PRACE INSTYTUTU ODLEWNICTWA
Tom LI Rok 2011 Zeszyt 2
DOI: 10.7356/iod.2011.7

WPŁYW OBRÓBKI CIEPLNEJ NA STRUKTURĘ STOPU TYPU INCONEL 740

EFFECT OF HEAT TREATMENT ON STRUCTURE OF THE INCONEL 740 TYPE ALLOY

Zenon Pirowski, Waldemar Uhl, Jacek Wodnicki, Andrzej Gwiżdż, Krzysztof Jaśkowiec

Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

Streszczenie

Wykonano stop niklu typu Inconel 740 w próżniowym piecu indukcyjnym średniej częstotliwości. W trakcie wytopu stosowano atmosferę gazu obojętnego (argon). Metal zalewano do formy ceramicznej z krzemianem etylu jako spoiwem. Modelami były wałki o średnicy 20 mm i długości 300 mm. Wykonane odlewy stanowiły materiał badawczy do oceny struktury w stanie odlanym i po obróbce cieplej oraz do oceny właściwości mechanicznych. Określono wpływ parametrów temperaturowo-czasowych procesu starzenia stopu typu Inconel 740 na proces jego umacniania wydzieleniowego i roztworowego.

Słowa kluczowe: *stopy niklu, obróbka cieplna, właściwości mechaniczne, struktura*

Abstract

The Inconel 740 type nickel alloy was melted in a vacuum, medium frequency induction furnace. During melting the inert gas (argon) atmosphere was used Metal was poured into a ceramic mould based on ethyl silicate. Models were 300 mm long rods of 20 mm diameter. Castings were used as a test material to evaluate the structure in as-cast state and after heat treatment and to determine the mechanical properties. The effect of time-temperature parameters of the aging process of an Inconel 740 type alloy on the process of the precipitation and solution hardening was investigated.

Keywords: *nickel alloys, heat treatment, mechanical properties, structure*

1. Nadstopy na osnowie niklu

W nadstopach na osnowie niklu występuje ponad dziesięć pierwiastków stopowych. Dodatkowo zawartość szkodliwych pierwiastków, takich jak: krzem, fosfor, siarka, tlen i azot musi być regulowana odpowiednią technologią wytapiania. Inne pierwiastki śladowe, takie jak: selen, bizmut, tellur, tal czy ołów muszą być ograniczone do bardzo niewielkiej zawartości (na poziomie tysięcznych, a nawet dziesięciotysięcznych części procenta), ponieważ niezwykle silnie pogarszają właściwości mechaniczne stopu.

Większość nadstopów na osnowie niklu zawiera 10−20% wag. chromu, do 8% wag. aluminium z tytanem, 5−15% wag. kobaltu i małą ilość boru, cyrkonu, magnezu i węgla. Innymi często stosowanymi dodatkami są: molibden, niob i wolfram, które spełniają podwójną rolę, tj. umacniają roztworowo i tworzą węgliki. Chrom i aluminium są konieczne, gdyż poprawiają stabilność powierzchni dzięki tworzeniu tlenków, odpowiednio Cr_2O_3 i Al_2O_3 [1].

Pierwiastki występujące w nadstopach niklu w zależności od pełnionej funkcji można podzielić na:

- rozpuszczające się w osnowie austenitycznej: Co, Fe, Cr, V, Mo, W;
- tworzące wydzielenia: Al, Ti, Nb, Ta, np. Ni_3Al, Ni_3Ti czy $Ni_3(Al,Ti)$;
- tworzące węgliki: Cr, Mo, W, V, Nb, Ti, Ta;
- segregujące do granic ziaren: Mg, B, C, Zr;
- tworzące tlenki zapobiegające korozji: Cr, Al;
- zwiększające odporność na wysokotemperaturowe utlenianie: La, Th.

W nadstopach na osnowie niklu mogą występować następujące fazy [1, 2]:

- osnowa γ, która jest fazą niemagnetyczną niklu o strukturze krystalicznej RSC (A1), z rozpuszczoną zwykle dużą ilością kobaltu, żelaza, chromu, molibdenu i wolframu; faza ta stanowi osnowę we wszystkich stopach niklu;
- γ' ($Ni_3(Al,Ti)$), która jest koherentną fazą z osnową γ; inne pierwiastki, a mianowicie Nb, Ta i Cr również występują w fazie γ'; faza ta jest konieczna do uzyskania wysokotemperaturowej wytrzymałości i odporności na pełzanie, a w niektórych stopach jej zawartość przekracza nawet 50%;
- γ'' (Ni_3Nb), którą tworzą nikiel i niob w obecności żelaza; ma ona strukturę krystaliczną tetragonalną przestrzennie centrowaną;
- węgliki tytanu, tantalu, hafnu i niobu (węgliki typu MC); podczas obróbki cieplnej i eksploatacji węgliki te mogą się rozpadać i wówczas na granicach ziaren tworzą się węgliki typu $M_{23}C_6$ i M_6C;
- borki o małej gęstości tworzą się, gdy bor segreguje do granic ziaren;
- fazy zwarte, o kształcie płytek lub igieł, np. σ, η i Lavesa, które pogarszają ciągliwość i odporność na pełzanie.

Osnowa nadstopów niklu (γ), jak wspomniano, krystalizująca w układzie A1 (RSC), jest roztworem stałym różnowęzłowych dodatków stopowych w niklu, umacniających ten roztwór w wyniku zniekształcenia sieci.

Wszystkie stopy na osnowie niklu umacniane są głównie wydzieleniami fazy (γ') koherentnie powiązanej z osnową. Posiada ona niezwykle korzystne właściwości, gdyż jej wytrzymałość wzrasta ze wzrostem temperatury, przy zachowaniu dobrej plastyczności, co zwiększa żarowytrzymałość stopu bez wzrostu skłonności do kruchości, w odróżnieniu od umacniania fazami o większej twardości, np. węglikami. Wpływ tej fazy na właściwości stopu zależy bardzo od wielkości i kształtu jej wydzieleń. Faza ta ma taką samą struktu-

rę krystaliczną jak osnowa, tj. RSC, jednak o nieco innym parametrze. Zawartość Al i Ti jest tak dobrana, aby w najmocniejszych stopach odlewniczych ilość fazy γ' przekraczała 50% objętości stopu.

Jeżeli stop jest prawidłowo obrobiony cieplnie, to faza γ' wydziela się w taki sposób, że orientacja krystaliczna osnowy i wydzieleń jest taka sama, a jeżeli różnice w parametrach struktury krystalicznej są małe, to fazy są koherentne. Gdy jednak parametry różnią się znacznie, wówczas fazy przestają być koherentne. Cząstki fazy γ' stanowią największe przeszkody dla ruchu dyslokacji, gdy γ' ma największe niedopasowanie, przy którym koherencja jest jeszcze zachowana. Niedopasowanie można regulować w ograniczonym zakresie przez zmianę składu osnowy, przez zmianę względnej zawartości aluminium i tytanu lub przez dodanie małych ilości innych pierwiastków. Faza γ' zawierająca dużo Ti jest mniej stabilna niż faza γ' zawierająca dużo Al. Ze względu na niewystarczającą stabilność faza z dużą ilością Ti może podczas długotrwałego przebywania stopu w wysokiej temperaturze przemienić się w fazę η (Ni_3Ti) o strukturze krystalicznej heksagonalnej zwartej. Faza η występuje zwykle w postaci płytek i nie wpływa tak korzystnie na pełzanie i ciągliwość stopu jak faza γ' [1, 2].

W stopach o małej części objętości fazy γ' cząstki są sferoidalne, natomiast w stopach o zwiększonej zawartości Al i Ti cząstki są sześcienne. Zmiana morfologii jest spowodowana niedopasowaniem struktury krystalicznej wydzielenia do struktury krystalicznej osnowy. Stwierdzono, że cząstki γ' są sferoidalne, jeżeli niedopasowanie nie jest większe niż 0,2%; stają się sześcienne dla niedopasowania 0,5−1% i płytkowe dla niedopasowania około 1,25%.

Typ i morfologia węglików zależą od składu stopu oraz zastosowanej obróbki cieplnej. Węgliki w nadstopach na osnowie niklu spełniają dwa zadania. Węgliki pierwotne MC, głównie TiC i NbC, wydzielające się w cieczy lub na początku krzepnięcia stopu są zarodkami ziaren osnowy i ograniczają rozrost ziaren podczas obróbki cieplnej. Węgliki wtórne typu $M_{23}C_6$, M_7C_3 i M_6C, wydzielające się głównie na granicach ziaren, w których głównym pierwiastkiem metalicznym jest chrom, mogą podczas obróbki cieplnej rozpuszczać się i wydzielać ponownie. Jeżeli węgliki tworzą ciągłą warstwę na granicach ziaren, to obniżają udarność i powodują zmniejszenie wytrzymałości na pełzanie, natomiast jeżeli tworzą izolowane cząstki globularne, to zwiększają wytrzymałość na pełzanie.

Większość nowoczesnych nadstopów o osnowie niklu zawiera małe ilości boru i cyrkonu, odpowiednio około 0,01 i 0,1%. Pierwiastki te wpływają na kształt cząstek węglików w granicach ziaren, co powoduje poprawę wytrzymałości na pełzanie i ciągliwości.

Pierwiastkami najbardziej zwiększającymi wytrzymałość i stabilność powierzchni są aluminium i tantal.

Pierwiastkami niepożądanymi w nadstopach są: ołów, bizmut, cynk i arsen, głównie dlatego, że zmniejszają ciągliwość podczas pełzania. Małe i ściśle regulowane zawartości magnezu lub metali ziem rzadkich przeciwdziałają kruchości spowodowanej siarką [1, 2].

Z uwagi na to, że postęp w zakresie napędów lotniczych, jak również urządzeń technologicznych dla potrzeb chemii i energetyki jest uzależniony w głównej mierze od rozwoju żarowytrzymałych i żaroodpornych stopów na osnowie niklu, kraje rozwinięte przeznaczają od kilkunastu lat na ten kierunek badań duże środki. W efekcie uzyskano znaczny postęp w tej dziedzinie. Wzrost wytrzymałości na pełzanie oraz temperatury eksploatacji omawianych stopów osiąga się przez:

- wykorzystanie rafinacji próżniowej w celu oczyszczenia granic ziaren z niskotopliwych wydzieleń, zmniejszenie porowatości i ilości wtrąceń niemetalicznych w stopie; wytapianie w próżni zapobiegające utlenianiu się pierwiastków, co umożliwia lepszą

regulację zawartości istotnych, a reaktywnych dodatków i zapobiega zwiększaniu się zawartości azotu w stopie podczas wytopu; zostaje zmniejszona zawartość pierwiastków szkodliwych; w rezultacie wytapiania w próżni uzyskuje się znaczne zwiększenie zawartości Al i Ti, co umożliwia zwiększenie udziału fazy γ' w stopie;
- zastosowanie krystalizacji kierunkowej w celu otrzymania w stopie ziaren równoległych do kierunku działania naprężeń;
- zastosowanie monokrystalizacji, czyli likwidacji granic ziaren;
- zastosowanie kierunkowego krzepnięcia stopów eutektycznych, przy którym zachodzi wydzielanie się jednej z faz eutektyki (węglików, azotków) w postaci włókien równoległych do kierunku działania naprężeń;
- umocnienie osnowy stopu dyspersyjnymi cząstkami związków (głównie tlenków) poprzez spiekanie niklu lub jego stopów z drobnymi cząstkami trwałych tlenków;
- umocnienie osnowy stopu drutem wolframowym lub molibdenowym.

Żarowytrzymałe i żaroodporne stopy niklu stosowane są w temperaturze do 1100°C, przy czym stopy odlewnicze mogą pracować w temperaturze wyższej o 100−150°C niż stopy przerabiane plastycznie. Zakres temperaturowy przeróbki plastycznej stopów o dużej zawartości Al i Ti jest jednak bardzo wąski i znajduje się tuż poniżej temperatury solidus.

Wśród nadstopów na osnowie niklu wyróżnia się nadstopy: obrabiane plastycznie, stosowane w stanie odlanym i stopy krystalizujące kierunkowo lub monokrystalicznie.

Temperatura pracy stopów odlewniczych jest o około 30°C wyższa niż temperatura pracy stopów przerabianych plastycznie. Jednokierunkowa krystalizacja podwyższa tę temperaturę o dalsze 30°C, natomiast monokryształy mogą być stosowane w jeszcze wyższej temperaturze.

Stopy odlewnicze zawierają więcej Al i Ti oraz mają dodatki Nb i Ta.

W stopach na łopatki monokrystaliczne nie są potrzebne pierwiastki stosowane w celu modyfikacji granic ziaren, tj. C, B, Zr i Hf, dlatego stopy te podczas obróbki cieplnej mogą być nagrzewane do wysokiej temperatury zapewniającej całkowite rozpuszczenie fazy γ' bez obawy nadtopień.

Oprócz przemysłu lotniczego, gdzie omawiane stopy znalazły głównie swoje zastosowanie, są one wykorzystane w przemyśle energetycznym i chemicznym do wyrobu części maszyn i urządzeń pracujących w najcięższych warunkach (turbiny, przegrzewacze pary, rurociągi transportujące, ruchome taśmy pieców tunelowych itd.).

2. Obróbka cieplna polikrystalicznych stopów niklu

Typowy rodzaj obróbki cieplnej, której poddaje się żarowytrzymałe i żaroodporne stopy na osnowie niklu, to utwardzanie wydzieleniowe. Polega ono na przesycaniu stopów niklu poprzez wygrzewanie w temperaturze 1040−1230°C i chłodzeniu w powietrzu oraz starzeniu w temperaturze 700−1000°C, zazwyczaj w czasie 8−16 godzin i chłodzeniu w powietrzu.

Przesycanie powoduje rozpuszczenie się części węglików i faz międzymetalicznych w osnowie. Z kolei w procesie starzenia powstają dyspersyjne wydzielenia wyżej opisanej fazy koherentnej γ' i węglików równomiernie rozmieszczone w osnowie.

Wygrzewanie prowadzi się w atmosferze obojętnej lub niekiedy w próżni. Celem utwardzania wydzieleniowego jest otrzymanie struktury, w której wielkość, kształt i sposób rozmieszczenia faz umacniających stop zapewni optymalne właściwości mechaniczne i maksymalnie stabilną strukturę w temperaturze eksploatacji.

Odlewnicze stopy niklu opracowane w latach 80. zeszłego wieku zawierają dodatki tantalu i hafnu, które nie występowały w stopach przerabianych plastycznie. Ich dodatki wpływają na strukturę (tworzenie węglików), lecz ich wpływ na temperaturę przesycania oraz morfologię fazy γ' jest niewielki. Wpływ obróbki cieplnej przedstawiony zostanie na przykładzie dwóch klasycznych stopów: *Rene 77 (Udimet 700)* oraz *Inconel 738* [3].

Stop *Rene 77* zawiera (% wag.): 52% Ni, 15% Cr, 15% Co, 4% Mo, do 0,5% Fe, 4,2% Al, 3,5% Ti oraz do 0,02% B; można obrabiać w dwóch następujących wariantach:

a) przesycanie w temperaturze 1160°C przez 2 h, chłodzenie z piecem do temperatury 1085°C, chłodzenie w powietrzu do temperatury pokojowej, następnie starzenie w temperaturze 760°C przez 16 h, chłodzenie w powietrzu;
b) wieloetapowy cykl składający się z następujących operacji:

- 1160°C/4 h, chłodzenie w powietrzu;
- 1085°C/4 h, chłodzenie w powietrzu;
- 925°C/24 h, chłodzenie w powietrzu;
- 760°C/16 h, chłodzenie w powietrzu.

Właściwości stopu otrzymywane w wariancie „b" są wyższe niż w wariancie „a". W obu przypadkach faza γ' rozpuszcza się w 1140°C, lecz początek wydzielania ma miejsce w temperaturze 1100°C.

Wolne chłodzenie w wariancie „a" powoduje tworzenie małej ilości dużych wydzieleń γ' zarodkujących powyżej 1085°C. Znaczna ilość drobnych wydzieleń γ' powstaje podczas 16-godzinnej obróbki w temperaturze 760°C. Obróbka ta daje doskonałą plastyczność, lecz nie najwyższą wytrzymałość na pełzanie.

Obróbka według wariantu „b" (szybkie chłodzenie z temperatury przesycania) daje możliwość tworzenia dużej ilości cząstek fazy γ' wzrastającej wolno, jednak w czasie 4 godzin wytrzymania w temperaturze 1085°C wydzielenia fazy γ' wzrastają, przez co powstaje pewna ilość średnich i dużych wydzieleń. Proces wydzielania γ' zachodzi głównie w temperaturze 925 oraz 760°C [3].

Stop *Inconel 738* zawiera (% wag.): 61% Ni, 16% Cr, 8,5% Co, 1,75% Mo, 2,6% W, do 0,5% Fe, 3,4% Al, 3,4% Ti, 0,9% Nb, 1,75% Ta. Stosuje się następującą obróbkę cieplną tego stopu:

- przesycanie: 1125°C/2 h, chłodzenie w powietrzu;
- starzenie: 840°C/24 h, chłodzenie w powietrzu.

Obróbka ta nie powoduje rozpuszczania fazy γ'. Oprócz dużych, nieregularnych wydzieleń, występują również drobne wydzielenia tej fazy powstające w temperaturze 840°C.

Starzenie w temperaturze 1055°C powoduje tworzenie drobnych wydzieleń fazy γ' o regularnym kształcie. Stosując temperaturę starzenie 925°C, uzyskuje się równomierne wydzielenia fazy γ'. Dla tego stopu jednak optymalne właściwości otrzymuje się w procesie obróbki cieplnej prowadzonej odpowiednio w temperaturze 1125 oraz 840°C [3].

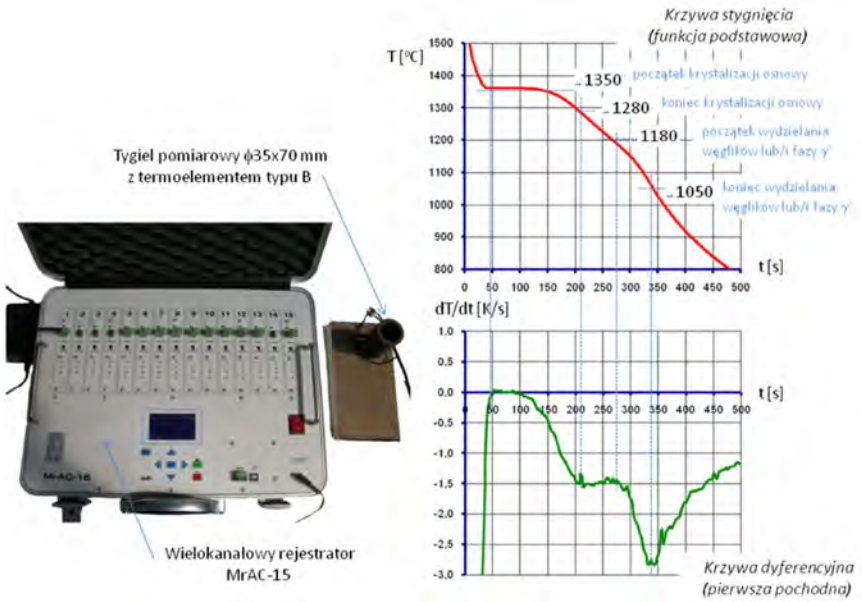
3. Zaplanowany zakres prób i badań

Badaniom poddano stop typu *Inconel 740*. Wytop przeprowadzono w piecu próżniowym Kopp, w tyglu o pojemności 40 kg i wyłożeniu obojętnym. Stosowano atmosferę gazu obojętnego (argon). Metal zalewano do formy ceramicznej z krzemianem etylu jako spoiwem. Modelami były wałki o średnicy 20 mm i długości 300 mm.

Przebieg wytopu był następujący:

- do zimnego tygla załadowano nikiel, chrom, kobalt oraz molibden,
- do komory form wstawiono pojemnik z formą ceramiczną,
- wsad grzano w atmosferze powietrza,
- po roztopieniu dodano żelazoniob, mangan oraz wapniokrzem,
- włączono pompy próżniowe – próżnia rzędu 10^{-2} mbar,
- naprowadzono atmosferę argonową,
- kąpiel doprowadzono do temperatury 1600°C,
- dodano cyrkon, tytan oraz aluminium,
- pobrano próbkę do badania składu chemicznego stopu,
- formę zalano w komorze topienia bezpośrednio z pieca.

Wyniki analizy termicznej krzepnącego stopu typu *Inconel 740* zamieszczono na rysunku 1. Były one pomocne przy doborze parametrów obróbki cieplnej.



Rys. 1. Urządzenie pomiarowe oraz wybrane wyniki analizy termicznej krzepnącego stopu typu Inconel 740

Fig. 1. Measuring device and selected results of thermal analysis of the solidifying Inconel 740 type alloy

4. Obróbka cieplna

Z odlanych wlewków stopu typu *Inconel 740* wycięto próbki w celu przeprowadzenia na nich obróbki cieplnej.

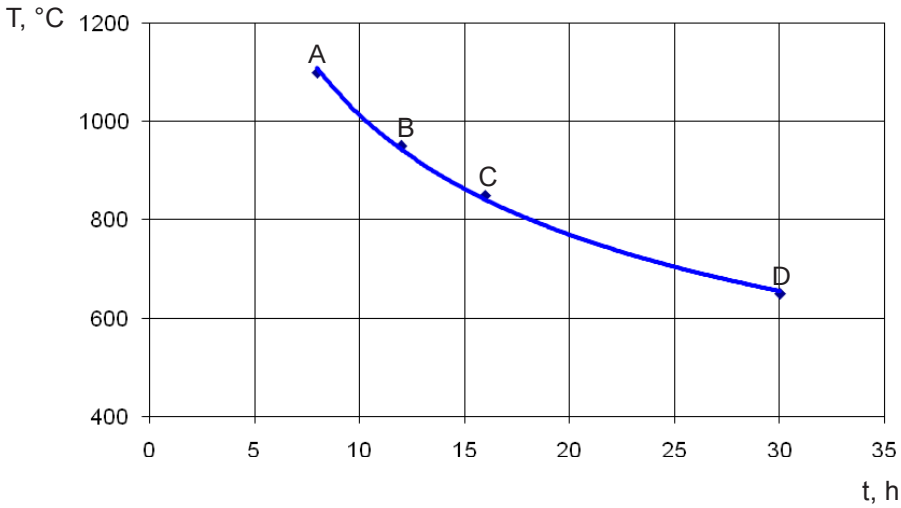
Próbkę oznaczoną symbolem „L" pozostawiono w stanie odlanym, pozostałe 5 próbek poddano operacji przesycania w piecu sylitowym typu KS 400/10. Parametry przesycania dla wszystkich próbek były jednakowe: nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 1200°C/3 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu. Z próbek stopu poddanych przesycaniu oddzielono jedną próbkę i oznaczono ją symbolem „P".

Pozostałe 4 próbki oznaczone odpowiednio „A", „B", „C" i „D" poddano różnym wariantom operacji starzenia.

Operacje starzenia przeprowadzono w piecu retortowym typu Multitherm N 41/M w atmosferze argonu. Parametry zabiegu starzenia były następujące:

- wariant „A": nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 1100°C/8 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu,
- wariant „B": nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 950°C/12 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu,
- wariant „C": nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 850°C/16 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu,
- wariant „D": nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 650°C/30 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu.

Czas i temperatura procesu starzenia były tak dobierane, aby zachować ciągłość zmian tych parametrów. Przedstawiono to na rysunku 2.



Rys. 2. Parametry starzenia próbek „A", „B", „C" i „D"

Fig. 2. Parameters of the aging process of „A", „B", „C" and „D" samples

Tak obrobione cieplnie próbki poddano badaniom twardości twardościomierzem Wolpert DJA metodą Brinella – HBS 2,5/187,5/15.

Po wykonaniu pomiarów twardości i analizie wyników, próbkę „L" poddano odprężaniu: nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 500°C/1 h, powolne studzenie z piecem do temperatury otoczenia (oznaczenie „L_{500}") w piecu retortowym typu Multitherm N 41/M w atmosferze argonu. Po wykonaniu pomiaru twardości na tej próbce powtórzono proces odprężania, stosując temperaturę 700°C/1 h (oznaczenie „L_{700}").

Wykonano również dodatkowe warianty obróbki cieplnej próbek „C" i „P" w piecu retortowym typu Multitherm N 41/M w atmosferze argonu:

- wariant „E": nagrzewanie z piecem próbki „C", wytrzymanie w temperaturze 850°C/16 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu (oznaczenie „CE"),
- wariant „F": nagrzewanie z piecem próbki „P", wytrzymanie w temperaturze 850°C/32 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu (oznaczenie „PF").

Uzyskane wyniki pomiarów twardości poszczególnych próbek zestawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Wyniki pomiarów twardości poszczególnych próbek

Table 1. The results of hardness measurements taken on individual samples

Oznaczenie próbki	Twardość HBS 2,5/187,5/15			
	Pojedynczy pomiar			Wartość średnia
L	249	246	239	245
L_{500}	249	252	257	253
L_{700}	266	263	269	266
P	184	180	184	183
A	184	179	182	182
B	189	193	182	188
C	295	278	272	282
D	272	282	260	271
CE	260	260	260	260
PF	275	266	269	270

5. Badania metalograficzne

Próbki oznaczone odpowiednio symbolami: „L", „P", „A", „B", „C", „D", a następnie „CE" i „PF" oraz „L_{700}" poddano badaniom metalograficznym.

Obserwacje mikroskopowe i zdjęcia zostały wykonane w Zespole Akredytowanych Laboratoriów Badawczych Instytutu Odlewnictwa za pomocą mikroskopu metalograficznego AXIO OBSERVER ZIM na zgładach metalograficznych, przygotowanych zgodnie z instrukcją nr TBM/001. Do ujawnienie mikrostruktury zastosowano odczynnik BWII do trawienia selektywnego według [4], który barwi austenit (ujawniając mikrosegregację)

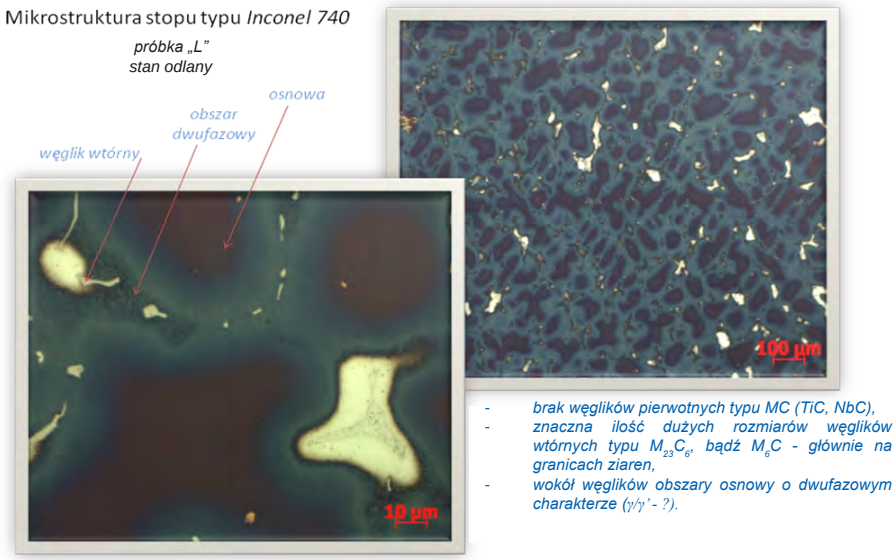
oraz fazę γ' (na niebiesko). Nie barwi węglików. Wybrane obrazy mikrostruktury zamieszczono na rysunkach 3–11.

Przeprowadzono również pomiary mikrotwardości osnowy. Wykonano je za pomocą mikrotwardościomierza Hanemanna, zamontowanego na mikroskopie optycznym Neophot 2. Każdorazowo wykonywano 3–5 pomiarów przekątnej odcisku, zwiększając ich ilość w przypadku znacznego rozrzutu wyników. Wyniki tych pomiarów zamieszczono w tabeli 2.

Tabela 2. Wyniki pomiarów mikrotwardości

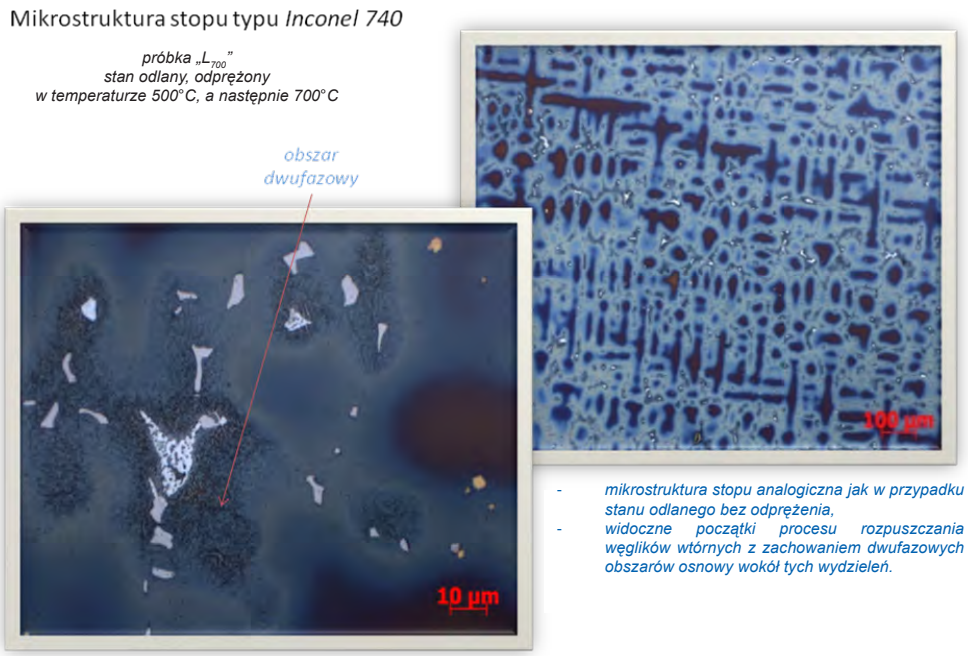
Table 2. The results of microhardness measurements

Oznaczenie próbki	Mikrotwardość HV0,5
L	320
L_{700}	330
P	304
A	308
B	243
C	345
D	418
CE	360
PF	308



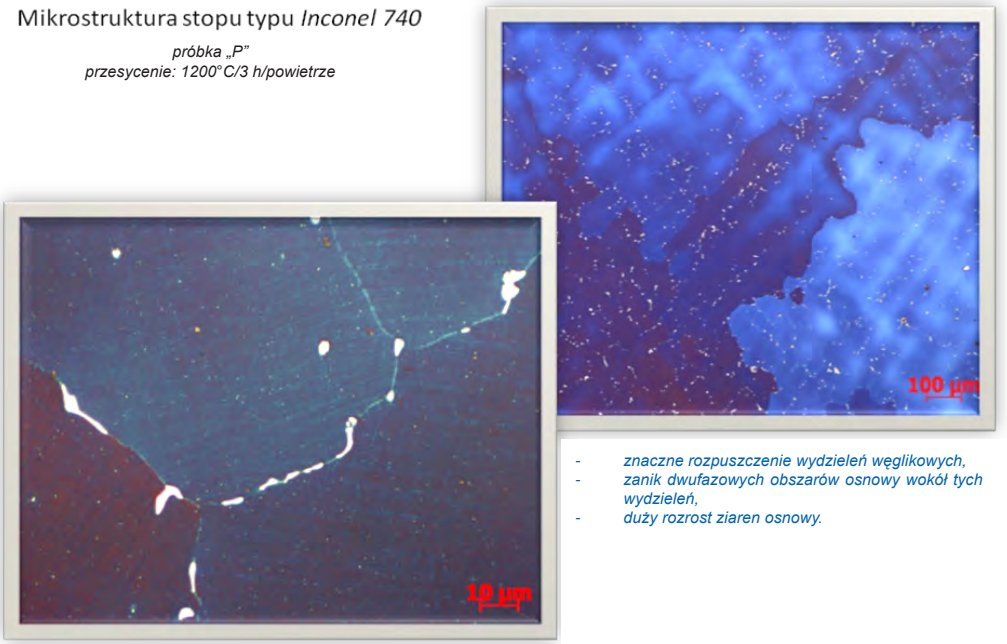
Rys. 3. Mikrostruktura próbki „L”

Fig. 3. Microstructure of sample „L”



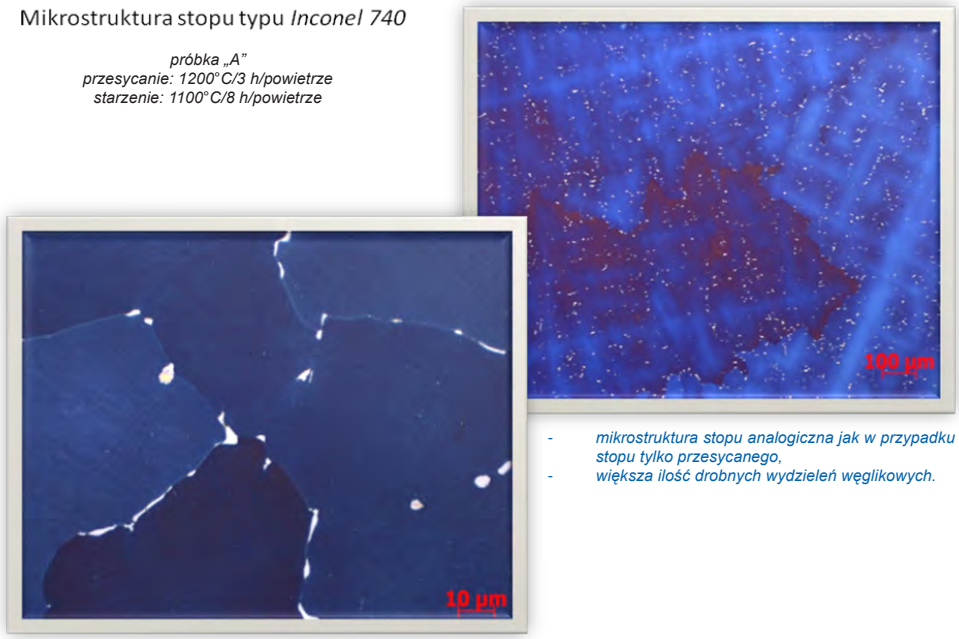
Rys. 4. Mikrostruktura próbki „L_{700}”

Fig. 4. Microstructure of sample „L_{700}”



Rys. 5. Mikrostruktura próbki „P”

Fig. 5. Microstructure of sample „P”

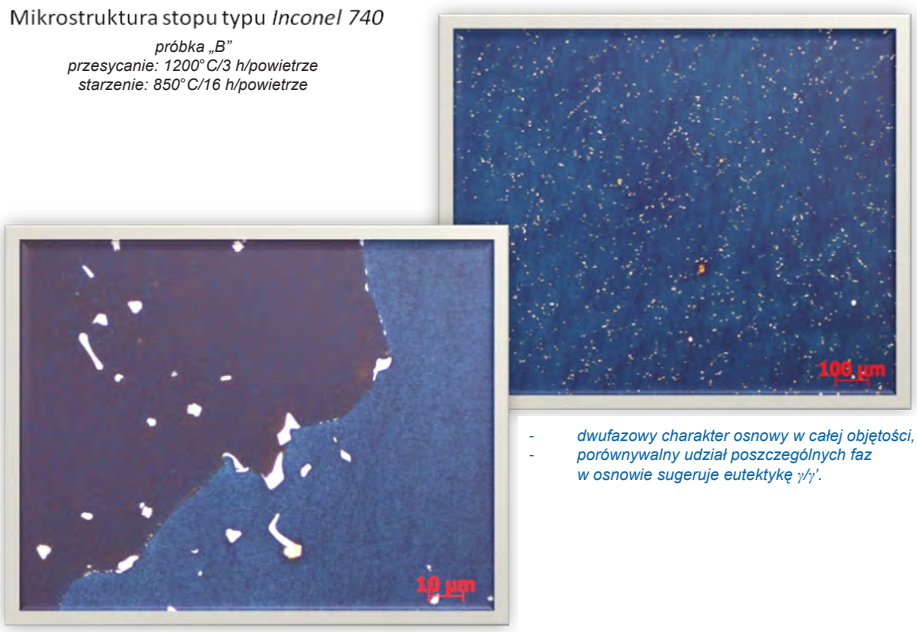


Rys. 6. Mikrostruktura próbki „A”

Fig. 6. Microstructure of sample „A”

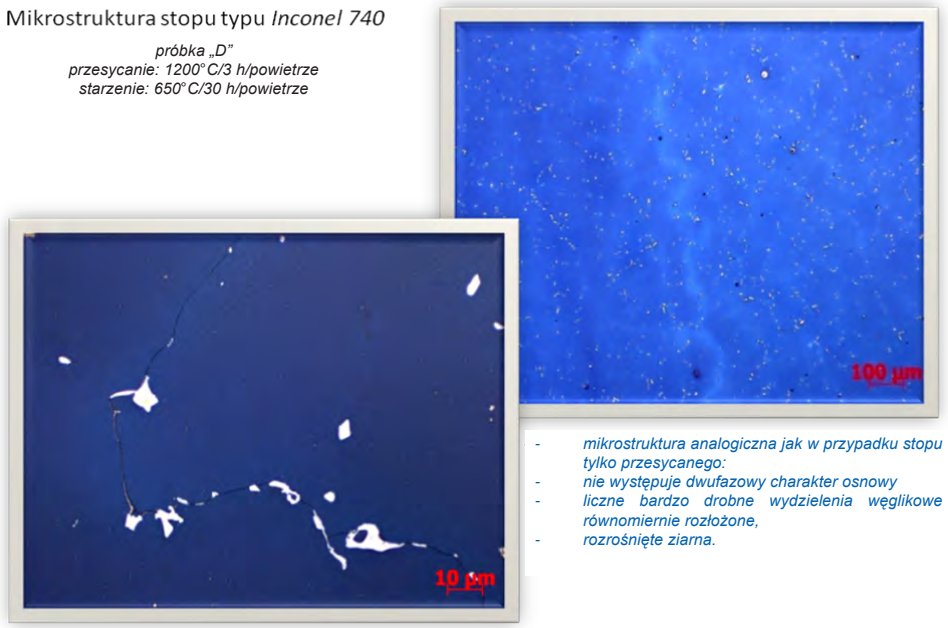
Rys. 7. Mikrostruktura próbki „B”

Fig. 7. Microstructure of sample „B”



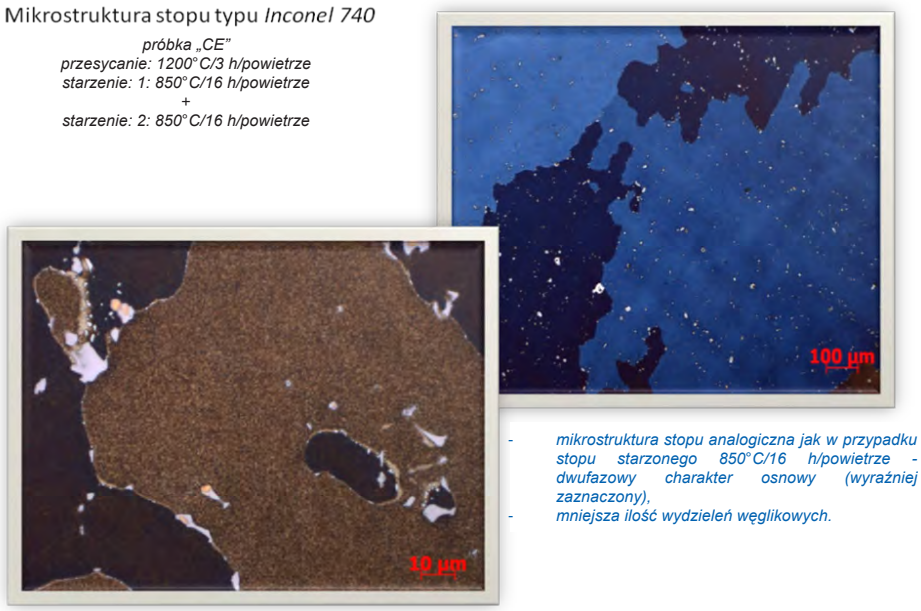
Rys. 8. Mikrostruktura próbki „C"

Fig. 8. Microstructure of sample „C"



Rys. 9. Mikrostruktura próbki „D

Fig. 9. Microstructure of sample „D"



Rys. 10. Mikrostruktura próbki „CE”

Fig. 10. Microstructure of sample „CE”

Rys. 11. Mikrostruktura próbki „PF”

Fig. 11. Microstructure of sample „PF”

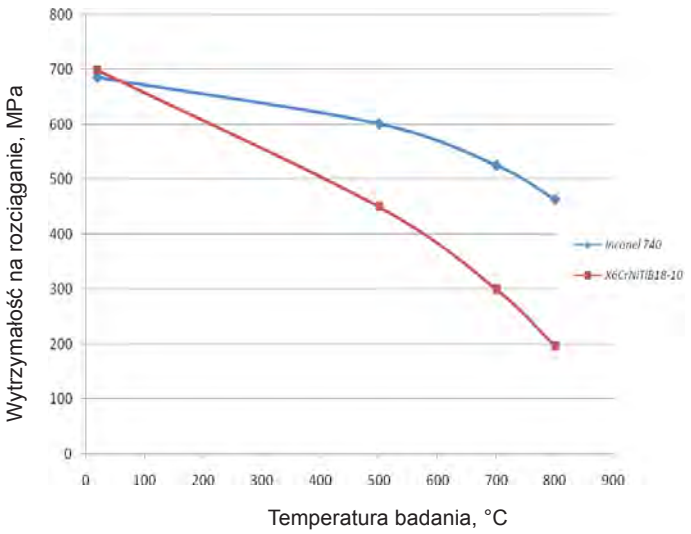
6. Pomiary wytrzymałości na rozciąganie

Po ocenie struktury i analizie wyników pomiarów twardości zdecydowano, że materiał do pomiaru wytrzymałości na rozciąganie zostanie poddany przesycaniu w piecu sylitowym typu KS 400/10. Parametry przesycania: nagrzewanie z piecem, wytrzymanie w temperaturze 1200°C/3 h, konwekcyjne chłodzenie w spokojnym powietrzu. Następnie próbki poddane zostaną operacji starzenia w piecu retortowym typu Multitherm N 41/M w atmosferze argonu według opisanego wcześniej wariantu „C". Pomiarów dokonano zgodnie ze znormalizowaną statyczną próbą rozciągania [5, 6]. Badania prowadzono w temperaturze pokojowej (20°C) oraz w temperaturze podwyższonej (500°C, 700°C i 800°C). Badaniom tym poddano zarówno stop typu Inconel 740, jak też w celach porównawczych walcowaną stal żarowytrzymałą X6CrNiTiB18-10. Uzyskane wyniki zestawiono w tabeli 3, a graficznie przedstawiono na rysunku 12.

Tabela 3. Wyniki pomiarów wytrzymałości

Table 3. The results of mechanical tests

Temperatura badania T, °C	Wytrzymałość na rozciąganie R_m, MPa	
	Inconel 740	X6CrNiTiB18-10
20	686	699
500	601	450
700	525	300
800	463	197



Rys. 12. Porównanie wytrzymałości stopu typu Inconel 740 i stali żarowytrzymałej gatunku X6CrNiTiB18-10 w zależności od temperatury badania

Fig. 12. Strength comparison for the Inconel 740 type alloy and creep-resistant X6CrNiTiB18-10 steel in function of the test temperature

7. Analiza wyników i wnioski

Przeprowadzone operacje cieplne (przesycanie i starzenie) wykazały istotny wpływ na strukturę badanego stopu typu Inconel 740 oraz na jego twardość i mikrotwardość osnowy austenitycznej.

W stanie odlanym (próbka „L" – rys. 3) nie zaobserwowano wydzieleń węglików pierwotnych typu MC (TiC, NbC). Stwierdzono natomiast znaczną ilość dużych rozmiarów węglików wtórnych (typu $M_{23}C_6$, M_7C_3 bądź M_6C), które wydzieliły się głównie na granicach ziaren. Wokół nich osnowa ma charakter dwufazowy. Przypuszcza się, że mogą to być obszary, w których wydzieliła się znaczna ilość koherentnej z austenitem fazy γ'. Może o tym świadczyć też wykonana analiza termiczna (rys. 1). W zakresie temperatury około 1050°C zaobserwowano bowiem nieznaczny efekt cieplny wynikający być może z krystalizacji tej fazy. Odprężanie próbki ze stanu odlanego w temperaturze 500 i 700°C nie spowodowało spodziewanego obniżenia twardości, a wręcz przeciwnie zaobserwowano niewielki jej wzrost (próbki „L_{500}" i „L_{700}" – tab. 1) wynikający prawdopodobnie z rozpoczęcia już w tych warunkach procesu rozpuszczania wtórnych wydzieleń węglikowych oraz ze względu na krótki czas i mały współczynnik dyfuzji – lokalne przesycenie umacniające roztworowo osnowę, której mikrotwardość również nieznacznie wzrosła (próbka „L_{700}" – tab. 2).

Przesycanie (próbka „P" – rys. 5) spowodowało znaczne rozpuszczenie wydzieleń węglikowych i zanik dwufazowych obszarów osnowy. Duży rozrost ziaren potwierdza brak wydzieleń węglików pierwotnych w strukturze wyjściowej. Węgliki te, rozpoczynając krzepnięcie stopu, są zarodkami ziaren osnowy i ograniczają ich rozrost także w trakcie obróbki cieplnej. Rozpuszczenie węglików wtórnych spowodowało znaczne zmniejszenie twardości stopu. Duży współczynnik dyfuzji w wysokiej temperaturze przesycania (1200°C) umożliwił ujednorodnienie chemiczne osnowy, co ograniczyło utwardzenie roztworowe, stąd zaobserwowany niewielki spadek jej mikrotwardości (próbka „P" – tab. 2).

Starzenie stopu tak w temperaturze 1100°C, jak i 950°C (próbki „A" i „B" – rys. 6 i 7), nie wpłynęło w zauważalny sposób na jego mikrostrukturę. Można wnioskować, że w obu przypadkach temperatura była na tyle wysoka, że duża rozpuszczalność dodatków stopowych w tych warunkach nie prowadziła do zintensyfikowania procesów wydzieleniowych. Potwierdzają to pomiary twardości (tab. 1). Zarówno próbka „P" (tylko przesycana), jak też próbki starzone w temperaturze 1100°C (próbka „A") i 950°C (próbka „B") wykazują analogiczną twardość (182–188 HB). Mikrotwardość osnowy w próbkach „P" i „A" jest również podobna (odpowiednio 304 HV i 308 HV). Mniejsza mikrotwardość osnowy w próbce „B" (243 HV) może wynikać ze stosunkowo długiego czasu starzenia (12 h), w wyniku którego, przy jeszcze wysokiej temperaturze tego procesu, nastąpiło dalsze ujednorodnienie chemiczne stopu obniżające naprężenia strukturalne. Świadczą o tym też zdjęcia metalograficzne wykonane techniką kolorowego trawienia (rys. 5–7). W próbce „B" nie ma tak znacznych różnic w kolorze osnowy, jak w próbkach „P" i „A", które wynikają z segregacji składników stopowych. W próbce „B" można ponadto odnaleźć pojedyncze drobne węgliki wewnątrz ziaren austenitu, które wydzielając się w trakcie starzenia zubożają osnowę z dodatków stopowych, co również ogranicza naprężenia strukturalne (umocnienie roztworowe).

W przypadku starzenia próbki „C" w temperaturze 850°C w istotny sposób zmieniła się mikrostruktura osnowy (rys. 8). Wykazuje ona w całej swej objętości charakter dwufazowy zbliżony do lokalnych obszarów występujących w stopie w stanie odlanym

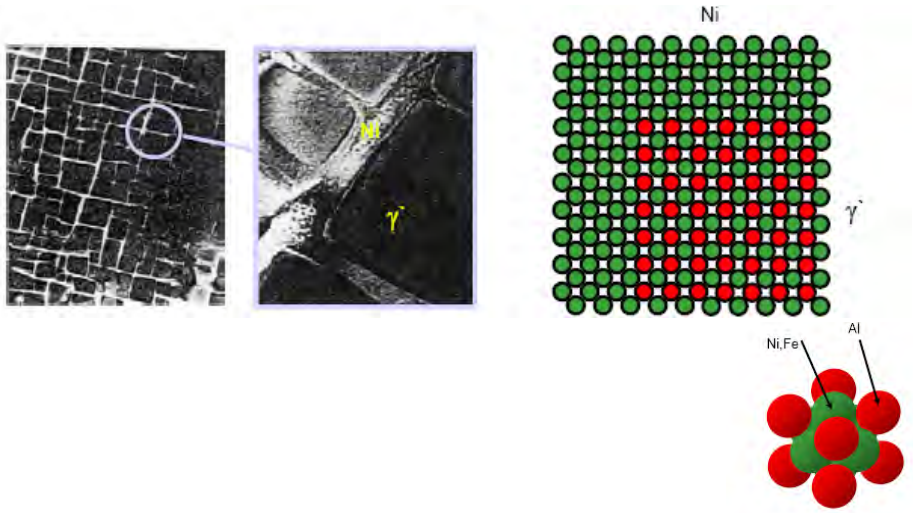
(próbka „L"), przy większym stopniu rozdrobnienia faz tworzących tę strukturę. Udział objętościowy poszczególnych faz jest porównywalny. Przypuszczalnie jest to eutektyka γ/γ'. To umocnienie osnowy koherentną fazą γ' spowodowało wzrost jej mikrotwardości do 345 HV i twardości całego stopu do 282 HB. Podobny charakter wykazuje mikrostruktura próbek „CE" i „PF" (rys. 10, 11) starzonych również w temperaturze 850°C, ale przez dwukrotnie dłuższy czas w sposób ciągły (próbka „PF") lub dwuetapowy (próbka „CE"). Ich twardość jest nieco mniejsza niż próbki „C". Spowodowane to może być faktem, że przy zdecydowanie dłuższym czasie starzenia w większym zakresie nastąpił proces rozpuszczania węglików wtórnych, zmniejszając tym samym twardość stopu. Różne wartości mikrotwardości osnowy próbek „C", „CE" i „PF" wynikać mogą z różnego udziału objętościowego faz γ i γ' w osnowie.

W próbce „D" starzonej w temperaturze 650°C, mimo zastosowania długiego czasu tego zabiegu (30 h), nie zaobserwowano wydzieleń osnowy o charakterze dwufazowym (rys. 9). Temperatura 650°C jest więc zbyt niska, aby faza γ' mogła intensywnie zarodkować i wzrastać. Twardość próbki „D" (271 HB) jest nieco mniejsza niż próbki „C" (282 HB) ze względu na brak fazy γ', ale głównie z powodu mniejszej ilości dyspersyjnych wydzieleń węglikowych. Zastanawiająca jest natomiast największa ze zmierzonych w badanych próbkach (tab. 2) mikrotwardość osnowy (418 HV). Przyczynę tego faktu można upatrywać w tym, że nastąpił tu znaczny wzrost naprężeń wewnętrznych fazy γ wynikający ze skłonności do wydzielania z niej koherentnej fazy γ'. Prawdopodobnie w temperaturze 650°C energia swobodna stopu jest mniejsza niż potrzebna do zarodkowania i wzrostu tej fazy, a współczynniki dyfuzji są zbyt małe, aby proces ten mógł efektywnie przebiegać. Stosując pewną analogię, możemy tu mieć do czynienia z czymś w rodzaju „skurczów porodowych", a ewentualne wydzielenia fazy γ' są zbyt małe (wielkości kilku nm), aby mogły być obserwowane techniką mikroskopii optycznej.

W celu potwierdzania opisanych hipotez przewiduje się przeprowadzenie dalszych badań przy wykorzystaniu specjalistycznej aparatury metaloznawczej.

Podsumowując wyniki powyższych badań, stwierdzono, że największe umocnienie, a więc wzrost twardości stopu – uzyskano, stosując przesycanie w temperaturze 1200°C przez 3 h, a następnie starzenie w temperaturze 850°C przez 16 h (wariant „C" zastosowanej obróbki cieplnej). Dlatego do oceny właściwości wytrzymałościowych (R_m) badanego stopu typu Inconel 740 wykonane próbki wytrzymałościowe obrabiano cieplnie według tego wariantu. Uzyskane w różnej temperaturze (20, 500, 700 i 800°C) wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie wykazały (rys. 12), że odlewany nadstop niklu typu Inconel 740 jest znacznie bardziej wytrzymały niż walcowana stal żarowytrzymała gatunku X6CrNiTiB18-10. W temperaturze 800°C stop wykazał wytrzymałość R_m ponad 460 MPa, natomiast porównywalna stal żarowytrzymała – poniżej 200 MPa. Tak więc stosowanie w wysokiej temperaturze odlewów z nadstopów niklu w miejsce konstrukcji stalowych może w znacznym stopniu ograniczyć masę poszczególnych elementów.

Nadstopy niklu są klasycznym przykładem umacniania osnowy dyspersyjnymi cząstkami drugiej fazy. Kluczowym składnikiem ich struktury jest, jak opisano wcześniej, koherentna faza γ' $(Ni, Fe)_3Al$). We współczesnym superstopie może być 60−85% objętościowych tej fazy. Nikiel jest tu swoistym spoiwem łączącym wydzielenia fazy γ' (rys. 13).



Rys. 13. Wydzielenia koherentnej fazy γ' w nadstopach niklu [7]

Fig. 13. Precipitates of the coherent γ' phase in nickel superalloys [7]

Jednym z głównych zagadnień badawczych nad tymi stopami jest dobór parametrów ich obróbki cieplnej w celu uzyskania maksymalnej ilości fazy γ' o odpowiedniej morfologii wydzieleń. Wytrzymałość tej fazy rośnie wraz z temperaturą. Z punktu widzenia żarowytrzymałości stopu najbardziej korzystne są dyspersyjne wydzielenia sześcienne, a mniej korzystne sferoidalne. Najmniej pożądane z tego punktu widzenia są duże wydzielenia płytkowe. Na tę morfologię, oprócz składu chemicznego, najistotniejszy wpływ ma rodzaj i parametry stosowanej obróbki cieplnej.

Podziękowanie

Praca została wykonana pod nadzorem pana prof. zw. dr hab. inż. Jerzego J. Sobczaka w ramach szerszej współpracy z panem Robertem M. Purgertem (Energy Industries of Ohio, Cleveland, USA) i zespołem badawczym pani prof. nadzw. dr hab. inż. Natalii Sobczak.

Prezentowana publikacja stanowi część prac realizowanych w ramach projektu A-USC Nickel, pt.: „Określenie wpływu procesu technologicznego na jakość odlewów z nadstopów niklu dla potrzeb energetyki, chemii i motoryzacji". Przedsięwzięcie to dotyczy udziału Instytutu Odlewnictwa, na zaproszenie strony amerykańskiej, w realizacji projektu: „Advanced – Ultra Super Critical – Nickel".

Literatura

1. Blicharski M.: Inżynieria materiałowa – stal, WNT, Warszawa, 2004.
2. Hernas A.: Żarowytrzymałość stali i stopów, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 1999.
3. Swadźba L., Śnieżek M. i in.: Żarowytrzymałe stopy, obróbka cieplna oraz powłoki ochronne stosowane na elementy turbin gazowych, SECO/WARWICK, VII Seminarium Szkoleniowe „Nowoczesne trendy w obróbce cieplnej", Świebodzin, 2003.
4. Weck E., Leistner E.: Metallographic instructions for color etching by immersion. Part III: Non-ferrous metals, nickel-base and cobalt base alloys, Deutscher Overflag für Schweisstechnik, Düsseldorf, 1986, Vol. 77/III.
5. PN-EN 10002-1:2004.
6. PN-EN 10002-5:1998.
7. Umocnienie metali przez cząstki drugiej fazy, Informacje internetowe: www.immt.wroc.pl.