cr-2,49Fe	
– pajęczyna osnowy	Ni-15,74Al-11,59Cr-2,39Fe	
– osnowa		Ni-22,1Al-2,9Cr-5,9Ti
– igły		Ni-2,1Al-77,4Cr-1,1Ti
– otoczka igły		Ni-15,6Al-4,5Cr-2,1Ti

Tabela 1. Składy chemiczne stopów oraz poszczególnych elementów struktury określone metodą EDS



Rys. 1. Mikrostruktury kierunkowo krystalizowanych stopów: a) NiAlCrFe, b) NiAlCrTi – stan wyjściowy

Próbki ze stopu NiAlCrFe o wymiarach: ϕ 8 mm, h 12 mm odkształcano w zakresie temperatur 773–1273 K z prędkościami $2,8 \times 10^{-4}$ – $2,8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, a ze stopu NiAlCrTi o wymiarach: ϕ 4,5 mm, h 7,7 mm w zakresie temperatur 673–1173 K z prędkościami $9,3 \times 10^{-5}$ – $4,1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Charakterystyki mechaniczne wysokotemperaturowego odkształcania opisywano zależnością Ludwika zmodyfikowaną przez Hollomona do postaci $\sigma = K\epsilon^n$.

Wyniki badań i dyskusja

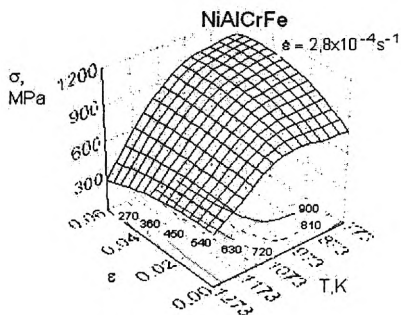
Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopów NiAlCrFe i NiAlCrTi

Przykłady charakterystyk mechanicznych odkształcania (σ - ϵ)_T otrzymanych w próbach jednoosiowego ściskania, prowadzonych w różnych (zmienianych skokowo co 100 K) temperaturach, ze stałymi prędkościami odkształcania dla stopu NiAlCrFe zamieszczono na rys. 2a, dla stopu NiAlCrTi – na rys. 3. Analiza charakterystyk wysokotemperaturowego odkształcania wykazała we wszystkich przypadkach występowanie dwóch zakresów umocnienia. W tabeli 2 zestawiono dla stopu NiAlCrTi odkształcanego z prędkością $4,1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ oraz stopu NiAlCrFe odkształcanego z prędkością $2,8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ współczynniki równania Hollomona $\sigma = K\epsilon^n$ dla pierwszego (K_1 , n_1) i drugiego (K_2 , n_2) zakresu umocnienia oraz wartości odkształceń granicznych (ϵ_1/ϵ_2) pomiędzy zakresami.

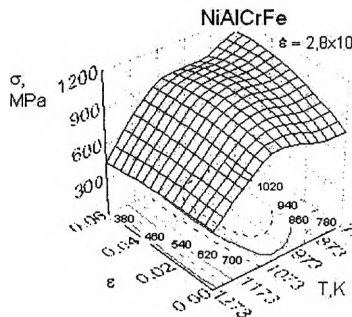
stop	T, K (test)	K_1 , MPa	n_1	r_1	K_2 , MPa	n_2	r_2	ϵ_1/ϵ_2
NiAlCrTi	1073	3135,4	0,244	0,999	2562,7	0,163	0,997	0,083
	973	4285,5	0,269	0,999	2637,5	0,123	0,999	0,056
	873	8009,4	0,427	0,999	3548,1	0,196	0,999	0,029
	773	3842,4	0,286	0,999	3688,1	0,269	0,999	0,090
	673	2694,0	0,146	0,999	5480,2	0,390	0,997	0,054
NiAlCrFe	1273	309,7	0,010	0,997	346,7	0,032	0,997	0,059
	1173	529,3	0,021	0,998	586,7	0,044	0,995	0,012
	1073	792,1	0,015	0,999	767,9	0,010	0,997	0,006
	973	1192,3	0,070	0,996	1222,4	0,078	0,998	0,044
	873	1410,3	0,113	0,998	1710,8	0,157	0,997	0,012
	773	1364,6	0,102	0,999	1793,9	0,162	0,996	0,010

Tabela 2. Zestawienie współczynników równania Hollomona $\sigma = K\epsilon^n$

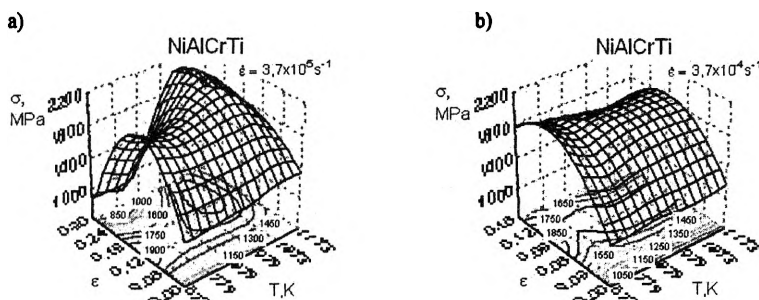
a)



b)

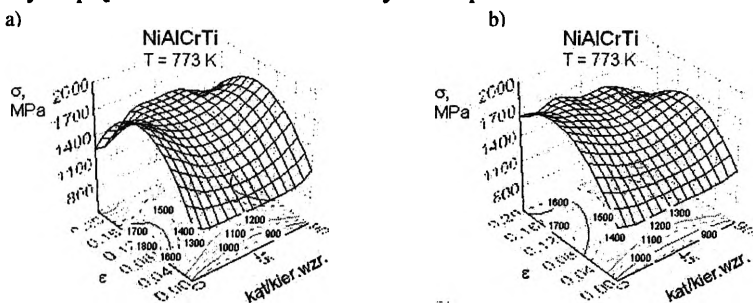


Rys. 2. Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopu NiAlCrFe ujmujące zależność naprężenia płynięcia plastycznego od temperatury i stopnia odkształcania dla prędkości odkształcania: a) $2,8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, b) $2,8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$

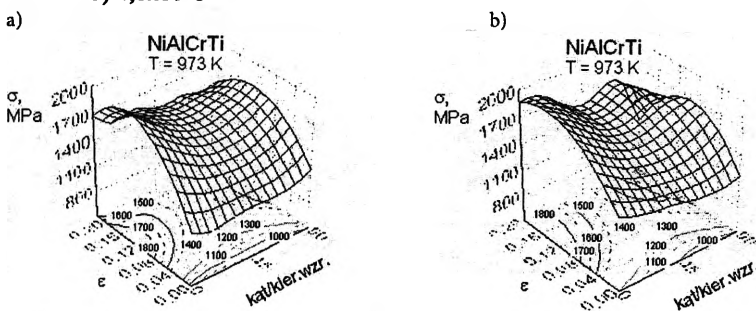


Rys. 3. Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopu NiAlCrTi ujmujące zależność naprężenia płynięcia plastycznego od temperatury i stopnia odkształcania dla prędkości odkształcania: a) $3,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, b) $3,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Elementy maszyn pracujące w warunkach działania różnych, co do wartości i kierunku przyłożenia, sił (obciążeń) wymagają przeprowadzenia dodatkowych badań związanych z anizotropią własności mechanicznych. Przykładowo na rys. 4 i 5 pokazano wyniki tego rodzaju eksperymentów dla stopu NiAlCrTi odkształcanego z różnymi prędkościami w dwóch różnych temperaturach.



Rys. 4. Anizotropia naprężenia płynięcia plastycznego w próbkach ze stopu NiAlCrTi odkształcanych w temperaturze 773 K z prędkościami: a) $9,3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ oraz b) $4,1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$



Rys. 5. Anizotropia naprężenia płynięcia plastycznego w próbkach ze stopu NiAlCrTi odkształcanych w temperaturze 973 K z prędkościami: a) $9,3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ oraz b) $4,1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

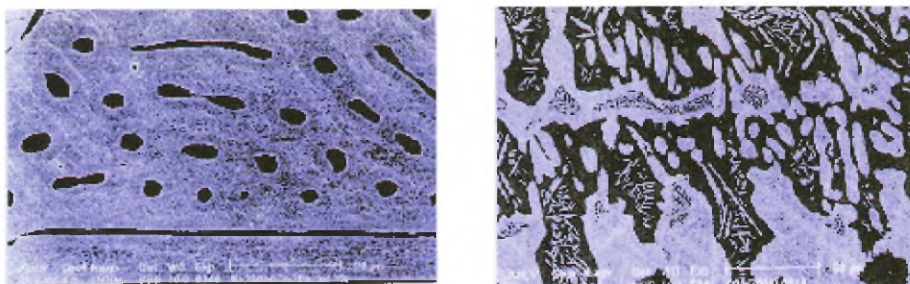
Analizowany stop posiadał strukturę dendrytyczną, przy czym dendryty stanowiły element strukturalny praktycznie nieodkształcalny. Prezentowane wykresy przestrzenne oraz poziomicie wartości naprężeń pozostają w ścisłym związku z kierunkiem wzrostu oraz kształtem dendrytów. Najwyższe opory odkształcania występują wówczas, kiedy kierunek działania siły jest równoległy do głównej gałęzi dendrytu (kąąt 0° do kierunku wzrostu), nieco mniejsze w przypadku działania siły równoległe do bocznych odgałęzień dendrytu (kąąt 90° do kierunku wzrostu), a najmniejsze w przypadku usytuowania kierunku działającej siły pomiędzy gałęziami dendrytu (kąąt 45° do kierunku wzrostu). Tego rodzaju układ krzywych naprężenia płynięcia w funkcji odkształcania nie zależy w istotny sposób od temperatury i prędkości odkształcania.

Podobną zależność obserwowano w stopie NiAlCrFe posiadającym strukturę płytkową, gdzie układ krzywych związany był z położeniem płytek. Maksymalne naprężenia płynięcia występowały na kierunku wzrostu płytek, nieco mniejsze na kierunku poprzecznym, natomiast najmniejsze w przypadku działania siły pod kątem 45° do kierunku wzrostu płytek.

Mikrostruktury stopów NiAlCrFe i NiAlCrTi po odkształceniu

Obserwacje mikrostruktury prowadzono zarówno na próbkach w stanie wyjściowym jak i na próbkach odkształconych w szerokim zakresie temperatur i prędkości odkształcania. Na rys. 6a pokazano typową strukturę stopu NiAlCrFe odkształconego do 3%, a na rys. 6b typową strukturę stopu NiAlCrTi odkształconego do 1,5%.

Wykonano także pomiary średniej grubości płytek w stopie NiAlCrFe, która zmieniała się od 1 do 1,5 μm oraz odstępów pomiędzy płytkami, który wynosił 55–60 μm . W miarę postępującego odkształcania obserwowano w poszczególnych ziarnach zmiany kształtu przekroju poprzecznego płytek, początkowo na eliptyczny o wymiarach $7 \times 2,5 \mu\text{m}$, a następnie kołowy o średnicy od 3 do 4 μm . Ustalono także dla tego stopu skład fazowy poszczególnych elementów struktury: płytki faz $\alpha + \beta$, szara otoczka faza $\gamma + \gamma'$, pajęczyna osnowy faza $\beta + \gamma + \gamma'$.



Rys. 6. Mikroskop skaningowy, typowe struktury dla stopu: a) NiAlCrFe po odkształceniu do 3% z widoczną stopniową koagulacją płytek, b) NiAlCrTi po odkształceniu do 1,5% z widocznym podziałem ramion poprzecznych dendrytów

Przeprowadzone badania pozwoliły na ustalenie zakresów temperatur i prędkości odkształcania, w których możliwe jest, w ograniczonym zakresie, plastyczne kształtowanie stopu.

Porównanie charakterystyk mechanicznych wysokotemperaturowego odkształcania ze zmianami struktury wykazało, że proces formowania stopu możliwy jest głównie w obszarach osnowy, natomiast tak płytki jak i ramiona dendrytów spełniają rolę konstrukcji wzmacniającej. Nie bez wpływu na przebieg odkształcania pozostaje także niejednorodność składu chemicznego, szczególnie wyraźna w stopach o strukturze dendrytycznej. Ustalono, że igły dendrytów były wzbogacone w chrom, osnowa charakteryzowała się zwiększoną zawartością tytanu, natomiast w przestrzeniach międzydendrytycznych występowały obszary wzbogacone w nikiel.

Problem kształtowania, na pożądaną kształt, badanych stopów posiada olbrzymie znaczenie, ponieważ w praktyce nie ma możliwości ich kształtowania poprzez obróbkę wiórową (np. toczenie, wiercenie, struganie). Dla celów doświadczalnych próbki do badań wykonywano techniką elektroiskrową, stosując odpowiednio przygotowane elektrody w postaci rurek miedzianych.

Wnioski

1. Dodatek do fazy międzymetalicznej Ni_3Al takich pierwiastków, jak chrom (8 at. %) i żelazo (2 at. %) umożliwia, w ograniczonym zakresie temperatur i prędkości odkształcania, plastyczne formowanie stopu. W przypadku wprowadzenia w miejsce żelaza tytanu (5 at. %) obserwuje się poprawę właściwości mechanicznych stopu.

2. Dotychczasowe wyniki badań stopów na osnowie fazy międzymetalicznej Ni_3Al z różnymi dodatkami zdają się sugerować, że własności mechaniczne w znacznej mierze zależą od struktury i składu fazowego. Sterowanie tymi dwoma czynnikami wymaga jednakże stosowania drogich technologii opartych na krystalizacji kierunkowej, jak również doboru odpowiednich parametrów kształtowania, w tym przede wszystkim temperatury i prędkości odkształcania.

Bibliografia

- [1] Aoki K., Izumi O.J., *Improvement in Room Temperature Ductility of the $L1_2$ Type Intermetallic Compound Ni_3Al by Boron Addition*, Jpn. Inst. Met. 43 (1979), p. 1190–1196
- [2] Yan W., Jones I.P., Smallman R.E., *The Effect of Boron Dopant on Dislocation Configurations in Polycrystalline Ni_3Al* , Scripta Met. Mat. 21(1987), p. 1511–1515
- [3] Liu C.T., White C.L., Horton J.A., *Effect of Boron on Grain Boundaries in Ni_3Al* , Acta Metall. 33 (1985), p. 213–229

- [4] Czepe T., Wierziński S., *The Microstructure and Plasticity of Ni-Al-Fe Alloys*, Abstracts AEP A'98, Seoul National University, June 21–25 1998, p. 140
- [5] Czepe T., Wierziński S., *The Microstructure and Plasticity of Ni-Al-Fe Alloys*, *Metals and Materials*, vol. 4, no 3, 1998, p. 287–294
- [6] Wierziński S., Czepe T., Faryna M., *Wysokotemperaturowe odkształcanie kierunkowo krystalizowanego stopu na podstawie związku międzymetalicznego Ni₃Al*, XII Konferencja Sprawozdawcza Kom. Metal. PAN, Krynica 23–26.09.1998, s. 492–497
- [7] Wierziński S., Lapin J., Czepe T., *High Temperature Deformation Behaviour of a Directionally Solidified Ni₃Al-Based Alloy*, 7th Colloquie Franco-Polonais „Heterogeneites de deformation”, Kraków–Mogilany 22–24.10.1998, *Archives of Metallurgy*, vol. 44, z. 2, 1999, p. 221–237
- [8] Czepe T., Wierziński S., *The Influence of the Phase Composition on the Plasticity of Ni-Al-Cu-B Intermetallic Alloy*, *Proc. of Int. Conf. on Light Alloys and Composites*, Zakopane 13–16 May 1999, p. 279–285
- [9] Czepe T., Wierziński S., *Structure and Mechanical Properties of NiAl and Ni₃Al-Based Alloys*, *Journal of Mechanical Sciences*, vol. 42, 2000, p. 1499–1518
- [10] Lapin J., Wierziński S., Palachova T., *Microstructural stability, hardness and compressive behaviour of directionally solidified intermetallic Ni₃Al-based alloy with gamma/gamma-beta structure*, *Intermetallics*, vol. 7, no 6, 1999, p. 705–715
- [11] Czepe T., Wierziński S., *The Influence of the Martensitic Transformation on the High Temperature Plasticity of NiAlCu beta-Intermetallic Phase*, *Proc. of Conf. on Advances in Mechanical Behaviour, Plasticity and Damage*, EUROMAT 2000, Tours, November 7–9, vol. 2, 2000, p. 811–816
- [12] Wierziński S., Czepe T., *Wysokotemperaturowe odkształcanie kierunkowo krystalizowanych stopów na podstawie fazy międzymetalicznej Ni₃Al*, *Symposium Naukowe „Stopy na podstawie faz międzymetalicznych”*, Warszawa, 19 październik 2000, p. 54–59
- [13] Czepe T., Wierziński S., *Mikrostruktura i własności mechaniczne stopów Ni-Al-Cu-B w zakresie fazy β*, *Symposium Naukowe „Stopy na podstawie faz międzymetalicznych”*, Warszawa, 19 październik 2000, s. 73–78
- [14] Czepe T., Szczepanik S., *The influence of hot deformation on the microstructure of Ni-Al and Ni-Al-Fe alloys with small Ti₃B addition*, *Journal of Materials Processing*, vol. 60, 1996, p. 123
- [15] Czepe T., *Wpływ dodatku trzeciego składnika na skład fazowy, mikrostrukturę i zakres odkształcenia plastycznego w fazie β związku międzymetalicznego Ni-Al*, III Międzynarodowa Konferencja Naukowa „Metale Nieżelazne '97”, Kraków, 11–12 września 1997, s. 315
- [16] Gottstein G., Nagpal P., Kim W., *Recrystallization and Texture in Boron-doped Ni₃Al*, *Mat. Sci. Eng.*, vol. A108, 1989, p. 165–179
- [17] Huang S.C., Hall E.L., Chang K.-M., Laforce R.P., *L1₂-Type Ni-Al-Cr Alloys Processed by Rapid Solidification*, L1₂, *Met. Trans. A.*, vol. 17, 1986, p. 1685–1692
- [18] Wright R.N., Knibloe J.R., *The influence of alloying on the microstructure and mechanical properties of P/M Ni₃Al*, *Acta Metall. Mater.*, vol. 38, 1990, p. 1993–2001

- [19] Lapin J., Ivan J., *Effect of shape variations on the structure and crystallography of directionally solidified γ/γ' - α eutectic composites*, Scripta Met. Mat., vol. 33, 1995, p. 391–397
- [20] Lapin J., Delannay F., *Analysis of Steady-State Creep and Creep Fracture of Directionally Solidified Eutectic γ/γ' - α Alloy*, Metall. Mat. Trans. A, vol. 26A, 1995, p. 2053–2062
- [21] Lapin J., *Effect of ageing on the microstructure and mechanical behaviour of a directionally solidified Ni₃Al-based alloy*, Intermetallics, vol. 5, 1997, p. 615–624

Mechanical properties and structure evolution of multiphase alloys based on Ni-Al intermetallics

Summary

The influence of alloy in additions on the deformability and structure evolution of alloys based on Ni₃Al intermetallic phase was investigated. The addition of such elements as chromium (8 at. %) and iron (2 at. %) or chromium (5 at. %) and titanium (5 at. %) to the Ni₃Al intermetallic compound enables plastic deformation of the NiAlCrFe and NiAlCrTi alloys within a limited range of temperatures and strain rates.

The sequences of structural changes in lamellar (NiAlCrFe) and dendritic (NiAlCrTi) structures were correlated with mechanical characteristics (σ - ϵ) investigated in high-temperature compression tests. The high strength of the alloys at the range of temperatures 800–900 K for the NiAlCrFe and 1100–1200 K for the NiAlCrTi alloys is promising in terms of their application prospects for elements of instruments designed for use in high temperatures.