

## TEKSTURA Ni<sub>3</sub>Al

S.Tadić, S.Zec

Institut za nuklearne nauke - Vinča

IZVOD - Primenom inverznih polarnih slika merena je tekstura intermetalnog jedinjenja Ni<sub>3</sub>Al dobijenog postupkom metalurgije praha. Ispitivana je tekstura u toplo presovanom stanju, kao i tekstura deformacije i rekristalizacije.

### UVOD

Teksture metala i legura su predmet intenzivnog istraživanja već dugi niz godina. Uticaj teksture na praktično sve fizičke i mehaničke osobine materijala odavno je utvrđen<sup>1</sup>. Istovremeno, smatra se da ispitivanja usmerene kristalografske orijentacije omogućavaju uvid u mehanizme deformacionog ponašanja tokom termomehaničke prerade metala<sup>2</sup>. Međutim, teksture intermetalnih jedinjenja nisu dovoljno ispitane. Razlozi su, verovatno, u ograničenom tehnološkom značaju ovih sistema i poteškoćama koje se javljaju njihovim ispitivanjem<sup>3</sup> na rendgenu.

U ovom radu ispitivano je sredjeno intermetalno jedinjenje Ni<sub>3</sub>Al sa L1<sub>2</sub> kristalografskom strukturom. Neuobičajen uticaj temperature na deformaciono ponašanje<sup>4</sup> kao i potencijalna mogućnost komercijalne primene čine ovu leguru verovatno najizrazitijim predstavnikom velike klase tzv. aluminida. Tekstura Ni<sub>3</sub>Al, koliko je autorima poznato, publikovana je u samo dva rada, [5,6]. Ball i Gottstein<sup>5</sup> su utvrdili da tekstura valjanja livenog Ni<sub>3</sub>Al, posle 70% deformacije,

odgovara tzv. teksturi bakra: (123)<634> + (112)<111> + (110)<001> + (110)<112> sa neočekivano velikim udelom od 60 vol.% statistički orijentisanih zrna, bez teksture. Tekstura rekristalizacije iznosila je svega 10% (112)<113> komponente sa čak 90% zrna statističke orijentacije. Autori su, takodje, utvrdili da stepen valjanja malo utiče na intenzitet teksture valjanja i rekristalizacije. Druga grupa autora<sup>6</sup> ispitivala je kristalografsku usmerenost dobijenu kompakiranjem prahova Ni<sub>3</sub>Al postupkom tople ekstruzije i utvrdila vrlo slabu <111> teksturu. Ovi autori, međutim, nisu ispitivali teksturu deformacije i rekristalizacije.

Navedeni primeri ukazuju da u inače obimnoj bibliografiji Ni<sub>3</sub>Al jedinjenja nema dovoljno sistematičnih podataka o teksturi ovog materijala. Zbog toga je cilj ovog rada usmeren na karakterizaciju teksture intermetalnog jedinjenja Ni<sub>3</sub>Al dobijenog postupkom metalurgije praha.

### EKSPERIMENTALNI DEO

Ispitivano je intermetalno jedinjenje Ni<sub>3</sub>Al nominalnog hemijskog sastava: 12Al-6Fe-1.6Ti-0.15B-80Ni, tež.%. Legura je dobijena vakuumskim indukcionim topljenjem i livenjem u pregrejane keramičke školjke. Liveni ingoti su raspršeni postupkom rotirajuće elektrode (REP) u inertnoj atmosferi helijuma. Prah legure kompakiran je 4 sata na 1250°C pritiskom od 35 MPa. Dobijen je materijal sa 98% teorijske gustine i veličinom zrna od

50 $\mu$ m. Detaljna karakterizacija mikrostrukture objavljena je u ref.7. Uzorci su mašinski obradjeni na dimenzije  $\phi 6 \times 12$ mm i podvrgnuti jednoosnom pritisnom naprezanju brzinom deformacije  $1.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Pritisno naprezanje prekinuto je pri  $\epsilon = -0.35$ , neposredno pre pojave loma. Rekristalizaciono žarenje deformisanih uzoraka izvršeno je u atmosferi argona na  $1100^\circ\text{C}$ -1 sat.

Za karakterizaciju teksture korišćena je tehnika inverznih polarnih slika. Uzorci za ispitivanje su sečeni na 1/2 svoje visine, polirani i blago nagriženi azotnom kiselinom. Za merenje x-difrakcije korišćeno je monohromatsko Cu-K $\alpha$  zračenje. Intenziteti refleksija praha i komaktiranih uzoraka snimani su  $2\Theta$  opsegu od 20 do  $145^\circ$ . Izmerene su sledeće (hkl) refleksije: (100), (110), (111), (210), (211), (311) i (331). Intenziteti prvog i drugog reda refleksije računati su kao srednja vrednost.

Normalizacija inverznih polarnih slika izvršena je postupkom tzv. "sfernih poligona"<sup>8</sup>. Polovi izbranih (hkl) ravni refleksije projektovani su na sfernu projekciju. Zatim su određeni lukovi velikog kruga koji su ekvidistantni između susednih polova i projektovani nazad na standardni stereografski trougao. Tako konstruisani sferni poligoni definišu oblast na stereografskoj projekciji koja reprezentuje (hkl) polove. Standardni stereografski trougao sa projektovanim sfernim poligonima (hkl) refleksija merenih u ovom radu prikazan je na Sl.1. Brojevi u sfernim poligonima označavaju njihove površine.

Teksture materijala određene su jednačinom:

$$R_{hkl} = \frac{I_{hkl} / I_{hkl}^0}{\sum (\Delta\Omega(hkl) I_{hkl} / I_{hkl}^0)}$$

gde su  $I_{hkl}$  i  $I_{hkl}^0$  intenziteti (hkl) refleksija na ispitivanom uzorku i prahu, a  $\Delta\Omega(hkl)$  površine sfernih poligona sa Sl.1. Srednja vrednost  $R_{hkl}$

iznosi 1 i predstavlja vrednost tzv. statističke orijentacije, tj. orijentacije bez teksture. Vrednosti  $R_{hkl}$  veće od jedan ukazuju na preferentnu kristalografsku usmerenost.

Interpolacija izo-intenziteta u okviru standardnog stereografskog trougla izvršena je dvodimenzionalnim kubnim splajnom.

## REZULTATI

Inverzna polarna slika uzorka  $\text{Ni}_3\text{Al}$  kompaktiranog postupkom toplog presovanja prikazana je na Sl.2. Standardna devijacija teksture iznosi 0.34. Sa slike se može videti da je materijal praktično kristalografski izotropan sa tek neznatno izraženim  $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle + \langle 112 \rangle$  orijentacijama.

Tekstura deformacije, sa standardnom devijacijom  $\sigma = 0.39$ , prikazana je na Sl.3. Kvantitativnom analizom utvrđeno je da orijentacije  $\langle 110 \rangle + \langle 112 \rangle$  zauzimaju svega 14 vol.%

Rekristalizacionim žarenjem dobijena je tekstura prikazana na Sl.4. Standardna devijacija iznosi 0.46 a tekstura se može opisati sa 17 vol.%  $\langle 113 \rangle + \langle 111 \rangle$  orijentacija.

## DISKUSIJA

U radu su ispitivani uzorci  $\text{Ni}_3\text{Al}$  sa tzv. osnom simetrijom. Osa simetrija često se javlja kod uzoraka kompaktiranih prahova postupcima toplog presovanja, HIP-a ili ekstruzije. Prominentni primeri ove geometrije su žice i šipke. Zbog toga se često teksture merene na ovakvim uzorcima nazivaju tekstura žice. Za razliku od tekstura limova, koje su definisane ravnima (hkl) paralelnim ravni lima i pravcima  $\langle uvw \rangle$  paralelnim pravcu valjanja, tekstura žice definisana je samo pravcima  $\langle uvw \rangle$  paralelnim osi žice tj. osi uzorka.

Kompaktiranje praha postupkom toplog presovanja ( $1200^{\circ}\text{C}$ -4h-35Mpa), predstavlja statičku ili kvazistatičku deformaciju na povišenim temperaturama gde su dominantni mehanizmi deformacije uspinjanje-spuštanje tj. difuzija po granicama zrna i zapreminska difuzija. Kod metala i legura, ovaj mehanizam deformacije po pravilu daje teksturu rekristalizacije sa dominantnom kubnom orijentacijom kristala,  $\langle 100 \rangle$ . Medjutim, u ovom radu dobijen je materijal praktično bez teksture, sa neznatno izraženim  $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle + \langle 112 \rangle$  orijentacijama. Sličan rezultat<sup>6</sup>, sa još slabijom teksturom (standardna devijacija od 0.22), dobijen je kompaktiranjem  $\text{Ni}_3\text{Al}$  prahova postupkom tople ekstruzije na  $1150^{\circ}\text{C}$  sa stepenom presovanja 16. Na osnovu ovih rezultata, očigledno je da brzina deformacije tokom kompaktiranja nema bitan uticaj na pojavu teksture. Može se pretpostaviti, mada sa izvesnom rezervom, da se, u navedenim uslovima, dominantan mehanizam kompaktiranja i deformacije odvija difuzijom po granicama zrna ili, verovatnije, po granicama tzv. prethodnih čestica praha.

Tekstura dobijena jednoosnim pritisnim naprežanjem na sobnoj temperaturi ( $\epsilon = -0.35$ ) može se opisati kao tipična slabo izražena tekstura deformacije. Uslovi difrakcije na rendgenu sa bakarnom katodom nisu omogućili snimanje refleksije  $\langle 123 \rangle$  koja se nalazi u standardnom stereografskom trouglu na velikom krugu između  $\langle 112 \rangle$  i  $\langle 110 \rangle$  ravni. Medjutim, na osnovu prethodnih rezultata<sup>3</sup>, verovatno da ova refleksija ima izvesnu kristalografsku usmerenost. U svakom slučaju, tekstura deformacije  $\text{Ni}_3\text{Al}$  pripada zoni  $\langle 111 \rangle$ , kao što je to prikazano na Sl.5. Veliki zapreminski udeo zrna statističke orijentacije ne može se pripisati relativno malom stepenu deformacije<sup>5</sup>. Verovatno je posledica nehomogene deformacije koja se odvija smicajnim trakama. Ispitivanja<sup>4</sup> na TEM-u pokazala su, čak i posle velikih stepena hladne deformacije, da se u  $\text{Ni}_3\text{Al}$ -u ne javlja čelijska

struktura, karakteristična za većinu metala i legura, već da se deformacija odvija u uskim, lokalizovanim smicajnim trakama.

Tekstura rekristalizacije bitno se razlikuje od teksture koja se obično javlja u metalima i legurama. Na Sl.4. lako se može videti da teksturu rekristalizacije predstavlja raširena oblat orijentacija od  $\langle 113 \rangle$  do  $\langle 111 \rangle$  čije ravni pripadaju zoni  $\langle 110 \rangle$ , Sl.5. Odsustvo kubne orijentacije,  $\langle 100 \rangle$ , i izražene  $\langle 113 \rangle + \langle 111 \rangle$  komponente slažu se sa objavljenim rezultatima ranijih istraživanja<sup>5</sup>. Lako se može pretpostaviti da smicajne trake, nastale tokom deformacije, predstavljaju preferentna mesta za nukleaciju i rast rekristalisanih zrna. Zašto se, medjutim, favorizuju orijentacije  $\langle 113 \rangle$  i  $\langle 111 \rangle$ , ne može se u ovom trenutku objasniti. Verovatno se ovaj fenomen može dovesti u vezu sa malom pokretljivošću granica zrna što je karakteristično za intermetalna jedinjenja<sup>4</sup>.

## REZIME

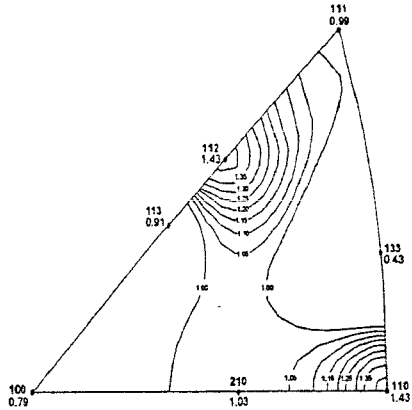
Ispitivana je tekstura intermetalnog jedinjenja  $\text{Ni}_3\text{Al}$  dobijenog postupkom metalurgije praha. Kompaktiranjem praha toplim presovanjem dobijena je vrlo slaba  $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle + \langle 112 \rangle$  tekstura. Teksturu deformacije, ostvarenu jednoosnim pritisnim naprežanjem, čini 14 vol%  $\langle 110 \rangle + \langle 112 \rangle$ . Visokotemperaturnim žarenjem dobijena je tekstura rekristalizacije sa 17 vol%  $\langle 113 \rangle + \langle 111 \rangle$  orijentacija.

Autori se zahvaljuju Dr.M.Mitkov, Dr.B.Božiću u g.Z.Miškoviću na dobijenoj podršci tokom nastanka ovog rada.

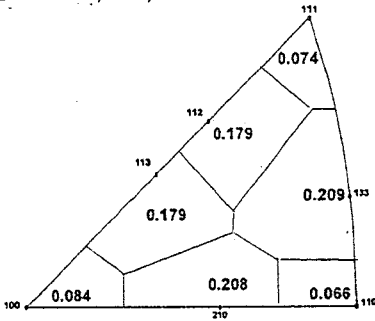
ABSTRACT - Inverse pole figures were measured to characterize the texture of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  intermetallic produced by PM process. The preferred orientations in consolidated, deformed and annealed condition were examined.

## LITERATURA

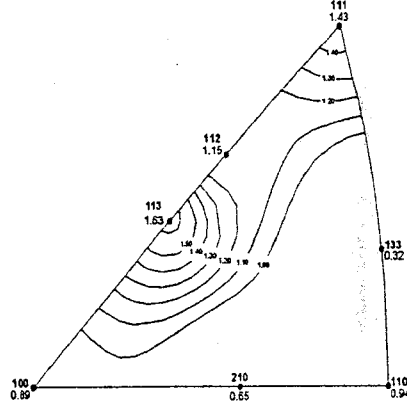
- 1) C.Baret, T.Massalski, Structure of metals, McGraw-Hill, 1966, New-York.
- 2) J.Grewan, G.Wasserman, Textures in Research and Practice, Springer-Verlag, 1969, Berlin.
- 3) H.J.Bunge, Experimental Techniques of Texture Analysis, Verlag, 1986, Berlin.
- 4) D.Pope, S.Ezz, Int.Met.Rev., 29, 1984, 136-167.
- 5) J.Ball, G.Gotstein, Mat.Sci.Forum, 113, 1993, 569-574
- 6) P.S.Khadkikar, G.Michal, K.Vedula, Met.Trans., 21A, 1990, 279-288.
- 7) D.Božić, N.Ilić, M.Mitkov, M.T.Jovanović, J. of Mat. Sci., 31, 1996, 3213-3221.
- 8) H.J.Bunge, Texture in Materials Science, Butterworths, 1982, London.



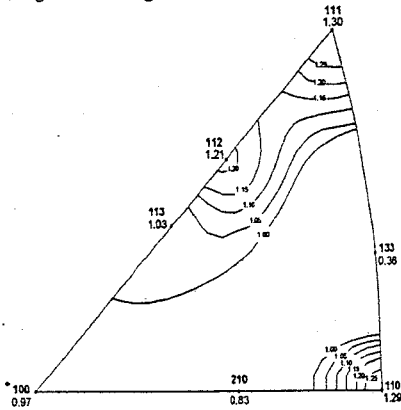
Slika 3. Tekstura deformacije ( $\epsilon = -0.35$ )  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .



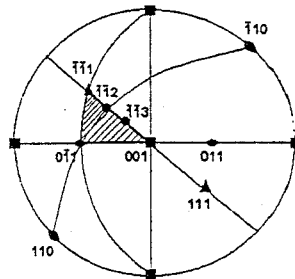
Slika 1. "Sferni poligoni" projektovani u standardnom stereografskom trouglu.



Slika 4. Tekstura rekristalizacije  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ,  $1100^\circ\text{C}$ -1 sat.



Slika 2. Inverzna polarna slika  $\text{Ni}_3\text{Al}$  u presovanom stanju,  $1250^\circ\text{C}$  - 4 sata - 35 MPa.



Slika 5. (001) standardna stereografska projekcija sa zonama  $\langle 110 \rangle$  i  $\langle 111 \rangle$ .