

Meccanismi di addolcimento ed incrudimento dovuti allo sviluppo di raft in una superlega monocristallina a base di nichel

M. Maldini, G. Angella, V. Lupinc

Le curve di creep di superleghe a base nichel monocristalline rinforzate dalla precipitazione della fase γ' sono spesso dominate dallo stadio accelerante/terziario dovuto all'accumulazione di un danno interno non direttamente relazionato a meccanismi di frattura, ma piuttosto a una variazione della densità e/o mobilità delle dislocazioni mobili che può essere correlata con la deformazione da creep accumulata.

Un'attenta esamina dello stadio accelerante ottenuto sulla superlega SMP14 mostra differenti regimi di accumulazione della deformazione in funzione dalla sollecitazione e temperatura applicate. Tale comportamento sperimentale può essere razionalizzato dall'evoluzione, durante il creep, della morfologia della fase rinforzante γ' .

Parole chiave:

superleghe, creep, prove meccaniche, microscopia elettronica

INTRODUZIONE

Per sforzi e temperature rilevanti per l'esercizio, le curve di creep di superleghe a base nichel rinforzate dalla precipitazione della fase indurente γ' sono caratterizzate da uno stadio decelerante/primario che si esaurisce in genere in breve tempo e dopo aver accumulato una deformazione spesso trascurabile. Tale stadio è seguito direttamente da uno stadio accelerante/terziario che invece domina la curva di creep. In genere non è presente lo stadio stazionario, caratterizzato da una velocità di deformazione costante.

Lo stadio di creep accelerante può essere descritto da una relazione lineare fra la velocità di deformazione e la deformazione stessa [1, 2]:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^0(1 + C\epsilon) \quad (1)$$

dove $\dot{\epsilon}$ ed ϵ corrispondono, rispettivamente, alla velocità di deformazione istantanea ed alla deformazione, C è un parametro ed $\dot{\epsilon}^0$ rappresenta la velocità di deformazione estrapolata ad $\epsilon=0$, il cui valore in genere è simile alla velocità minima di creep. La relazione (1) è stata giustificata in [3] partendo dalla classica relazione di Orowan che lega la velocità di deformazione con la densità delle dislocazioni mobili, ρ , e la loro velocità, v :

$$\dot{\epsilon} = M^{-1}b\rho v \quad (2)$$

con b vettore di Burgers ed M fattore di Taylor. Supponendo la densità delle dislocazioni mobili cresca linearmente con la deformazione, dal basso valore iniziale, ρ^0 :

$$\rho = \rho^0 + \delta\epsilon \quad (3)$$

dove δ è un parametro, si ottiene direttamente la relazione (1). Per sollecitazioni d'interesse ingegneristico, si assume in genere che la velocità media delle dislocazioni si mantenga pressoché costante durante la prova di creep, a parte una rapida diminu-

zione iniziale che produce il piccolo stadio primario/decelerante che contraddistingue queste leghe.

Nelle superleghe caratterizzate da un'elevata frazione volumetrica di fase γ' , l'accrescimento delle particelle è stato considerato produrre solo un effetto di secondo ordine sulle curve di creep, essenzialmente perché i meccanismi di deformazione che dipendono fortemente dalla misura delle particelle, possono essere attivati solo ad alti sforzi, in prove di corta durata, quando le particelle non hanno tempo di crescere sensibilmente. Nelle prove a basso sforzo, e quindi di lunga durata, le particelle possono crescere sensibilmente, ma sono attivi solo meccanismi che dipendono poco dalla misura delle particelle. Questo è stato chiaramente evidenziato da Tipler e Peck che hanno dimostrato che un invecchiamento della superlega IN738LC produce una netta riduzione della vita a creep per prove eseguite ad alti sforzi, ma non ha in pratica effetto in prove di creep a sforzi più vicini a quelli che si riscontrano in componenti in esercizio [4]. La poca importanza dell'instabilità delle particelle rinforzanti sulla forma delle curve di creep è stata data per scontata anche per le moderne superleghe di nichel, disegnate per componenti monocristallini, le quali mostrano un genere d'instabilità microstrutturale che è presente in modo limitato in superleghe di nichel fuse in modo convenzionale. In particolare, le superleghe a base di nichel con un'elevata frazione di fase indurente γ' , se provate a creep a temperature $\geq 850^\circ\text{C}$ e con una sollecitazione alla trazione lungo la direzione cristallografica $\langle 001 \rangle$, possono produrre una microstruttura lamellare, detta raft, con le lamelle delle due fasi γ e γ' perpendicolari all'asse di carico [5, 6]. In questo caso, trascurare l'effetto dell'instabilità microstrutturale sul comportamento a creep può essere una semplificazione eccessiva, poiché la formazione della microstruttura lamellare può influenzare fortemente la mobilità delle dislocazioni, in particolare a bassi sforzi quando le dislocazioni non possono facilmente tagliare le lamelle di γ' .

Lo scopo di questo lavoro è di studiare l'influenza dell'evoluzione della fase γ' sulla velocità di deformazione nell'intervallo di temperature 900-1050°C, di massima importanza per turbine a gas

M. Maldini, G. Angella, V. Lupinc
CNR - IENI
Via Cozzi 53, 20125 Milano, Italy

di tipo terrestre e, nell'intervallo di temperature più alto, aeronautico. Una migliore conoscenza dell'influenza dell'evoluzione della morfologia della fase γ' sulle curve di creep è utile per sviluppare nuove superleghe da utilizzare in componenti monocristallini e per migliorare le metodologie in grado di predire la vita di tali componenti, assicurandone un uso efficiente.

MATERIALI E PROCEDURA SPERIMENTALE

La composizione nominale della superlega SMP14 è confrontata in Tab. 1 con la ben nota CMSX-4 ed una superlega di terza generazione, TMS75. Il materiale, trattato termicamente, è stato fornito dalla Ross & Catherall Ltd, Sheffield, Uk sotto forma di barrette di 12 mm di diametro. Il trattamento termico è consistito in un processo di solubilizzazione a 6 stadi fino alla temperatura di 1308°C, seguito da un trattamento di precipitazione/stabilizzazione di 16h/1080°C+16h/870°C. La dimensione media dei cuboidi di γ' è risultata di circa 0,45 μm . Un campione è stato sottoposto ad un successivo trattamento termico di invecchiamento (300h/1050°C+100h/1000°C) prima di eseguire la prova di creep con lo scopo di valutare l'effetto di una microstruttura cuboide della fase γ' più grossolana. La frazione volumetrica della fase indurente γ' era pari a circa i 2/3 del volume della lega. La deviazione dell'asse del campione rispetto alla direzione cristallografica <001> era di massimo 6°. Una più ampia caratterizzazione micro strutturale della lega, ed un confronto delle caratteristiche meccaniche con la lega CMSX-4, può essere trovata in [6].

Le prove a carico costante sono state eseguite in aria su campioni con l'asse nella direzione della solidificazione <001>. La deformazione è stata misurata tramite trasduttori di tipo capacitivo collegati ad apposite alette che delimitano il tratto utile del campione di lunghezza 28 mm e con diametro di 5,6 mm. Tre termocoppie poste sul tratto utile hanno permesso di controllare la temperatura ed il suo gradiente lungo l'asse del campione.

Prima di iniziare la prova di creep veniva misurato il modulo di

Young a freddo ed alla temperatura di prova, mediante caricamento parziale del campione. In questo modo erano verificate la correttezza del montaggio e l'assenza di momenti applicati al campione. Alcune prove sono state interrotte prima della rottura, in corrispondenza di differenti stadi della curva di creep, in modo da controllare l'evoluzione della fase γ' . L'osservazione della microstruttura nei campioni dopo creep al di fuori del tratto utile, dove lo sforzo applicato era 10% più basso, ma alla stessa temperatura di prova, ha permesso di allargare il campo di sforzi/temperature per l'osservazione dello sviluppo dei raft. Tutte le microfotografie sono state ottenute tramite microscopia elettronica a scansione (SEM) da sezioni prese lungo l'asse del campione. La superficie era lucidata meccanicamente e, quindi, attaccata con 3 HCl + HNO₃ + 3 Glicerina a temperatura ambiente.

RISULTATI SPERIMENTALI

Le temperature studiate sono state 900, 950, 1000 e 1050°C con sollecitazioni applicate nell'intervallo 425 e 135MPa per produrre tempi a rottura fra 300 e 3000 h. I risultati delle prove sperimentali sono riportati in Tab. 2 mentre le Fig. 1-3 riassumono le curve ϵ vs t , $\dot{\epsilon}$ vs t e $\log \dot{\epsilon}$ vs t .

Nelle prove eseguite a temperature $\leq 1000^\circ\text{C}$, le curve di creep mostrano uno stadio primario convenzionale, dove la velocità di deformazione decresce da un valore iniziale elevato fino ad un valore minimo (Fig. 3a-c). L'importanza di tale stadio tende ad aumentare con lo sforzo applicato e diminuire con la temperatura, ma la sua durata ed il suo contributo alla deformazione rispetto all'intera curva di creep, sono comunque sempre ridotti. Nelle prove eseguite a 1050°C, il primo creep è caratterizzato da un chiaro stadio sigmoideo (Fig. 3d) dove la velocità di deformazione cresce continuamente da un basso valore fino ad un massimo, per decrescere ad un nuovo minimo. La deformazione accumulata durante il creep sigmoideo è limitata, ma tale stadio influenza la curva di creep per un tempo non trascurabile. Lo stadio accelerante domina le curve di creep (Fig. 1-3). Questo

Alloy	Cr	Co	Mo	W	Re	Ta	Al	Ti	Nb	Hf	Ni
SMP14	4.8	8.1	1.0	7.6	3.9	7.2	5.4	-	1.4	-	Bal.
CMSX4	6.5	9.0	0.6	6.0	3.0	6.5	5.6	1.0	-	0.1	Bal.
TMS75	3.0	12.0	2.0	6.0	5.0	6.0	6.0	-	-	0.1	Bal.

TAB. 1 Composizione nominale delle superleghe SMP14, CMSX-4 e TMS75 (% in peso)

Nominal compositions of SMP14, CMSX-4 and TMS75 superalloys (weight %).

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Elongation to fracture (%)	Reduction of area (%)
900	425	450.1	25.7	27.0
	400	605.2	19.3	31.3
	375	806.8	29.2	32.6
	325	1692.5	27.7	35.2
	300	2433.9	22.9	33.7
950	320	302.9	25.5	32.3
	275	665.1	27.1	34.6
	220	1798.2	25.8	32.3
	215	2178.2	24.7	32.3
1000	230	276.6	22.0	29.4
	200	622.9	21.6	28.7
	175	1,188.7	17.4	30.9
	150	3,073	16.3	31.4

TAB. 2 Risultati sperimentali delle prove di creep eseguite sulla superlega SMP14.

Experimental creep results on SMP14 alloy.

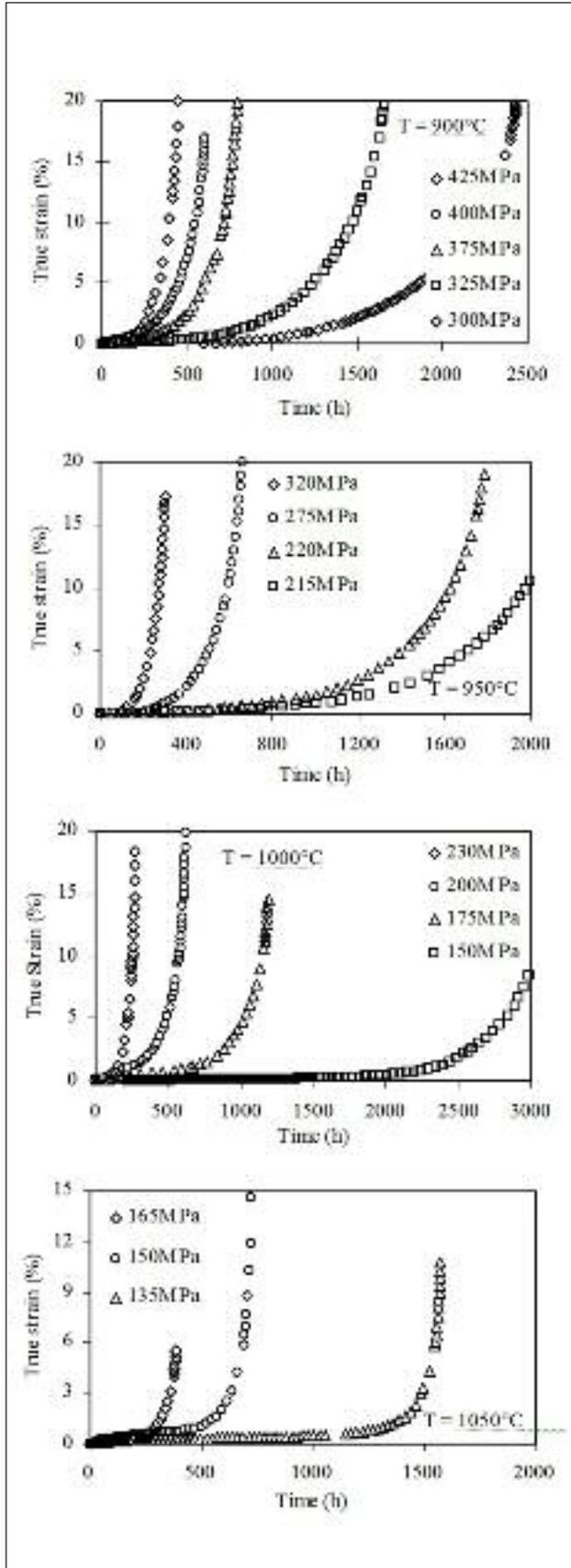


FIG. 1 *Curve di creep sperimentali ottenute a diverse temperature e sollecitazioni.*
Experimental creep curves at different temperatures and stresses.

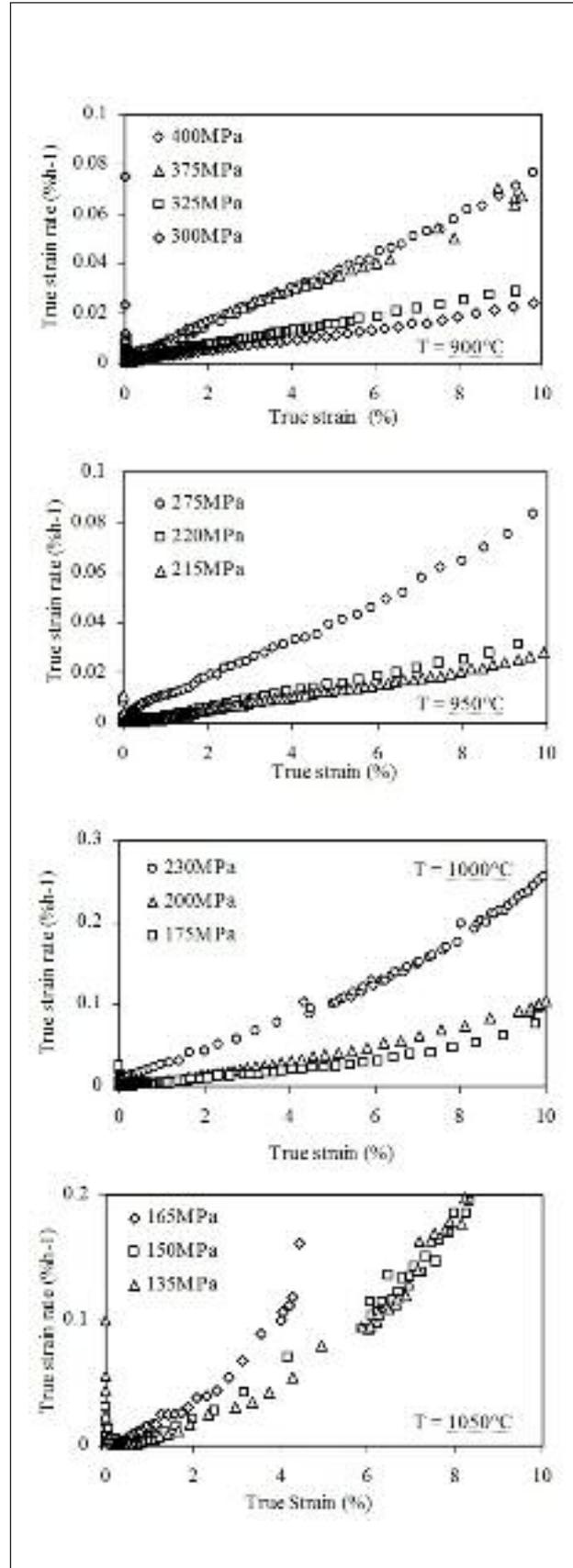


FIG. 2 *Velocità di deformazione in funzione della deformazione a diverse temperature.*
Strain rate vs. strain at different temperatures.

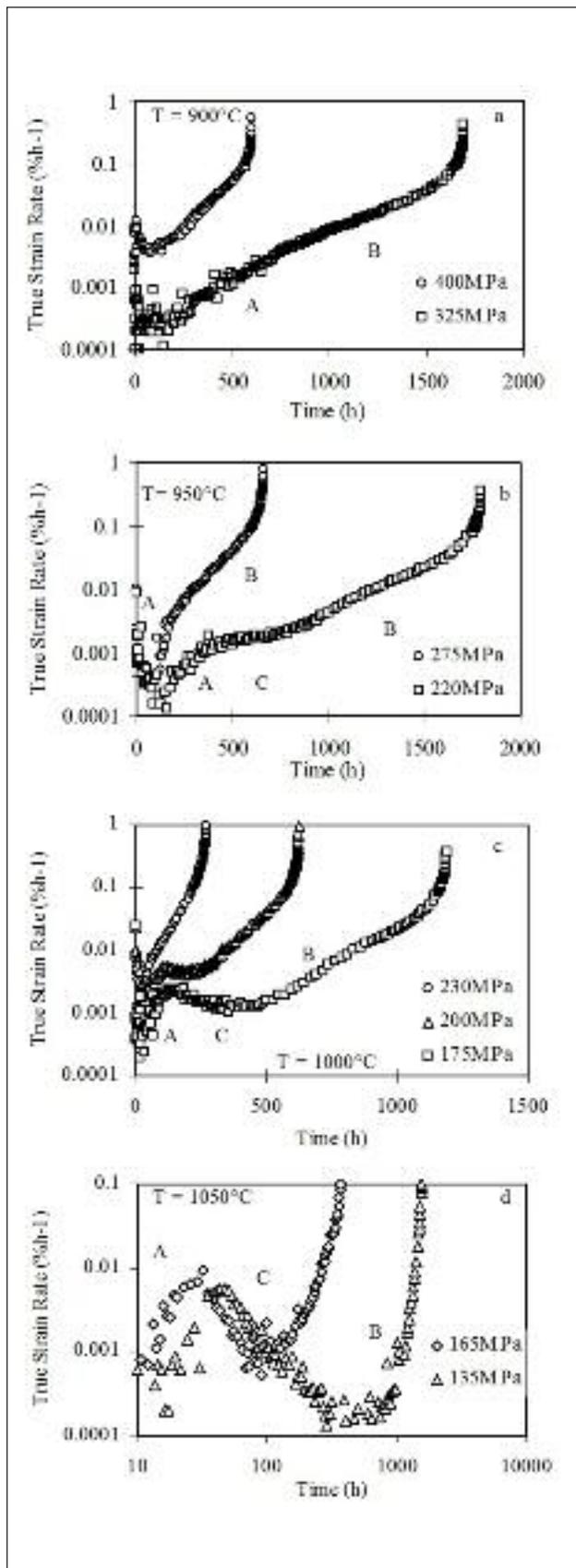


FIG. 3 Prove di creep eseguite a 900, 950 e 1000°C in grafici $\log \dot{\epsilon}$ vs. tempo e a 1050°C in grafici $\log \dot{\epsilon}$ vs. \log tempo.

Plots of $\log \dot{\epsilon}$ vs. time in tests performed at 900, 950 and C 1000°C and $\log \dot{\epsilon}$ vs. \log time at 1050°C.

risultato è coerente con i risultati ottenuti su altre superleghe a base nichel monocristalline [2, 7, 8] nello stesso intervallo di sforzi e temperature. In particolare le Fig. 2 mostrano che durante buona parte dello stadio accelerante, la velocità di deformazione cresce linearmente con la deformazione, in accordo con l'Eq. 1. Questo è particolarmente evidente per le prove eseguite a temperature $\leq 1000^{\circ}\text{C}$, ma avviene anche nelle prove a 1050°C anche se per un intervallo di deformazioni inferiore che corrisponde comunque a circa il 90% della vita del campione. La linearità fra $\dot{\epsilon}$ ed ϵ è persa quando ulteriori meccanismi di danno, quali necking localizzato o microcricche interne, che portano alla frattura finale, contribuiscono ad accelerare ulteriormente la deformazione.

Se le medesime curve sono riportate in un grafico $\log \dot{\epsilon}$ vs. t , Fig. 3, alcune nuove caratteristiche sono evidenziate che risultano nascoste nei grafici $\dot{\epsilon}$ vs. ϵ . E' da notare che i grafici nelle Fig. 2 e 3 sono equivalenti: punti sperimentali che mostrano una relazione lineare in un grafico $\dot{\epsilon}$ vs. ϵ devono mostrare una relazione lineare anche in un grafico $\log \dot{\epsilon}$ vs. t . Il secondo grafico dà un maggior peso alla porzione iniziale della curva di creep e risulta più adatto per quantificare possibili effetti dipendenti dal tempo. I risultati sperimentali mostrano che la forma delle curve di creep dipende dallo sforzo e dalla temperatura applicati come riassunto nei seguenti punti:

- A 900°C ed ai più alti sforzi, lo stadio terziario/accelerante può essere ben descritto da una singola retta. Solo nell'ultima porzione della curva di creep, i meccanismi di frattura producono un'ulteriore accelerazione. A più bassi sforzi applicati due differenti regimi di accumulazione del danno sono chiaramente evidenti prima che i meccanismi di frattura inizino ad influenzare la curva di creep. Il primo stadio accelerante, A, comincia subito dopo che è stata raggiunta la velocità minima. Tale stadio influenza la velocità di deformazione fino a circa 1% di deformazione. Una diminuzione della pendenza in Fig. 3 demarca l'inizio di una seconda fase dello stadio accelerante, B, dove la maggior parte della deformazione è accumulata. Entrambi gli stadi possono essere descritti da rette, ma con differente pendenza.
- A 950°C ed agli sforzi applicati più alti, la forma della curva di creep è qualitativamente equivalente a quella riscontrata a

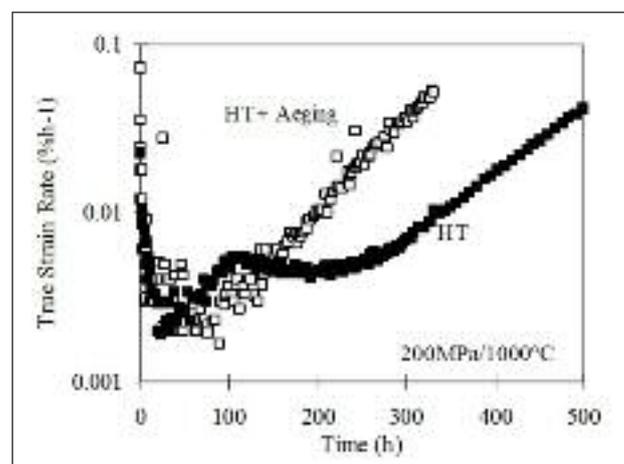


FIG. 4 Confronto fra curve di creep ottenute a $200\text{ MPa}/1000^{\circ}\text{C}$ su materiale sottoposto a trattamento termico convenzionale (HT) ed invecchiato (HT + 300 h/1050°C + 100 h/1000°C).

Effect of overaging (300 h/1050°C + 100 h/1000°C) on a creep curve at 200 MPa/1000°C. Comparison with a conventionally heat-treated (HT) specimen.

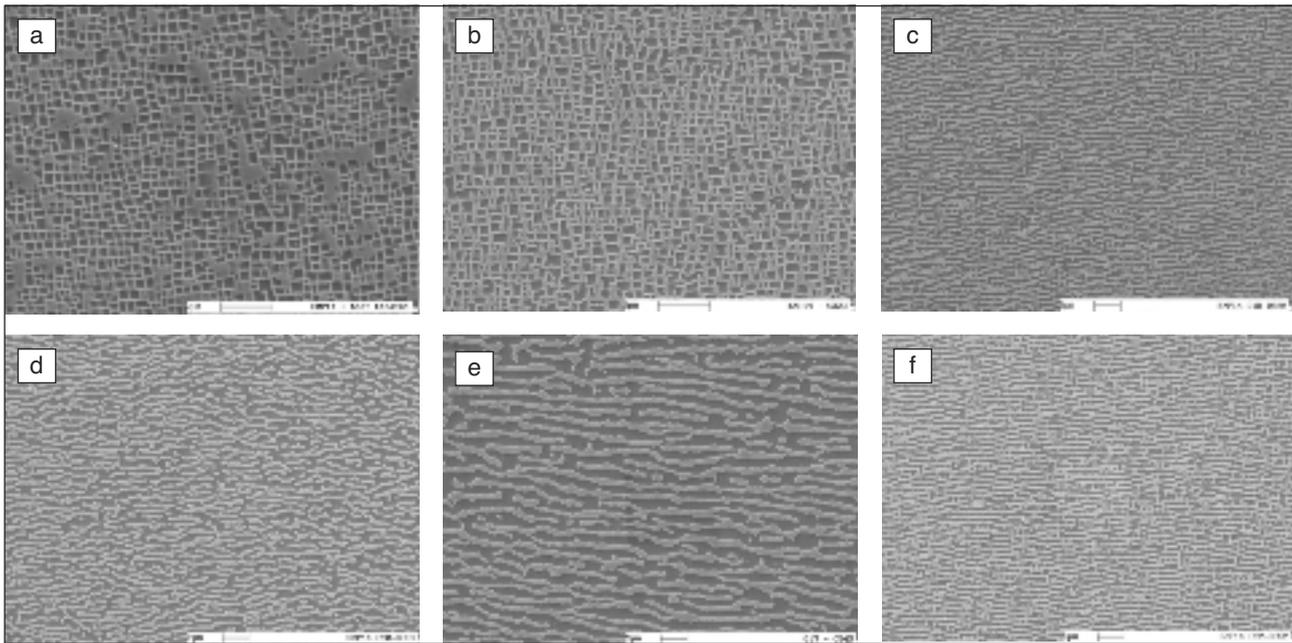


FIG. 5 *Microstrutture osservate nel materiale a) dopo trattamento termico, e su sezioni longitudinali di campioni dopo essere stati sollecitati alle seguenti condizioni: b) 51.5 h a 900°C/400 MPa, c) 400 h a 950°C/220 MPa, d) 330 h a 1000°C/220 MPa, e) 330 h at 1000°C/220 MPa su campione invecchiato, e f) 30 h a 1050°C/135 MPa.*

SEM micrographs observed in the material a) after heat treatment and on longitudinal section of the interrupted creep tests after b) 51.5 h at 900°C/400 MPa, c) 400 h at 950°C/220 MPa, d) 330 h at 1000°C/220 MPa, e) 330 h at 1000°C/220 MPa on overaged specimen, and f) 30 h at 1050°C/135 MPa.

900°C a bassi sforzi. Diminuendo lo sforzo applicato, appare un ulteriore regime di accumulazione della deformazione: lo stadio iniziale accelerante, A, è seguito da uno stadio, C, caratterizzato da una pendenza che decresce con lo sforzo applicato. Quindi si ha un ulteriore stadio, simile allo stadio B a 900°C.

- A 1000°C, il comportamento trovato a 950°C è enfatizzato: la pendenza dello stadio C continua a decrescere con lo sforzo applicato divenendo negativa per i più bassi sforzi, producendo quindi una decelerazione della deformazione. È importante notare che la curva di creep ottenuta con materiale invecchiato mostra un più convenzionale stadio accelerante monotonamente sempre crescente (Fig.4).
- A 1050°C dopo lo stadio accelerante è evidente uno stadio decelerante. La combinazione dei processi d'incrudimento ed addolcimento rispettivamente durante gli stadi C e B, produce un secondo minimo nella velocità di deformazione.

EVOLUZIONE DELLA MICROSTRUTTURA DURANTE IL CREEP

L'analisi al SEM di sezioni longitudinali dei campioni sollecitati a creep fino a rottura, ha mostrato che la microstruttura inizialmente cuboide della fase γ' (Fig. 5) si trasforma in una struttura lamellare per tutte le condizioni di prova qui esplorate. La microstruttura lamellare, detta rafting, si ritrova sia all'interno sia all'esterno del tratto utile, dove la temperatura e lo sforzo sono rispettivamente uguale e circa il 10% inferiore a quelle nominali di prova.

L'osservazione della microstruttura da una prova di creep interrotta dopo circa 50 h a 900°C/400MPa, in corrispondenza della velocità minima, ha mostrato che la fase γ' preserva la forma cuboide (Fig. 5b). Simile morfologia, anche se con qualche lamella in zone localizzate, si è riscontrata dopo 600h a 900°C/300MPa, appena superata la velocità minima, all'inizio dello stadio A del creep accelerante.

A 950°C la microstruttura osservata in una prova interrotta dopo 400h a 220MPa mostra che i raft sono sviluppati prima dello stadio B (Fig. 5c).

Sia il materiale con il trattamento convenzionale che quello invecchiato, sono stati sottoposti a creep a 1000°C/200MPa per 300h. L'osservazione al SEM mostra che i raft erano sviluppati in entrambi i campioni benché le lamelle nel materiale invecchiato mostrino uno spessore notevolmente superiore (Fig. 5d, e).

A 1050°C una prova è stata interrotta dopo 30h, prima che iniziasse lo stadio a velocità decrescente; di nuovo, i raft erano completamente sviluppati.

Lo sviluppo dei raft sembra essere associato con un incremento della velocità di deformazione. Inoltre a basse temperature lo sviluppo dei raft avviene durante una lunga porzione della vita del campione, mentre alle più alte temperature, i raft si sviluppano molto rapidamente, nei primi per cento della vita del campione.

DISCUSSIONE

L'Eq. 1 può adeguatamente descrivere l'intero stadio accelerante solo agli sforzi più elevati/temperature più basse, quando le velocità sperimentali di creep si dispongono su rette sia in grafici $\dot{\epsilon}$ vs ϵ che $\log \dot{\epsilon}$ vs t . Alle altre condizioni di prova, lo sviluppo della struttura lamellare, rafting, sembra perturbare l'accumulazione della deformazione producendo diversi stadi ben messi in evidenza nei grafici $\log \dot{\epsilon}$ vs t . I grafici $\dot{\epsilon}$ vs ϵ comprimono eccessivamente la prima parte della curva di creep, dove avviene la formazione dei raft, e mettono in evidenza il solo stadio B, dove la maggior parte della deformazione è accumulata.

La forma delle curve di creep sperimentali può essere razionalizzata considerando la difficoltà delle dislocazioni a muoversi negli stretti canali della fase γ ed a penetrare nella fase rinforzante γ' . L'osservazione al TEM su differenti superleghe monocristalline a base nichel (si veda per esempio [9]), ha mostrato che durante il primo creep alle temperature $T \geq 850-900^\circ\text{C}$ e

sforzi applicati d'interesse industriale, le dislocazioni sono forzate a muoversi negli stretti canali di fase γ , dove avviene la prima deformazione plastica. Il moto delle dislocazioni è quindi controllato dallo sforzo locale nella fase γ che eccede la resistenza di Orowan, legata alla larghezza dei canali di fase γ e la resistenza dovuta alla soluzione solida. La prima dipende dalla morfologia della fase rinforzante, mentre la seconda, in prima approssimazione, è indipendente dall'evoluzione della microstruttura e per questo motivo non è qui presa in considerazione. La seguente espressione può essere utilizzata per valutare il valore dello sforzo di taglio, risolto sui piani di scorrimento, che si oppone al moto delle dislocazioni all'interno dei canali di fase γ [9]:

$$\tau = (2/3)^{0.5} \mu b/d \quad (2)$$

dove μ è lo sforzo di taglio, b il modulo del vettore di Burgers, d lo spessore dei canali ed il fattore numerico tiene in considerazione che le dislocazioni scorrono nel sistema di slittamento $\{111\}\langle 110\rangle$.

Con $\mu(900^\circ\text{C}) = 45\text{GPa}$, $\mu(1050^\circ\text{C}) = 30\text{GPa}$, $d(900^\circ\text{C}) = 60\text{nm}$, $d(1050^\circ\text{C}) = 100\text{nm}$ (valore stimato supponendo che la frazione volumetrica della fase γ' sia del 40% a 1050°C) e $b = 0.254\text{nm}$, lo sforzo di soglia di Orowan alle due temperature sul sistema di slittamento è circa $\tau(900^\circ\text{C}) = 165\text{MPa}$ e $\tau(1050^\circ\text{C}) = 76\text{Pa}$, corrispondente ad uno sforzo uniassico rispettivamente di circa 380MPa e 185MPa . Ovviamente misure quantitative dello sforzo di soglia di Orowan sono difficili considerando che c'è una distribuzione di dimensioni dei canali ed inoltre esistono differenze fra le zone dendritiche ed interdendritiche. Nel materiale non esiste quindi una soglia, ma una distribuzione di sforzi di soglia, ma più che sul corretto valore, qui si vuole enfatizzare che lo sforzo di soglia per il meccanismo di Orowan è comparabile con gli sforzi applicati in questo lavoro.

E' evidente quindi che gli sforzi interni che si sovrappongono agli sforzi esterni applicati, possono essere molto importanti per interdire o promuovere l'attività in specifici canali di fase γ . In particolare, la sovrapposizione dello sforzo di trazione esterno applicato con gli sforzi di coerenza dovuti al misfit fra le fasi γ e γ' , produce valori diversi dello sforzo locale nei canali di fase γ orientati perpendicolarmente e parallelamente all'asse di applicazione del carico. Per valori negativi del misfit ($a_{\gamma'} < a_{\gamma}$) come nella lega qui studiata, lo sforzo esterno applicato lungo la direzione cristallografica $[001]$ si combina con gli sforzi di misfit nei canali di fase γ perpendicolari all'asse del campione, ma è, in una certa qual misura, compensato dagli sforzi nei canali paralleli alla direzione $[001]$ (Fig. 5). Il risultato è che, come ripor-

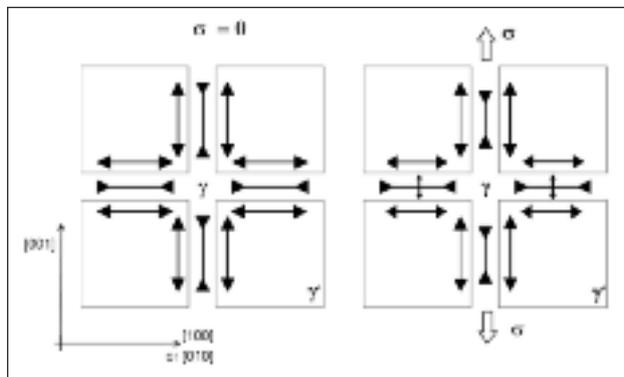


FIG. 6 *Illustrazione schematica degli sforzi di coerenza fra le fasi γ and γ' quando il misfit è negativo ($a_{\gamma'} < a_{\gamma}$).*

Schematic illustration of the coherency stresses between the phases γ and γ' when the misfit is negative ($a_{\gamma'} < a_{\gamma}$).

tato molte volte in letteratura [9], durante il primo creep le dislocazioni si possono muovere solo nei canali perpendicolari allo sforzo applicato, mentre è interdetto negli altri canali di γ perché lo sforzo locale risulta minore dello sforzo di Orowan. Con l'accumularsi della deformazione e persistendo la struttura cuboide della fase γ' , si ha una riduzione degli sforzi interni a causa della formazione di dislocazioni di misfit ed è quindi facilitato il moto delle dislocazioni nei canali verticali.

Durante la formazione delle lamelle, due fattori contribuiscono all'accelerazione della deformazione che si riscontra sperimentalmente:

- 1- La formazione dei raft produce un notevole incremento della larghezza, d , dei canali di fase γ perpendicolari agli sforzi applicati (Fig. 3), producendo una riduzione dello sforzo di Orowan (Eq. 2).
- 2- Lo sviluppo dei raft produce un incremento della frazione volumetrica della fase che può essere facilmente deformata. Infatti, a causa degli sforzi di misfit, la maggior parte della deformazione avviene nei canali orizzontali, dove lo sforzo è più elevato comparato allo sforzo medio nei canali verticali. Con la struttura cuboide della fase γ' , presente all'inizio della prova di creep solo $1/3$ della fase γ e, quindi, circa $1/10$ del volume della lega, contribuisce alla deformazione di creep, mentre tutto il volume della fase γ contribuisce alla deformazione dopo che i raft si sono completamente sviluppati.

L'evoluzione della struttura, da cuboide a lamellare della fase γ' è quindi associata ad una più elevata accelerazione della deformazione. Tale struttura, *dopo* che si è formata, causa una riduzione dell'accelerazione non solo dovuta all'esaurimento dei fattori acceleranti prima descritti. Infatti, se inizialmente la fase γ può deformarsi plasticamente "scorrendo" attorno ai cuboidi di γ' , tale meccanismo è essenzialmente interdetto dopo la formazione della struttura lamellare. Con tale struttura, le due fasi si devono quindi deformare contemporaneamente: plasticamente la fase γ ed essenzialmente in modo elastico la fase γ' . L'accumulazione di deformazione plastica solo nella fase γ , dove si trovano le dislocazioni mobili, causa quindi una redistribuzione degli sforzi nella lega, in particolare lo sforzo locale decresce nella fase γ , come ci si aspetta avvenga in un materiale composito con componenti "soft" (γ) ed "hard" (γ') che si deformano in parallelo.

Il comportamento a creep è determinato dallo sforzo locale effettivo, $\sigma_{\text{eff}} = \sigma - \sigma_i$, nella fase γ , dove le dislocazioni sono per lo più confinate. Con l'accumularsi della deformazione, lo sforzo effettivo presente nella fase γ decresce approssimandosi allo sforzo di soglia di Orowan, e producendo una diminuzione dell'accelerazione della deformazione che diventa negativa nelle prove eseguite ai più bassi livelli di sollecitazione, (stadio C nei grafici di Fig. 3). La diminuzione degli sforzi locali nella fase γ si accompagna con un aumento degli sforzi nella fase γ' fino al raggiungimento dello stadio B nelle Fig. 3, quando lo sforzo locale è sufficiente affinché le dislocazioni possano tagliare, e quindi deformare plasticamente, le lamelle di γ' . E' importante notare che Mughrabi et al. [10], studiando la superlega monocristallina SRR99 a 900°C e 305MPa , hanno trovato che il reticolo cristallino della fase γ' si distorceva solo durante la prima fase dello stadio accelerante e quindi rimaneva costante fino alla rottura, mostrando che non c'era un'ulteriore redistribuzione di sforzi fra le due fasi durante la seconda porzione dello stadio accelerante di creep.

L'effetto dei processi qui sopra schematizzati sulle curve di creep appaiono ovviamente più evidenti ai più bassi valori di sollecitazione: le prove a bassi sforzi/alte temperature mostrano un evidente stadio C, con persino una riduzione della velocità di deformazione nelle prove a $1000-1050^\circ\text{C}$ e sforzi applicati \leq

Variazioni microstrutturali	Effetto sul creep	Causa
Durante la formazione dei raft	Stadio A Rapida accelerazione della deformazione.	Aumento dello spessore dei canali di fase γ perpendicolari al carico applicato
	Stadio C Diminuzione dell'accelerazione della deformazione che può diventare negativa nelle prove a bassi livelli di sollecitazione	Cessazione dei fattori che hanno causato lo stadio A. Ridistribuzione degli sforzi fra le fasi γ e γ': diminuzione dello sforzo locale nella fase γ.
	Stadio B La velocità di deformazione cresce linearmente con la deformazione, Eq. 1	Il taglio delle particelle rinforzanti termina la redistribuzione degli sforzi fra le fasi γ e γ'. Aumento della densità delle dislocazioni mobili
Dopo che i raft si sono completamente formati		

TAB. 3 *Influenza dello sviluppo dei raft sul comportamento a creep.* Raft development on the creep behaviour.

200MPa, ma tendono a sparire ai più alti valori di sforzo applicato, quando gli elevati valori di sollecitazione permettono alle dislocazioni di muoversi nei canali verticali e/o tagliare la fase rinforzante γ' dall'inizio della prova di creep. Infatti, più alto è il valore dello sforzo applicato, più bassa deve essere la redistribuzione degli sforzi fra le due fasi prima che sia raggiunto lo sforzo di taglio di soglia.

CONCLUSIONI

L'analisi delle curve sperimentali eseguite sulla superlega SMP14 nell'intervallo di temperature 900-1050°C e sforzi 135-425MPa ha mostrato:

- Il creep accelerante domina le curve di creep.
- La struttura lamellare si sviluppa sempre durante il creep nell'intervallo di sforzi e temperature esplorati.
- Alle più alte temperature i raft si sviluppano molto rapidamente nei primi percento della vita a creep del campione.

Durante lo stadio accelerante si possono distinguere diversi regimi di accelerazione (Tab. 3).

Lo stadio A, fortemente accelerante, che avviene durante la formazione dei raft.

Lo stadio C, che può produrre una riduzione della velocità di deformazione per le più alte temperature/bassi sforzi qui esplorati; questo stadio è stato attribuito alla redistribuzione degli sforzi locali fra le fasi γ e γ' e sparisce ai più alti sforzi applicati quando le dislocazioni possono superare facilmente, per taglio, le particelle rinforzanti γ' .

Un ulteriore stadio, stadio B, dove la deformazione accelera di nuovo, con la velocità di deformazione che aumenta linearmente con la deformazione accumulata, nell'intervallo 900-1000°C.

Una ulteriore accelerazione finale, porta alla rapida frattura del campione.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano Ross & Catherall Ltd, Sheffield (U.K.) per aver procurato il materiale e il Sig. Enrico Signorelli per il prezioso lavoro sperimentale.

BIBLIOGRAFIA

- [1] B. Dyson and M. McLean, "Particle-Coarsening, σ° and Tertiary Creep," *Acta Metall.* 31 (1983), 17.
- [2] M. Maldini and V. Lupinc: "A representation of tertiary creep behaviour in a single crystal nickel-based superalloy," *Scripta Met.*, 22 (1988) p. 1737.
- [3] B.F. Dyson "Creep and fracture of metals: mechanisms and mechanics" *Revue Phys.Appl.*, 23 (1988), p. 605.
- [4] H. R. Tipler and M.S. Peck, (NPL Report DMA A33, 1981).
- [5] R. N. Nabarro: "Rafting in superalloy" *Metal. Trans.A*, 17 (1996), p. 513.
- [6] J.M. Benson et al. "SMP 14 advanced high strength single crystal superalloy"(Report of CSIR, Pretoria, RSA).
- [7] M. Maldini and V. Lupinc: "A constitutive equation for creep strain analysis and prediction of a single crystal superalloy,". *Materials at High Temperatures*, 14 (1997) p. 47.
- [8] P.J. Henderson and J. Lindblom, "High temperature creep in a <001> single crystal nickel-base superalloy," *Scripta Materialia*, 37 (1997) 491.
- [9] T. M. Pollock, A. S. Argon: "Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals" *Acta Metall. et Mater.*, 40 (1992) 1.
- [10] H. Mughrabi et al. "High-Temperature X-Ray Measurements of the Lattice Mismatch of Creep-Deformed Monocrystals of the Nickel-Base Superalloy SRR 99" *Proc. Super alloys 1992* ed. by Antolovich et al., TMS, Warrendale (1992) p. 599

Abstract

Softening and hardening mechanisms due to rafting development in a SX nickel base superalloy

Keywords: superalloys, creep, mechanical testing, electronic microscopy

The long and large tertiary stage, that dominates the creep curve shape of γ' reinforced nickel base superalloys for temperatures/stresses relevant to high temperature components, has been often modeled supposing a single strain softening mechanism is operative. For example the accelerating tertiary creep has been described by a linear dependence of strain rate on strain[1-2]:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^0(1 + C\epsilon) \quad (1)$$

where $\dot{\epsilon}$ and ϵ correspond, respectively, to the instantaneous strain rate and the accumulated creep strain, $\dot{\epsilon}^0$ represents the creep strain

rate extrapolated to $\epsilon = 0$, and C is a parameter of proportionality between creep damage and the strain, $W = C\epsilon$. The relationship in Eq. 1 has been physically justified in [3] supposing the softening in nickel base superalloys is due to the accumulation of mobile dislocations that are proportional to the creep strain. Time softening, due to the ripening of the particles, is not considered in Eq. 1. Single crystal nickel base superalloys, with a large fraction of hardening cuboidal γ' , if creep tested under tensile load along $\langle 001 \rangle$ crystalline direction at high temperature, can produce a lamellar or rafted γ/γ' pattern perpendicular to the loading axis. This γ' coalescence process can happen only at high temperatures, typically at $T=900^\circ\text{C}$ depending on the alloy, and very early, i.e. within the first 1-3% of creep life, for $T > 1000^\circ\text{C}$. In fact, for tests performed around 900°C , the cuboidal microstructure is generally present for a considerable part of the creep test: the raft development can start in correspondence of the minimum creep rate and ends well inside the tertiary creep and consistently only a slight influence of the microstructure instability can appear on the creep behaviour at this temperature. At higher temperatures, instead, ($1050-1100^\circ\text{C}$) the cuboid microstructure disappears soon, the cuboid γ' develops into lamellae in the early primary creep, and the raft structure is present during almost the whole creep test. To extrapolate the creep behaviour at such experimental conditions from data obtained at lower temperatures, the microstructure instability must be taken into account, since the raft development can strongly influence the dislocation mobility when the dislocations cannot easily cut the long rafted γ' , particularly at low stress values typical of the creep tests performed at such high temperatures.

The purpose of the present paper is to study the influence of the γ' morphology evolution on the creep strain rate in the $900-1050^\circ\text{C}$ temperature range mostly important for single crystal components in high performance gas turbines. The rafts formation and their evolution, and their effect on the creep behaviour, have been studied in superalloy SMP 14 - developed by CSIR, Pretoria, RSA and supplied by Ross & Catherall Ltd Sheffield UK - at $900, 950, 1000$ and 1050°C and with applied stresses in the range $135 - 425$ MPa to produce times to rupture between 300 and 3000 h.

The nominal composition of the SMP14 is compared in Table 1 with the well-established CMSX-4 and the third generation alloy TMS75, designed for gas turbine single crystal blades/vanes. The heat treatment, a wide microstructure characterization and a mechanical comparison of SMP14 with CMSX-4 can be found in [6].

Figs. 2 and 3 show the experimental creep curves as $\dot{\epsilon}$ vs. ϵ and $\log \dot{\epsilon}$ vs. time. In particular the Figs. 2 show that Eq. 1 can well describe the rate of strain accumulation for almost the whole experimental tertiary creep. The plots of Figs 2 and 3 are equivalent, i.e. experimental points that show a linear relationship in a plot $\dot{\epsilon}$ vs. ϵ , must also display a linear relationship in a plot $\log \dot{\epsilon}$ vs. time. The latter plot expands the initial portion of the creep curve, and it appears to be more convenient to observe possible time dependent effects occurring during the early creep strain. In fact, the juxtaposition of the same creep curves in Figs. 2 and in Figs. 3 reveals new unusual features hidden in the $\dot{\epsilon}$ vs. ϵ plots. The experimental results show that, in addition to the strain softening damage described by Eq. 1, other microstructure dependent mechanisms influence the creep strain accumulation. In particular the analysis of Figs 3, combined with the microstructure observations of creep interrupted tests showed that:

- **stage A:** In correspondence of the building up of the raft microstructure, the thickness of the horizontal γ channels significantly increases producing a reduction of the Orowan resistance of the dislocation mobility. Such microstructure evolution damage, added to the damage described by Eq.1, causes the fastest acceleration stage;

- **stage B:** after raft formation at high stress, the γ channels continue to grow moderately. During the stage B, where most of the creep strain is accumulated in a relatively short time, the strain acceleration can be described by Eq. 1;

- **stage C:** after raft formation at low stress, a further regime of strain accumulation, stage C, appears between stages A and B; it can be due to two concurring mechanisms, i.e.:

i) The increment of dislocation density in the γ/γ' interface relaxes the misfit stresses, reducing the local stress in the γ channels and making more difficult the movement of dislocations. This process can partially explain the rapid decrement of the strain rate after the raft development in the tests at the highest temperatures.

ii) For material with completely developed rafted structure, the γ phase cannot easily flow around the γ' phase because the γ lamellae are essentially unconnected. Supposing the dislocation activity is mainly restricted into the γ phase, during creep the γ phase can plastically deform, while the γ' phase basically can deform only elastically. Essentially the material can be considered as a metal matrix composite with the two phases deforming simultaneously. During creep the stress is off-loaded from the "soft" matrix regions (γ), while the stress in the "hard" reinforcing zones (γ') is amplified. In the rafted material, the decreasing of the stage C slope, becoming negative at applied stress values below 200 MPa, reflects the reducing of the local stress in the γ channel. In principle the creep rate should progressively decrease, with increasing creep strain, as the local stress in the γ phase approaches the Orowan and solid solution resistance. Actually the reduction of the creep strain rate with the strain ends when, in absence of some other damage mechanisms, a recovery process prevents a further stress redistribution between the two phases. The simplest recovery process consists in the cutting of the γ' phase by the interface dislocations; this recovery process could be operative after the accumulation of plastic strain in the γ phase has built up a sufficient internal stress, that in conjunction with the external applied stress, allows the cutting of the γ' phase.

As a conclusion, the analysis of the experimental creep curves of the SMP 14 has shown:

- The tertiary creep dominates the creep curves.
- In the explored stress/temperature field, a rafted microstructure is developed during creep.
- At the highest explored temperatures the raft development is very rapid and takes only a few percent of the creep life, while at 900°C rafts are developed only in late tertiary creep.

During tertiary creep, different stages can be distinguished:

- a strongly creep accelerating stage, that occurs during the raft development;
- a stage that produces a reduction of the strain rate for the highest temperatures/lowest stresses explored: this stage has been attributed to a redistribution of the local stresses between the γ and γ' phases and it disappears in the highest stresses tests;
- a further stage where the strain accelerates again, with the strain rate following a linear strain softening relationship in the $900 - 1000^\circ\text{C}$ interval.
- The fastest and shortest final creep accelerating stage, leading to fracture.