

Paweł Hujek, Paweł Kurtyka, Stanisław Wierziński

Charakterystyki wysokotemperaturowego odkształcania stopu na osnowie związku międzymetalicznego Ni_3Al^*

Spośród pięciu faz międzymetalicznych występujących w układzie równowagi Ni-Al jedynie dwie – NiAl o strukturze B2 oraz Ni_3Al o strukturze $L1_2$ – znajdują szersze zastosowanie, w tym głównie jako osnowa wieloskładnikowych stopów przeznaczonych do pracy w podwyższonych temperaturach. Użyteczność tych faz w stopach wieloskładnikowych wynika przede wszystkim z niskiej gęstości, wysokiej temperatury topnienia, dobrej przewodności elektrycznej i cieplnej, a także wysokiej odporności na utlenianie i degradację środowiska.

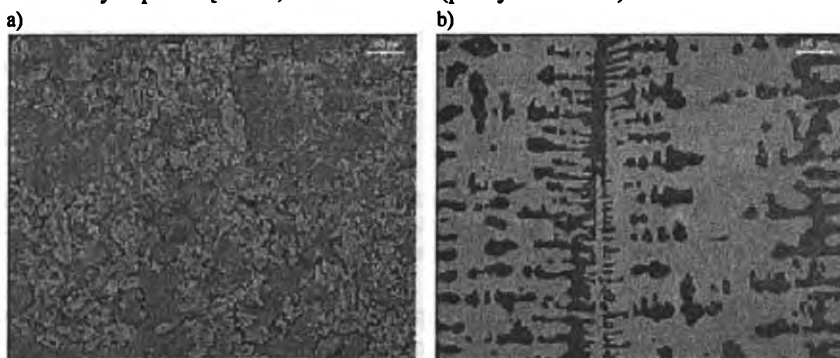
Odkrycie możliwości uplastyczniania fazy Ni_3Al mikrodotądkiem boru [1], który segregując do granic ziaren zwiększa siłę kohezji, ograniczając kruchość międzokrystaliczną, a nadto powoduje wzrost umocnienia roztworu stałego poprzez blokowanie dyslokacji [2–6], wymagało podjęcia badań nad określeniem jego optymalnej zawartości w tej fazie. W tym celu wykonano serie stopów NiAlB o zróżnicowanej zawartości boru, które poddano badaniom wytrzymałościowym w próbach rozciągania i ściskania z uwzględnieniem kierunkowości właściwości mechanicznych. Znajomość optymalnej zawartości boru w fazie Ni_3Al stanowiła podstawę do zaprojektowania wieloskładnikowych, kierunkowo krystalizowanych, stopów na osnowie fazy Ni_3Al , przeznaczonych do pracy w podwyższonych temperaturach. W artykule przedstawiono wyniki badań dotyczące stopu NiAlCrTaMoZr, który poddawano krystalizacji kierunkowej oraz zabiegom obróbki cieplnej. Odkształcalność stopu oceniano na podstawie wyników prób ściskania prowadzonych w szerokim zakresie temperatur (923–1323 K).

* Tekst złożono do druku 26 września 2005 roku.

Preparatyka stopów na osnowie fazy Ni₃Al oraz metody badań

Stopy na osnowie fazy Ni₃Al – NiAlB o różnej zawartości boru (0,001; 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 i 0,2% wag.) oraz stop NiAlCrTaMoZr wytopione zostały w piecu Balzera w próżni, a następnie odlane w atmosferze ochronnej argonu do kokili metalowej w kształcie klina o wymiarach stopki 10x100x20 mm (NiAlB) oraz do kokili wielogniazdowej pozwalającej na otrzymanie z jednego wytopu czterech walców (prętów) o wymiarach ϕ 12x120 mm (NiAlCrTaMoZr).

Z odlewów ze stopów NiAlB wytaczano próbki o wymiarach ϕ 6x9 mm (próby ściskania) oraz ϕ 5x25 mm + główki (próby rozciągania), zorientowane w taki sposób, aby oś ściskania/rozciągania była prostopadła do kierunku zalewania/krzepnięcia (KZ), jak również serię próbek anizotropowych, w których oś ściskania zorientowana była pod kątem 0, 45 i 90° / KZ (próby ściskania).



Rys. 1. Mikrostruktura kierunkowo krystalizowanego stopu NiAlCrTaMoZr, stan wyjściowy: a) powierzchnia prostopadła do KZ, b) powierzchnia równoległa do KZ

Testy ściskania i rozciągania próbek wyciętych pod kątem 0°/KZ prowadzono w temperaturach 293 i 1223 K, stosując początkową prędkość odkształcania $3,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ dla próbek ścispanych oraz $1,33 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ dla próbek rozciąganych.

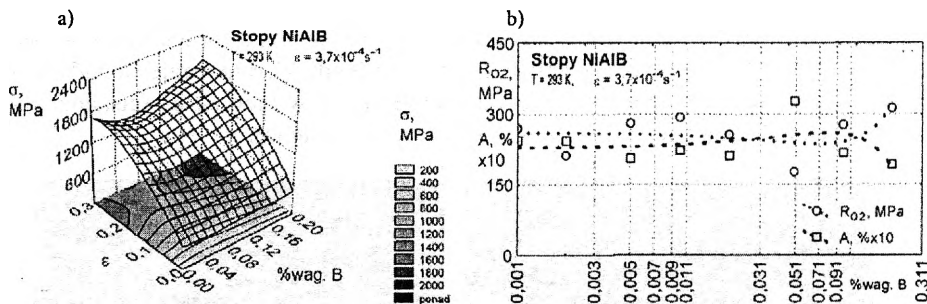
Wieloskładnikowy stop na osnowie fazy Ni₃Al posiadał skład chemiczny (% wag.): 10,65Al; 6,79Cr; 4,9Ta; 2,44Mo; 0,96Zr; bal. Ni. Pręty z tego stopu poddawano krystalizacji kierunkowej oraz zabiegom obróbki cieplnej według następującego schematu: nagrzewanie w 1245 K/4 godz., chłodzenie na powietrzu, ponowne nagrzewanie w 1273 K/8 godz. i chłodzenie z piecem do 1123 K, wygrzewanie w tej temperaturze 10 godz. i chłodzenie z piecem do temperatury otoczenia, uzyskując typowe struktury dendrytyczne (rys. 1).

Z prętów wykonywano techniką elektroiskrową próbki o wymiarach ϕ 5x7,7 mm, których osie ściskania zorientowane były pod kątami 0, 45 i 90° do kierunku krystalizacji (KK). Próby ściskania prowadzono w zakresie temperatur 923–1323 K (zmieniając temperaturę co 100 K) z początkową prędkością odkształcania $1,44 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Mikrostruktury stanu wyjściowego oraz po odkształceniu wykonano na mikroskopie optycznym oraz skaningowym.

Wyniki badań i dyskusja

3.2. Charakterystyki mechaniczne i mikrostruktura stopów na osnowie fazy Ni₃Al

Na rys. 2 pokazano charakterystyki mechaniczne odkształcania (a) oraz zmiany wartości $R_{0,2}$ od zawartości boru w stopach (b) określone w próbach jednoosiowego ściskania stopów NiAlB odkształczanych w temperaturze 293 K z prędkością $3,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

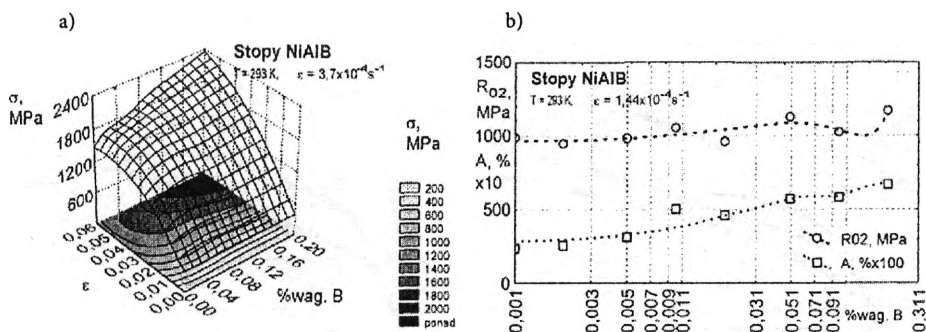


Rys. 2. Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopu NiAlB: a) wartości naprężenia płynięcia plastycznego σ , b) wartości granicy plastyczności $R_{0,2}$ w zależności od zawartości boru wyznaczone w próbach ściskania

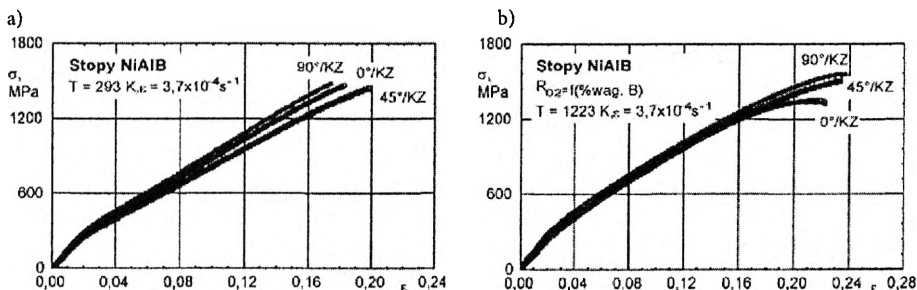
W analogicznym układzie na rys. 3 pokazano charakterystyki mechaniczne odkształcania (a) oraz zmiany wartości $R_{0,2}$ od zawartości boru w stopach (b) określone w próbach rozciągania stopów NiAlB odkształczanych w temperaturze 293 K z prędkością $1,44 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Analiza charakterystyk mechanicznych odkształcania stopów NiAlB wykazała, że w miarę wzrostu zawartości boru w zakresie 0–0,05 występuje tendencja do znacznego zwiększenia zakresu uplastycznienia stopów w próbach ściskania, jednakże po przekroczeniu tej zawartości następuje spadek odkształcalności (w zakresie zawartości boru 0,05–0,2). W próbach rozciągania wartość wydłużenia jest średnio 5 razy mniejsza od wartości skrócenia mierzonej odkształceniem rzeczywistym ϵ , przy czym najwyższą wartość wydłużenia osiąga przy zawartości boru wynoszącej 0,2%.

Elementy maszyn pracujące w warunkach działania różnych, co do wartości i kierunku przyłożenia, sił (obciążeń) wymagają przeprowadzenia dodatkowych badań związanych z anizotropią właściwości mechanicznych. Przykładowo na rys. 4 pokazano wyniki tego rodzaju eksperymentów dla stopu NiAlB (o zawartości boru 0,05% wag.) odkształcanego w temperaturach 293 i 1223 K z prędkością $3,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.



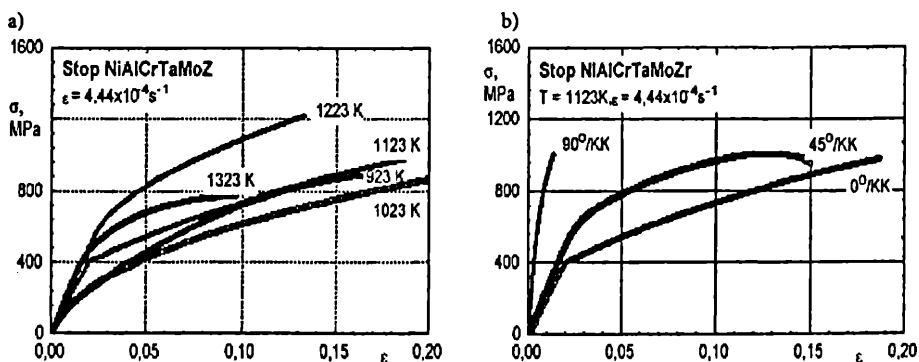
Rys. 3. Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopu NiAlB; a) wartości naprężenia płynięcia σ , b) wartości granicy plastyczności R_{02} w zależności od zawartości boru wyznaczone w testach rozciągania



Rys. 4. Charakterystyki mechaniczne odkształcania próbek anizotropowych ze stopu NiAlB, temperatura testów ściskania: a) 293 K, b) 1223 K, prędkość odkształcania $3,7 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$

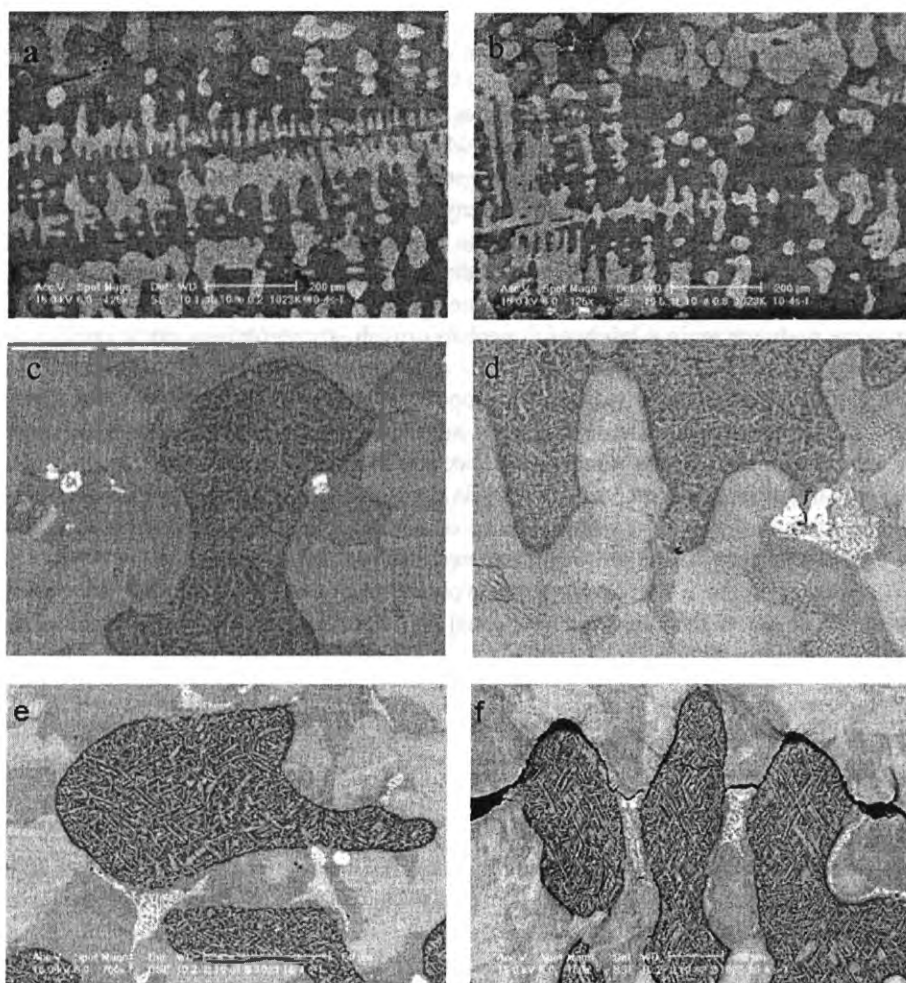
Analizowany stop posiadał strukturę polikrystaliczną, przy czym obserwowano, niezależnie od temperatury odkształcania, małe różnice w wartościach naprężeń płynięcia plastycznego dla próbek wycinanych pod różnymi kątami do kierunku krystalizacji.

Na rys. 5 zamieszczono charakterystyki mechaniczne odkształcania, otrzymane z prób ściskania kierunkowo krystalizowanych próbek ze stopu NiAlCrTaMoZr, w temperaturach 923, 1023, 1123, 1223 i 1323 K (a) oraz próbek anizotropowych odkształcanych w temperaturze 1123 K (b), w obu przypadkach z prędkością odkształcania $4,44 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$. Próbki wycinane pod kątem $0^\circ/\text{KK}$ poddawane testom ściskania w różnych temperaturach ze stałą prędkością odkształcania nie wykazywały systematycznego spadku naprężenia płynięcia plastycznego ze wzrostem temperatury. Tego rodzaju zaburzenie sekwencji temperaturowej może być spowodowane z jednej strony różną ilością dendrytów w odkształcanej próbce, zaś z drugiej niejednorodnością rozkładu wydzielań tantalu, molibdenu i chromu.



Rys. 5. Charakterystyki mechaniczne odkształcania stopu NiAlCrTaMoZ, próbki wycinane pod kątem 0°/KK ściskane w zakresie temperatur 923–1323 K (a) oraz próbki anizotropowe ściskane w temperaturze 1123 K (b) z prędkością $4,44 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Obserwacje strukturalne (rys. 6) ujawniły istnienie w kierunkowo krystalizowanych prętach dendrytów o skomplikowanej strukturze wewnętrznej. W igłach dendrytów zidentyfikowano drobne wydzielenia chromu i molibdenu, a na granicy dendrytu z osnową masywne wydzielenia tantal. Również osnowa stopu wykazywała niejednorodność składu chemicznego, przy czym w pobliżu ramion dendrytów występowały obszary wzbogacone w nikiel, natomiast obszary uboższe w nikiel zajmowały przestrzenie międzydendrytyczne. Porównanie charakterystyk mechanicznych wysokotemperaturowego odkształcania ze zmianami struktury wykazało, że proces formowania stopu możliwy jest głównie w obszarach osnowy, igły dendrytów spełniają bowiem rolę konstrukcji wzmacniającej. Stopniowe niszczenie struktury stopu rozpoczyna się od rozpadu, w miejscach o najmniejszych przekrojach, fragmentów igieł dendrytów (rys. 6a i b). W miejscach styku igieł dendrytu z osnową obserwowano masywne wydzielenia tantal (rys. 6c i d). Inicjacja, a następnie propagacja pęknięć pojawia się przede wszystkim na granicy pomiędzy igłami dendrytów a osnową (rys. 6e i f).



Rys. 6. Typowe struktury stopu NiAlCrTaMoZr po odkształceniu ϵ : a) 0,022, b) 0,093, c) 0,022, d) 0,093, e) 0,195, f) 0,284 w temperaturze 1023 K z prędkością $4,44 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$

Podobny mechanizm niszczenia próbek obserwowano w wieloskładnikowych stopach na osnowie fazy Ni_3Al , w których dodatkami stopowymi były takie metale, jak żelazo, chrom, tytan i mangan [7–13]. W stopach tych dendryty lub płytki odgrywały rolę elementu zbrojącego, natomiast osnowa podlegała w ograniczonym zakresie odkształceniu. Problem nadawania pożądanego kształtu tego rodzaju stopom posiada olbrzymie znaczenie, ponieważ w praktyce nie ma możliwości ich kształtowania techniką obróbki wiórowej (np. toczenie, wiercenie, struganie) ze względu na bardzo wysoką twardość.

Wnioski

1. Dodatek do fazy międzymetalicznej Ni_3Al takich pierwiastków, jak (% wag.): chrom (6,79), tantal (4,9), molibden (2,44) i cyrkon (0,96) umożliwia wytworzenie w procesie krystalizacji kierunkowej struktury dendrytycznej o zróżnicowanym w stosunku do osnowy składzie chemicznym igieł dendrytów. W igłach dendrytów lokalizują się drobne wydzielenia chromu i molibdenu, podczas gdy tantal tworzy wydzielenia masywne na granicach dendrytów z osnową. W pobliżu ramion dendrytów obserwuje się obszary wzbogacone w nikiel. Dodatki stopowe wpływały na znaczne podwyższenie właściwości mechanicznych, szczególnie w podwyższonych temperaturach.

2. Dotychczasowe wyniki badań stopów na osnowie fazy międzymetalicznej Ni_3Al z różnymi dodatkami, zdają się sugerować, że właściwości 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.

3. Technologia wytwarzania stopu wpływa na poziom anizotropii właściwości mechanicznych, w fazie międzymetalicznej Ni_3Al dodatek boru wydatnie obniża anizotropię plastyczną wlewków.

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] Wierziński S., Czeppe T., *Wysokotemperaturowe odkształcanie kierunkowo krystalizowanych stopów na osnowie fazy międzymetalicznej Ni_3Al* , Sympozjum Naukowe „Stopy na osnowie faz międzymetalicznych”, Warszawa, 19 październik 2000, s. 54–59
- [5] Czeppe T., Wierziński S., *Mikrostruktura i własności mechaniczne stopów $Ni-Al-Cu-B$ w zakresie fazy β* , Sympozjum Naukowe „Stopy na osnowie faz międzymetalicznych”, Warszawa, 19 październik 2000, s. 73–78
- [6] Czeppe T., Szczepanik S., *Journal of Materials Processing*, vol. 60, 1996, p. 123
- [7] Czeppe T., Wierziński S., *The Microstructure and Plasticity of $Ni-Al-Fe$ Alloys*, Metals and Materials, vol. 4, no 3, 1998, p. 287–294

- [8] Wierzbiński S., Czepe T., Faryna M., *Wysokotemperaturowe odkształcanie kierunkowo krystalizowanego stopu na osnowie związku międzymetalicznego Ni₃Al, XII Konferencja Sprawozdawcza Kom. Metal. PAN, Krynica 23–26.09.1998, s. 492–497*
- [9] Wierzbiński S., Lapin J., Czepe T., *High Temperature Deformation Behaviour of a Directionally Solidified Ni₃Al- Based Alloy, 7^e Colloquie Franco-Polonais „Heterogeneites de deformation”, Kraków–Mogilany 22–24.10.1998, Archives of Metallurgy, vol. 44, z. 2, 1999, p. 221–237*
- [10] Czepe T., Wierzbiński 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*
- [11] Czepe T., Wierzbiński S., *Structure and Mechanical Properties of NiAl and Ni₃Al-Based Alloys, Journal of Mechanical Sciences, vol. 42, 2000, p. 1499–1518*
- [12] Lapin J., Wierzbiński S., Palachova T., *Microstructural stability, hardness and compressive behaviour of directionally solidified intermetallic Ni₃Al-based alloy with gama/gama-beta structure, Intermetallics, vol. 7, no 6, 1999, p. 705–715*
- [13] Czepe T., Wierzbiński 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*

High-temperature deformation characteristics of alloy based on intermetallic compound Ni₃Al

Summary

The influence of boron additions on the formability of intermetallic compound Ni₃Al was investigated. The addition of such elements as (wt.%): chromium (6,79 %), tantalum (4,9%), molybdenum (2,44%) and zirconium (0,96%) on the formability of directionally solidified NiAlCrTaMoZr alloy, within a limited range of temperatures and strain rates, as well as directionality of mechanical properties were determined. The sequences of structural change in dendrites structure of this alloy were correlated with mechanical characteristics (σ - ε) obtained in compression tests.