mgr inż. Elżbieta Wichowska

Wpływ procesu cieplno-plastycznego na mikrostrukturę oraz plastyczność nadstopu na osnowie niklu Haynes 282

Rozprawa doktorska

Promotor: dr hab. inż. Andrzej Nowotnik, prof. PRz

Rzeszów 2026

Spis treści

1. WPROWADZENIE 3
2. ANALIZA STANU ZAGADNIENIA 6
2.1. Wpływ obróbki cieplnej na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne nadstopu Haynes 282 7
2.2. Wpływ temperatury odkształcania na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne nadstopu Haynes 282 8
2.3. Zastosowanie nadstopu Haynes 282 w technologiach przyrostowych 9
2.4. Zastosowanie nadstopu Haynes w procesie odlewania 11
2.5. Kształtowanie mikrostruktury stopu Haynes 282 w procesie odlewania i przeróbki cieplno-plastycznej 15
2.6. Porównanie właściwości nadstopu Haynes 282 z wybranymi nadstopami niklu stosowanymi w lotnictwie 16
3. STUDIUM LITERATURY 22
3.1. Charakterystyka nadstopów na osnowie niklu 22
3.2. Dodatki stopowe i ich wpływ na mikrostrukturę oraz właściwości nadstopu Haynes 282 25
3.3. Wpływ warunków obróbki cieplnej na mikrostrukturę nadstopu Haynes 282 35
3.4. Zdrowienie i rekrystalizacja dynamiczna w nadstopie Haynes 282 podczas odkształcania plastycznego na gorąco 38
4. CEL I TEZA PRACY 45
5. BADANIA WŁASNE 49
5.1. Materiał do badań 49
5.2. Metodyka badań 50
6. WYNIKI BADAŃ 65
7. WNIOSKI 117
8. LITERATURA 121
STRESZCZENIE 127

1. WPROWADZENIE

Wraz z globalizacją rośnie znaczenie rozwoju zaawansowanych rozwiązań konstrukcyjnych w obszarze transportu oraz technologii związanych z optymalizacją procesów wytwarzania elementów, części, podzespołów czy kompletnych systemów gwarantujących bezpieczne ich stosowanie w warunkach obniżonego zapotrzebowania na energię, co obecnie jest kluczowe w odniesieniu do wymagań środowiskowych. Dążenie do zwiększania efektywności procesów technologicznych realizowane jest zatem poprzez optymalizację parametrów procesów wytwarzania, a więc technologii produkcyjnych, jak i również poprzez doskonalenie konstrukcji z uwzględnieniem obniżenia ich masy, m.in. poprzez miniaturyzację komponentów, czy projektowanie elementów o zredukowanej geometrii (np. konstrukcji wewnętrznie pustych zachowujących wymaganą odporność na obciążenia mechaniczne), oraz poprzez wprowadzanie innowacyjnych rozwiązań materiałowych [1], [2].

Materiałami powszechnie stosowanymi w aplikacjach pracujących w wysokiej temperaturze są nadstopy na osnowie niklu, które od wielu dekad znajdują zastosowanie w najbardziej obciążonych mechanicznie częściach silników odrzutowych. Stopy te stosowane są m.in. w produkcji tarcz i łopatek turbin, komór spalania czy dysz wylotowych, a więc elementów eksploatowanych w temperaturze powyżej 1500°C. Na przestrzeni ostatnich kilkudziesięciu lat prowadzone są systematycznie prace B+R z obszaru modyfikacji składu chemicznego stopów niklu poli- i monokrystalicznych, które doprowadziły do opracowania siedmiu generacji nadstopów. W praktyce przemysłowej największe znaczenie uzyskały nadstopy drugiej i czwartej generacji, do których należą stopy CMSX-4 oraz PWA 1497 [1].

Ze względu na krytyczne znaczenie nadstopów niklu dla bezpieczeństwa i niezawodnej pracy silników lotniczych, odpowiedzialny proces homologacji oraz wdrożenia nowych materiałów do eksploatacji jest długotrwały i kosztowny. W konsekwencji, szczególne znaczenie mają prace ukierunkowane na rozwój istniejących rozwiązań materiałowych poprzez modyfikację składu chemicznego oraz optymalizację metod wytwarzania w ramach już stosowanych nadstopów, co pozwala na istotne ulepszanie ich właściwości użytkowych bez konieczności opracowywania nowych materiałów od podstaw.

Istotnym czynnikiem w rozwoju technologii materiałowych dla lotnictwa jest systematyczne podwyższanie dopuszczalnej temperatury pracy komponentów turbin, w szczególności łopatek pierwszego stopnia, które narażone są na najbardziej ekstremalne warunki pracy. Elementy te pracują w strudze gazów spalinowych o temperaturze rzędu 1500-1800°C i prędkości przekraczającej 500 m/s, co skutkuje występowaniem wysokiego gradientu temperatury oraz naprężeń cieplnych i zmęczeniowych, a także intensywnej korozji wysokotemperaturowej, co wymusza zastosowanie zaawansowanych rozwiązań materiałowych – nadstopów niklu oraz systemów wielowarstwowych powłok ochronnych. Z przeprowadzonych badań wynika, że zwiększenie temperatury gazów na wlocie do turbiny (tzw. *TET Turbine Entry Temperature*) o 40°C pozwala na redukcję zużycia paliwa o ok. 1% [2].

Wartość ta, choć nieznaczna w ujęciu jednostkowym, w skali rocznej eksploatacji samolotów pasażerskich odpowiada oszczędnościom rzędu 1 mln USD dla jednego statku powietrznego. Dodatkowo obniżone zużycie paliwa skutkuje redukcją emisji CO_2, co ma kluczowe znaczenie w kontekście globalnych regulacji środowiskowych, jaki strategii zrównoważonego rozwoju w lotnictwie. Znaczenie nawet niewielkiej poprawy efektywności paliwowej silników lotniczych potwierdzają dane przemysłowe. Przykładowo, Boeing wskazywał, że udoskonalenia konstrukcyjne samolotu Boeing 777-300ER, skutkujące poprawą efektywności paliwowej o 1,4%, mogą odpowiadać oszczędności około 200 000 galonów paliwa rocznie dla jednego samolotu. Również GE Aviation podkreśla, że rozwój zaawansowanych materiałów ceramicznych stosowanych w gorących częściach silników może prowadzić do poprawy efektywności paliwowej o około 1–2%, a redukcja zużycia paliwa o 1% może generować wymierne oszczędności ekonomiczne dla przewoźników lotniczych. Dane te wskazują, że rozwój materiałów i technologii powłokowych dla elementów gorącej części silnika ma istotne znaczenie zarówno ekonomiczne, jak i środowiskowe. Podobne analizy przeprowadziła firma Airbus, wskazując, że nawet niewielka redukcja jednostkowego zużycia paliwa prowadzi do istotnych korzyści finansowych oraz obniżenia emisji CO_2 [3], [4]. W konsekwencji nawet niewielkie podwyższenie temperatury gazów przed turbiną ma kluczowe znaczenie dla ekonomii eksploatacji i strategii zrównoważonego rozwoju lotnictwa. Parametr środowiskowy powoduje, że tworzone są coraz bardziej precyzyjne modele obciążenia środowiska toksynami lotniczymi, które pozwalają monitorować wpływ na jakość powietrza i wprowadzać długofalowe modyfikacje w konstrukcjach lotniczych. Takie opracowanie zostało stworzone

m.in. w 2018 roku, dla ustalenia metodyki postępowania mającej na celu ocenę emisji szkodliwych składników spalin silników CFM International LEAP-1B28 generowanych podczas lotu samolotów Boeing 737 MAX 8 [5], [6].

Przedmiotem niniejszej pracy jest analiza możliwości poprawy właściwości użytkowych polikrystalicznego nadstopu niklu Haynes 282 poprzez modyfikację procesu jego wytwarzania. Stop ten, wprowadzony do przemysłu lotniczego w 2005 roku, należy do grupy nadstopów umacnianych wydzieleniowo, których właściwości mechaniczne determinowane są przede wszystkim przez parametry mikrostrukturalne osnowy γ oraz udział objętościowy i morfologię fazy umacniającej γ′. Stop Haynes 282 charakteryzuje się dobrą stabilnością fazy γ′ w podwyższonej temperaturze oraz korzystną równowagą pomiędzy wytrzymałością na pełzanie, a plastycznością, co czyni go atrakcyjnym materiałem do zastosowań na elementy gorącej sekcji silników lotniczych, takich jak osłony turbin, obudowy komór spalania czy pierścienie uszczelniające, pracujące w temperaturze do około 930°C. Unikatowe metody obróbki mechanicznej oraz zaawansowane sposoby wytwarzania nadstopu Haynes 282 pozwalają na minimalizowanie strat materiałowych i produkcję bardziej precyzyjnych komponentów nie tylko w przemyśle lotniczym. Szczególnie obiecujące są technologie przyrostowe, takie jak osadzanie materiału z wykorzystaniem skoncentrowanego źródła energii (DED, *Directed Energy Deposition*), które umożliwiają wytwarzanie elementów o złożonej geometrii przy wysokim współczynniku wykorzystania materiału. W procesie DED materiał jest lokalnie stapiany i osadzany warstwa po warstwie, co ogranicza konieczność późniejszej obróbki skrawaniem oraz redukuje odpady, co ma kluczowe znaczenie w przypadku stosowania w procesie kosztownych nadstopów niklu. Dodatkowo połączenie DED z odkształceniem plastycznym na gorąco sprzyja dynamicznej rekrystalizacji i rozdrobnieniu ziaren, prowadząc do zamknięcia porów oraz eliminacji dendrytycznej struktury materiału charakterystycznej dla procesów przyrostowych [7], [8]. Klasycznie, właściwości stopu Haynes 282 kształtowane są w procesie przeróbki plastycznej oraz obróbki cieplnej obejmującej proces przesycania i starzenia.

W ramach pracy przeprowadzono badania zmierzające do komplementarnego zastosowania technologii odlewania precyzyjnego z procesem przeróbki plastycznej w celu kontrolowanego kształtowania parametrów mikrostrukturalnych stopu, głównie poprzez modyfikację wielkości i rozkładu wydzieleń fazy γ′. Założono, że zastosowanie wysokiej wartości odkształcenia plastycznego zwiększy kinetykę procesów wydzieleniowych prowadząc do modyfikacji mikrostruktury osnowy, podwyższając właściwości wytrzymałościowe przy zachowaniu wymaganej plastyczności i odporności na pełzanie. Szczególną uwagę zwrócono na opis

wpływu kinetyki wydzielania faz umacniających, morfologii granic ziarn na stabilność mikrostruktury gwarantującej bezpieczną pracę stopu w warunkach długotrwałego oddziaływania wysokiej temperatury. Uzyskane wyniki mają znaczenie utylitarne stanowiąc podstawę do oceny możliwości poprawy właściwości użytkowych stopu w oparciu o modyfikację stosowanych już w praktyce produkcyjnej procesów wytwarzania. W perspektywie zastosowania stopu Haynes 282 na elementy części gorącej silnika lotniczego ma to zapewnić zwiększenie trwałości i niezawodności elementów konstrukcyjnych, a tym samym na wydłużenie czasu ich pracy oraz obniżenie kosztów eksploatacyjnych i środowiskowych.

2. ANALIZA STANU ZAGADNIENIA

Nadstopy niklu stanowią kluczową grupę materiałów przeznaczonych do pracy w wysokiej temperaturze, łącząc podwyższoną wytrzymałość mechaniczną z odpornością na pełzanie i korozję wysokotemperaturową. Do nadstopów o istotnym znaczeniu dla przemysłu lotniczego należy polikrystaliczny nadstop Haynes 282, który został wprowadzony do praktyki produkcyjnej w 2005 roku. Podstawowym zakresem zastosowań nadstopu niklu Haynes 282 jest przemysł lotniczy, jak i również te obszary przemysłu, gdzie wymagana jest odporność na warunki oddziaływania wysokiej temperatury oraz agresywnego środowiska chemicznego, w związku z tym, wiele zastosowań obejmuje sektor energetyczny i petrochemiczny [9]. Pierwsze badania prowadzonej z wykorzystaniem stopu Haynes 282 koncentrowały się głównie na ocenie wpływu klasycznych procesów obróbki cieplnej, stosowanych w materiałach przeznaczonych do przeróbki plastycznej (walcowanie, kucie), na kształtowanie mikrostruktury stopu determinującej właściwości mechaniczne, w tym odporność na oddziaływanie środowiska korozyjno-utleniającego oraz naprężeń zmęczeniowych. W ostatnich latach, wraz z rosnącymi wymaganiami dotyczącymi odporności na pełzanie i utlenianie w ekstremalnych warunkach pracy, zakres badań nad Haynes 282 uległ poszerzeniu. Coraz częściej podejmuje się próby zastosowania tego stopu w procesach odlewniczych, w tym w odlewaniu precyzyjnym, które dla lotnictwa ma znaczenie fundamentalne ze względu na możliwość wytwarzania komponentów o złożonej geometrii i wysokiej dokładności wymiarowej. Równolegle prowadzone są prace nad technologiami przyrostowymi, takimi jak selektywne topienie laserowe (z ang. *Selective Laser Melting* SLM) czy napawanie laserowe (z ang. *Laser Metal Deposition* LMD). Umożliwiają one wytwarzanie elementów o skomplikowanych kształtach, jednak wymagają dalszej optymalizacji technologii, w tym parametrów procesów wytwarzania i obróbki cieplnej w celu ograniczenia defektów,

w szczególności porowatości. Aktualne kierunki badań obejmują zatem zarówno rozwój alternatywnych metod wytwarzania Haynes 282, jak i analizę jego odporności na pełzanie i utlenianie w warunkach długotrwałej eksploatacji. Istotnym aspektem jest także łączenie różnych mechanizmów umocnienia materiału, co może prowadzić do uzyskania unikatowej kombinacji właściwości użytkowych produktów wytwarzanych z nadstopu Haynes 282, wymaganych w lotnictwie i energetyce.

2.1. Wpływ obróbki cieplnej na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne nadstopu Haynes 282

Obróbka cieplna odgrywa kluczową rolę w kształtowaniu właściwości mechanicznych nadstopów niklu, w tym stopu Haynes 282, którego umocnienie wynika głównie z obecności i morfologii wydzieleń fazy γ′. Parametry procesu przesycania i starzenia determinują wielkość, kształt oraz udział objętościowy wydzieleń, a w konsekwencji decydują o odporności materiału na pełzanie, jego plastyczności oraz właściwościach zmęczeniowych. W literaturze opublikowano wyniki badań dotyczących modyfikacji parametrów konwencjonalnej obróbki cieplnej stosowanej komercyjnie dla stopu Haynes 282. Wyniki tych prac potwierdzają zasadność stosowania niestandardowych wariantów procesu przesycania i starzenia w kontekście możliwości rozszerzenia zakresu eksploatacyjnych zastosowań materiału. Przykładem jest opracowanie, w którym przeprowadzono badania mające na celu ocenę wpływu różnych parametrów obróbki cieplnej na właściwości stopu. Przebadano więc 30 różnych wariantów stopu i oceniono ich wpływ na mikrostrukturę oraz twardość stopu [10]. Uzyskane wyniki jednoznacznie wskazują, że właściwości mechaniczne stopu można regulować poprzez dobór warunków procesu starzenia, w szczególności czasu i temperatury, co pozwala na optymalizowanie udziału objętościowego oraz morfologii wydzieleń γ′. Istotnym aspektem tych badań było również wskazanie mechanizmów odpowiedzialnych za ewolucję mikrostruktury. Wykazano, że niedopasowanie sieci krystalicznej pomiędzy osnową γ, a wydzieleniami γ′ ma kluczowy wpływ na stabilność cieplną oraz koagulację wydzieleń. Zjawiska te determinują długoletnią stabilność mikrostruktury materiału, a przez to właściwości mechaniczne stopu podczas pracy w podwyższonej temperaturze.

W kolejnych pracach analizowano wyniki prowadzonej dwustopniowej obróbki cieplnej, przy zastosowaniu różnych prędkości chłodzenia materiału, wskazując ich wpływ na sposób zarodkowania oraz rozmiar wydzieleń fazy γ′ [11]. Zbyt szybkie chłodzenie sprzyja powstawaniu drobnych, dyspersyjnych wydzieleń, zapewniających korzystny efekt umocnienia. Natomiast w przypadku zastosowania wolnego chłodzenia dochodzi do rozrostu

cząstek γ′, koagulacji mniejszych wydzieleń (redukcji ich udziału), co prowadzi do powstania mikrostruktury charakteryzującej się obecnością wydzieleń tej fazy o większych wymiarach, przy jednoczesnym spadku jej udziału objętościowego. Obserwacje te potwierdzają, że precyzyjna kontrola parametrów przesycania, chłodzenia i starzenia jest skutecznym narzędziem do kształtowania pożądanej mikrostruktury i tym samym właściwości mechanicznych. Szczegółowe badania dotyczące przemiany fazy γ′ wskazują, że koagulacja i rozrost wydzieleń podczas długotrwałego oddziaływania temperatury podczas realizowanej obróbki cieplnej mają decydujący wpływ na stabilność mikrostruktury [12]. Obecność drobnodyspersyjnych cząstek o jednorodnym rozkładzie sprzyja zwiększeniu odporności na pełzanie i poprawie trwałości zmęczeniowej, natomiast niekontrolowany rozrost γ′ skutkuje obniżeniem efektu umocnienia wydzieleniowego.

2.2. Wpływ temperatury odkształcania na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne nadstopu Haynes 282

Mechanizm odkształcania w nadstopie Haynes 282 silnie zależy od temperatury, co determinuje jego właściwości mechaniczne i możliwość zastosowania w aplikacjach eksploatowanych w warunkach wysokiej temperatury i silnie korozyjnego środowiska. Wpływ temperatury na mechanizm odkształcania i właściwości mechaniczne stopu Haynes 282 analizowano m.in. w pracy Zhang i wsp. (2018) [13]. Autorzy przeprowadzili próby statycznego rozciągania stopu w zakresie temperatury od pokojowej do 800°C oraz wykonali obserwacje mikrostruktury przy użyciu transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Uzyskane krzywe rozciągania pozwoliły na określenie zmian wartości granicy plastyczności w funkcji temperatury, natomiast analiza TEM umożliwiła identyfikację dominujących mechanizmów odkształcenia związanych z oddziaływaniem dyslokacji na wydzielenia γ′. Wyniki wykazały, że w zakresie temperatury od pokojowej do około 600°C wartość granicy plastyczności nie zmienia się, co związane jest z dominacją mechanizmu przecinania wydzieleń γ′ przez dyslokacje. Powyżej temperatury 600°C odnotowano gwałtowny spadek wartości $R_{0.2}$. Obserwacje mikrostruktury potwierdziły, że w temperaturze powyżej ok. 760°C odkształcenie plastyczne zachodzi głównie poprzez mechanizm omijania wydzieleń γ′ przez dyslokacje, określany jako mechanizm Orowana, który charakteryzuje się tym, że dyslokacje zapętlają się wokół cząstek fazy umacniającej, tworząc wokół nich pętle. Kolejne dyslokacje spiętrzają się na tych barierach, co prowadzi do obniżenia krytycznego naprężenia ścinającego wymaganego do dalszego poślizgu, a w konsekwencji do spadku granicy plastyczności i ograniczenia efektywności umocnienia wydzieleniowego. Mechanizm Orowana determinuje stabilność właściwości mechanicznych nadstopu Haynes 282. W miarę wzrostu temperatury zwiększa prawdopodobieństwo aktywacji tego

mechanizmu, co prowadzi do zmniejszenia efektywności umocnienia wydzieleniowego i obniżenia wartości granicy plastyczności. Zjawisko to wyznacza krytyczny punkt temperatury, powyżej którego materiał charakteryzuje się niższą żarowytrzymałością, co należy uwzględnić przy projektowaniu jego zastosowań w aplikacjach wymagających stosowania wysokiej wartości temperatury.

Stop Haynes 282 został pierwotnie zaprojektowany do zastosowania do pracy w temperaturze podwyższonej, gdzie oprócz odporności na utlenianie kluczową rolę odgrywa żarowytrzymałość oraz stabilność mikrostruktury podczas długotrwałej eksploatacji. W celu określenia zmian zachodzących w mikrostrukturze stopu, morfologii cząstek fazy umacniającej γ′ podczas długotrwałego starzenia, Alexandratou-Deligiannis i wsp. (2020 r.) [14] przeprowadzili badania stopu poddanego obróbce cieplnej. Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono przy zastosowaniu transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), która umożliwiła ilościową ocenę udziału objętościowego, morfologii oraz rozmiarów wydzieleń γ′ na kolejnych etapach starzenia. Analizy prowadzono zarówno przy zastosowaniu metod obserwacji w warunkach jasnego i ciemnego pola, jak i przy wykorzystaniu dyfrakcji elektronów (SAED), co pozwoliło na jednoznaczną identyfikację cząstek fazy umacniającej.

Uzyskane wyniki potwierdziły, że Haynes 282 charakteryzuje się wysoką stabilnością mikrostrukturalną w badanym zakresie temperatury, a proces rozrostu i koagulacji wydzieleń γ′ przebiega w sposób kontrolowany, nie prowadząc do gwałtownej degradacji właściwości mechanicznych. Stabilność fazy γ′ oraz utrzymywanie jej znacznego udziału objętościowego nawet po długotrwałym starzeniu stanowią podstawę żarowytrzymałości tego stopu, co potwierdza zasadność jego stosowania na elementy turbin lotniczych i energetycznych. Ponadto, tego typu badania zapewniają o możliwości optymalizacji parametrów obróbki cieplnej i wydłużenia trwałości komponentów eksploatowanych zarówno w warunkach wysokiej temperatury, jak i w środowisku oddziaływania ciśnienia gazów spalinowych, gdzie poza wysoką temperaturą występują dodatkowe czynniki, takie jak cykliczne zmiany obciążeń cieplno-mechanicznych.

2.3. Zastosowanie nadstopu Haynes 282 w technologiach przyrostowych

Stop Haynes 282, pierwotnie opracowany z myślą o konwencjonalnych metodach wytwarzania, jest obecnie coraz częściej stosowany także w technologiach przyrostowych, w tym w procesach: selektywnego topienia laserowego (SLM) oraz napawaniu laserowym (DED). Do kluczowych metod przyrostowych stosowanych w przypadku stopu Haynes 282 zalicza się selektywne topienie laserowe (SLM, *Selective Laser Melting*) oraz bezpośrednie napawanie

laserowe (DED, *Direct Energy Deposition*), które umożliwiają wytwarzanie elementów o złożonej geometrii przy jednoczesnym obniżeniu strat materiałowych i skróceniu łańcucha produkcyjnego – zmniejszenie liczby operacji w ciągu technologicznym [15]. Rozwój tych metod w kształtowaniu mikrostruktury nadstopu Haynes 282 stanowi o nowych możliwościach zastosowania tego materiału w produkcji elementów przeznaczonych do zastosowania w przemyśle lotniczym i energetycznym, a więc w aplikacjach specjalnych wymagających wysokiej precyzji wykonania i kontrolowanych właściwości użytkowych [16].

W badaniach nad stopem Haynes 282 zastosowanym w procesie przyrostowym analizowano wpływ gęstości energii lasera (moc, prędkość skanowania, grubość warstwy proszku) na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne wytworzonych elementów [17]. Wyniki wskazały, że przy gęstości energii 90–110 J/mm³ uzyskano wysoką gęstość względną próbek (≥ 99,5%), przy jednoczesnym ograniczeniu udziału objętościowego porów do wartości poniżej 0,5%.

Kolejnym obszarem badań była analiza wpływu kierunku budowy warstwowej na odpowiedź zmęczeniową nadstopu Haynes 282. Kopeć i wsp. (2023) [18] analizowali wpływ kierunku drukowania na odpowiedź zmęczeniową oraz rozwój uszkodzeń w próbkach wykonanych metodą DMLS. Badania przeprowadzono dla trzech kierunków budowy: 0°, 45° i 90°. Wykazano, że kierunek drukowania nie wpływał istotnie na odpowiedź zmęczeniową, a różnice w trwałości zmęczeniowej pomiędzy badanymi orientacjami były niewielkie.

Istotnym etapem doskonalenia technologii przyrostowych Haynes 282 była optymalizacja obróbki cieplnej. Deshpande i wsp. (2020) [19] zbadali wpływ różnych wariantów wyżarzania i starzenia na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne elementów wytworzonych metodą SLM. Badania nad stopem Haynes 282 wytwarzanym metodą SLM wykazały istotny wpływ zastosowanej obróbki cieplnej na proces wydzielania fazy γ′ oraz właściwości mechaniczne materiału. W stanie bezpośrednio po procesie SLM nie stwierdzono obecności wydzieleń γ′, natomiast ich powstawanie zaobserwowano podczas badań in situ TEM po osiągnięciu temperatury około 950°C. Po wygrzewaniu w temperaturze 1000°C przez 2 h średnia średnica wydzieleń γ′ wynosiła około 60 nm, przy czym największe obserwowane cząstki osiągały ok. 130 nm. Zastosowanie kolejnego etapu starzenia w temperaturze 788°C przez 8 h powodowało jedynie niewielki wzrost średniej średnicy wydzieleń do około 68 nm. Towarzyszył temu wzrost twardości oraz granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie w porównaniu ze stanem po przesycaniu, co autorzy wiążą z umacniającym oddziaływaniem fazy γ′. Zastosowanie dodatkowych procesów konsolidacji, takich jak HIP (ang. *Hot Isostatic Pressing*), pozwala na zamykanie wewnętrznych pęknięć oraz redukcję porowatości resztkowej w materiałach wytwarzanych metodą LPBF do wartości poniżej 0,1% [20]. Dotychczasowe wyniki badań

wskazują na możliwość zastosowania technologii przyrostowych do wytwarzania elementów z nadstopu Haynes 282 o korzystnych właściwościach mechanicznych. Zinke i in., stosując technologię DED-AW, uzyskali w stanie po procesie wartość wytrzymałości na rozciąganie w temperaturze pokojowej wynoszącą ok. 800–880 MPa, przy czym najwyższą średnią wartość UTS, wynoszącą 879±10 MPa, uzyskano dla wielościegowej struktury blokowej. Po zastosowaniu obróbki cieplnej obejmującej wygrzewanie w temperaturze 1160°C przez 2 h, 1010°C przez 2 h oraz starzenie w temperaturze 788°C przez 8 h materiał poddano badaniom w próbie rozciągania w temperaturze 871°C. Uzyskane wartości właściwości wytrzymałościowych spełniały wymagania określone dla materiału referencyjnego, wynoszące 565 MPa dla UTS oraz 490 MPa dla granicy plastyczności [21]. Wyniki te wskazują, że technologie przyrostowe mogą stanowić alternatywę dla tradycyjnych metod wytwarzania, szczególnie w produkcji elementów o złożonej geometrii.

2.4. Zastosowanie nadstopu Haynes w procesie odlewania

Jednym z kluczowych celów niniejszej pracy było dokonanie oceny możliwości zastosowania procesów odlewania w wytwarzaniu elementów z nadstopu niklu Haynes 282, który należy do materiałów przeznaczonych do przeróbki plastycznej. Zastosowanie technologii odlewniczych umożliwia wytwarzanie elementów o złożonej geometrii bez konieczności stosowania kosztownych i energochłonnych operacji kształtowania plastycznego, co przekłada się na ograniczenie strat materiałowych oraz skrócenie procesu technologicznego. Aspekt ten ma szczególne znaczenie w przypadku komponentów o skomplikowanej budowie, typowych dla przemysłu lotniczego i energetycznego. Nowoczesne techniki odlewnicze, w szczególności odlewanie precyzyjne (odlewów kierunkowo krystalizujących), stwarzają możliwość kontroli mikrostruktury materiału poprzez odpowiedni dobór parametrów procesu, takich jak temperatura ciekłego stopu, temperatura formy czy warunki krystalizacji. W efekcie możliwe jest kształtowanie mikrostruktury oraz rozkładu faz wtórnych w stopniu pozwalającym na uzyskanie właściwości mechanicznych porównywalnych z materiałami poddanymi przeróbce plastycznej, zwłaszcza po zastosowaniu odpowiedniej obróbki cieplnej. W toku realizacji pracy pierwotne założenia badawcze zostały poszerzone o wykonanie badań wraz z analizą możliwości łączenia efektów umocnienia wydzieleniowego uzyskiwanego w trakcie krystalizacji stopu z dodatkowymi mechanizmami umocnienia aktywowanymi podczas późniejszej przeróbki plastycznej. Takie podejście umożliwia intensyfikację oddziaływania wydzieleń fazy γ' zarówno w mikrostrukturze odlewu, jak i w ramach realizowanego następnie procesu odkształcania, co stanowi istotny element strategii poprawy właściwości użytkowych

stopu Haynes 282. Potencjał odlewniczy stopu Haynes 282 był przedmiotem licznych badań, obejmujących ocenę jego lejności, skłonności do powstawania wad odlewniczych oraz jakości uzyskiwanych odlewów. Prace te były realizowane zarówno w ramach publikacji naukowych, jak i rozpraw doktorskich, m.in. pracy Pani mgr Małgorzaty Zagórskiej pt. *„Makro- i mikrostruktura oraz właściwości mechaniczne nadstopu $NiCrCoMoTi_2Al_{1,5}$ w zastosowaniu na odlewy precyzyjne*"[22],[23]. Wyniki tych badań potwierdziły możliwość wytwarzania wysokiej jakości odlewów z tego stopu przy zachowaniu odpowiednich warunków procesu.

Zakres analiz obejmował obserwacje makrostruktury oraz badania mikrostrukturalne, ukierunkowane na określenie wpływu składu chemicznego i parametrów procesu odlewania na skład fazowy i właściwości mechaniczne materiału. Wykazano, że odpowiedni dobór temperatury metalu oraz temperatury formy ma kluczowe znaczenie dla uzyskania jednorodnej mikrostruktury, ograniczenia segregacji pierwiastków stopowych oraz minimalizacji wad powstających podczas krystalizacji. Wyniki te dostarczyły istotnych wskazówek dotyczących optymalizacji procesu technologicznego odlewania, w szczególności w odniesieniu do odlewów wytwarzanych w procesie odlewania precyzyjnego. Należy również podkreślić, że poza odlewaniem precyzyjnym możliwe jest wytwarzanie elementów wielkogabarytowych ze stopu Haynes 282 metodą odlewania do form piaskowych. Zagadnienie to zostało opisane w literaturze [24] i potwierdza potencjał tego stopu do zastosowań wykraczających poza typowe cienkościenne komponenty, co dodatkowo poszerza zakres jego możliwych aplikacji przemysłowych.

W pracy [25] przeprowadzono szczegółową analizę zmian mikrostrukturalnych w odlewie wielkogabarytowym ze stopu Haynes 282 poddanego długotrwałemu wyżarzaniu w podwyższonej temperaturze. Badania miały na celu ocenę stabilności mikrostruktury odlewniczej oraz jej zachowania podczas długotrwałego starzenia izotermicznego. Mikrostruktura w stanie po odlaniu charakteryzowała się obecnością osnowy γ, wydzieleń fazy umacniającej γ′, dwóch typów węglików typu MX oraz $M_{23}C_6$, a także obecnością fazy międzymetalicznej μ. Po zastosowaniu standardowej obróbki cieplnej zaobserwowano całkowite rozpuszczenie fazy μ, czemu towarzyszyło wydzielanie węglików typu M_6C. Procesy te świadczą o istotnej roli obróbki cieplnej w stabilizacji składu fazowego stopu Haynes 282 w stanie lanym. Wykazano, że stan mikrostrukturalnej równowagi osiągany był po około 266 godzinach starzenia w temperaturze 788°C. W dalszym etapie wyżarzania obserwowano stopniowy rozrost cząstek fazy γ′, przy jednoczesnym zachowaniu ich sferoidalnej morfologii. Węgliki typu MX ulegały w czasie długotrwałego wyżarzania jedynie nieznacznym zmianom zarówno pod względem morfologii, jak i składu chemicznego, co wskazuje na ich wysoką

stabilność termodynamiczną. Granice ziarn były wzbogacone w wydzielenia węglików $M_{23}C_6$ oraz M_6C, przy czym taka mikrostruktura pozostawała stabilna nawet po bardzo długim czasie starzenia. Co istotne, po 10 000 godzinach wyżarzania w temperaturze 788°C nie stwierdzono ponownego wydzielania fazy μ, w szczególności w postaci wydzieleń w kształcie igieł na granicach ziaren, które mogłyby negatywnie wpływać na właściwości materiału, w tym odporności na pełzanie. Uzyskane wyniki jednoznacznie wskazują, że stop Haynes 282 w stanie lanym charakteryzuje się wysoką stabilnością mikrostrukturalną podczas długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze. Zachowanie stabilnej morfologii wydzieleń γ′ oraz brak niekorzystnych przemian fazowych sprzyjają utrzymaniu wysokiej odporności na pełzanie, co czyni ten materiał perspektywicznym nie tylko dla zastosowań lotniczych, lecz również dla elementów pracujących w zaawansowanych systemach energetycznych, takich jak elektrownie o podwyższonych parametrach pracy.

Uzyskane w literaturze wyniki dotyczące stabilności mikrostrukturalnej odlewanego stopu Haynes 282 stanowią istotne odniesienie dla zakresu niniejszej pracy. Wykazana zdolność stopu do utrzymania stabilnego składu fazowego oraz morfologii wydzieleń γ′ podczas długotrwałego starzenia w temperaturze 788°C potwierdza zasadność rozważania procesów odlewania jako realnej metody wytwarzania elementów z tego materiału. W kontekście niniejszych badań szczególne znaczenie ma obserwacja skutecznego rozpuszczenia fazy μ w wyniku obróbki cieplnej oraz brak jej ponownego wydzielania nawet po bardzo długim czasie wyżarzania, co wskazuje na możliwość uzyskania stabilnej mikrostruktury już na etapie materiału wyjściowego do dalszych procesów technologicznych. Wyniki te stanowią podstawę do podjęcia badań nad łączeniem procesu odlewania z kolejnymi etapami przetwarzania materiału, w tym przeróbką plastyczną oraz modyfikowaną obróbką cieplną, ukierunkowanymi na intensyfikację mechanizmów umocnienia wydzieleniowego i dalszą poprawę właściwości użytkowych stopu Haynes 282.

Wraz z rozwojem badań nad odlewami ze stopu Haynes 282 zidentyfikowano również ograniczenia technologiczne związane z wytwarzaniem elementów wielkogabarytowych. Wykazano, że poza standardowo analizowanymi zależnościami pomiędzy obróbką cieplną a właściwościami mechanicznymi, istotnym problemem pozostaje skłonność do powstawania pęknięć w odlewach. W odpowiedzi na te obserwacje podejmowano próby modyfikacji przebiegu oddziaływania temperatury na mikrostrukturę materiału, ukierunkowane na ograniczenie defektów powstających w czasie krystalizacji dużych odlewów. Skuteczność takiego podejścia potwierdzono m.in. w pracy opublikowanej w Mechanics & Industry w 2024 r. [26], w której zaproponowano zoptymalizowany wariant obróbki cieplnej dużych

odlewów ze stopu Haynes 282. Przeprowadzone analizy wykazały, że pęknięcia inicjowane na granicach ziarn są w dużej mierze związane z lokalnym topnieniem fazy międzymetalicznej μ w trakcie obróbki cieplnej. Ponadto stwierdzono, że pęknięcia obserwowane w węglikach typu MC, bogatych w tytan i molibden, są konsekwencją zbyt intensywnego chłodzenia po drugim etapie wyżarzania ujednorodniającego. Na podstawie przeprowadzonych badań zaproponowano zmodyfikowany schemat obróbki cieplnej, obejmujący kontrolę temperatury i szybkości chłodzenia, który pozwolił na skuteczne ograniczenie powstawania pęknięć zarówno na granicach ziarn, jak i w obszarze wydzieleń, głównie węglików. Zastosowanie zoptymalizowanego procesu przełożyło się na poprawę jakości mikrostrukturalnej oraz właściwości mechanicznych dużych odlewów ze stopu Haynes 282, potwierdzając zasadność prowadzenia dalszych badań nad optymalizacją procesów odlewania i obróbki cieplnej uwzględniającą właściwości fizyczne stopu Haynes 282. Stwierdzono zatem, że pomimo istotnego postępu w zakresie optymalizacji procesów odlewania i obróbki cieplnej stopu Haynes 282, dostępne badania koncentrują się głównie na eliminacji pęknięć oraz poprawie jakości mikrostrukturalnej dużych odlewów poprzez modyfikację parametrów obróbki cieplnej. W mniejszym stopniu analizowany jest natomiast wpływ tak uzyskanej mikrostruktury w odlewach na dalsze możliwości kształtowania właściwości materiału w kolejnych etapach technologicznych determinujących finalne możliwości stosowania stopu. W szczególności brakuje systematycznych badań dotyczących synergii pomiędzy mikrostrukturą ukształtowaną podczas krystalizacji, a mechanizmami umocnienia aktywowanymi w trakcie przeróbki plastycznej, a także wpływu tych procesów na stabilność wydzieleń γ′ i zachowanie materiału w warunkach obciążeń cieplno-mechanicznych.

Zidentyfikowane w literaturze ograniczenia stanowią bezpośrednie uzasadnienie zakresu i metodyki niniejszej pracy. Przedstawione badania nad stabilnością mikrostrukturalną oraz eliminacją pęknięć w odlewach Haynes 282 wskazują, że możliwe jest uzyskanie jakościowego materiału wyjściowego w stanie po odlaniu. W niniejszej pracy przyjęto zatem podejście polegające na połączeniu procesu odlewania z kontrolowaną przeróbką plastyczną oraz modyfikowaną obróbką cieplną, w celu aktywnego wykorzystania mikrostruktury po odlaniu do intensyfikacji mechanizmów umocnienia wydzieleniowego. Takie podejście umożliwia ocenę, czy odpowiednio zaprojektowany ciąg technologiczny pozwala nie tylko na eliminację wad odlewniczych, lecz również na dalszą poprawę właściwości użytkowych stopu Haynes 282, wykraczającą poza efekty osiągane w materiałach wytwarzanych wyłącznie metodami konwencjonalnymi.

Kolejnym istotnym zagadnieniem związanym z procesem odlewania do form piaskowych stopu Haynes 282 jest występowanie porowatości skurczowej, która również stała się przedmiotem szczegółowych badań [27]. Wykazano, że w obszarach występowania porów dochodzi do lokalnych zmian składu chemicznego osnowy, sprzyjających wydzielaniu cząstek fazy γ′. Proces ten jest związany przede wszystkim z lokalnym wzbogaceniem w aluminium, stanowiącym główny pierwiastek odpowiedzialny za tworzenie fazy umacniającej. Obecność wydzieleń γ′ w strefach porowatości skurczowej może prowadzić do powstawania lokalnych koncentracji naprężeń oraz inicjacji mikropęknięć, co negatywnie wpływa na właściwości mechaniczne materiału. W badaniach wykazano, że interakcja pomiędzy porowatością a wydzieleniami fazy γ′ stanowi istotny czynnik degradujący jednorodność mikrostruktury odlewów. Zrozumienie tego mechanizmu ma kluczowe znaczenie dla dalszej optymalizacji składu chemicznego stopu Haynes 282 oraz parametrów obróbki cieplnej, w szczególności w kontekście ograniczenia porowatości skurczowej i poprawy trwałości mechanicznej odlewów.

2.5. Kształtowanie mikrostruktury stopu Haynes 282 w procesie odlewania i przeróbki cieplno-plastycznej

Powyższe obserwacje wskazują, jak istotne znaczenie ma świadome projektowanie procesów wytwarzania stopu Haynes 282, obejmujące zarówno dobór składu chemicznego, jak i parametrów odlewania oraz obróbki cieplnej. Odpowiednie sterowanie warunkami krystalizacji, przebiegiem oddziaływania obróbki cieplnej oraz sekwencją procesów technologicznych decyduje o jednorodności mikrostruktury, stabilności fazowej oraz ograniczeniu wad odlewniczych. Właściwy dobór parametrów procesowych stanowi zatem kluczowy element zapewnienia powtarzalnych właściwości mechanicznych i długotrwałej niezawodności elementów wykonanych ze stopu Haynes 282, zwłaszcza w zastosowaniach wymagających pracy w podwyższonej temperaturze.

Badania nad nadstopem Haynes 282 [26] wskazują, że zastosowana technologia wytwarzania, obejmująca odlewanie lub przeróbkę plastyczną, w istotny sposób wpływa na kształtowanie jego mikrostruktury, a w konsekwencji na uzyskiwane właściwości mechaniczne i użytkowe. Jak wskazano powyżej, procesy odlewania, w tym odlewanie precyzyjne oraz do form piaskowych, umożliwiają uzyskanie elementów o złożonej geometrii oraz stabilnej mikrostrukturze po odpowiednio dobranej obróbce cieplnej. Jednocześnie literatura wskazuje, że materiały w stanie lanym charakteryzują się ograniczoną plastycznością oraz niższą wytrzymałością w porównaniu z materiałami poddanymi przeróbce plastycznej, co stanowi istotne ograniczenie ich zastosowania w elementach narażonych na złożone obciążenia

mechaniczne. W tym kontekście coraz większą uwagę poświęca się koncepcji łączenia procesów odlewania i przeróbki plastycznej, której celem jest wykorzystanie zalet obu metod wytwarzania. Odpowiednio zaprojektowany ciąg technologiczny pozwala na uzyskanie wyrobu charakteryzującego się kształtem zbliżonym do końcowej geometrii już na etapie odlewania, jak i również, na modyfikację mikrostruktury poprzez kontrolowane odkształcenie plastyczne, prowadzące do aktywacji procesów rekrystalizacji dynamicznej i statycznej. Mechanizmy te umożliwiają rozdrobnienie mikrostruktury, homogenizację oraz intensyfikację procesu umocnienia wydzieleniowego, co ma bezpośredni wpływ na poprawę właściwości mechanicznych. Istotnych danych porównawczych w tym zakresie dostarczają badania opublikowane w 2018 roku przez Kima, Parka i Ahna w Advances in Materials Science and Engineering [28], w których zestawiono właściwości stopu Haynes 282 w stanie odlewanym i kutym. Próby rozciągania prowadzone w zakresie temperatury od 25 do 800°C wykazały, że materiał odlewany charakteryzuje się niższą wytrzymałością i plastycznością w całym badanym zakresie temperatury w porównaniu z materiałem po kuciu. Jednocześnie w próbach pełzania prowadzonych w temperaturze 750°C zaobserwowano jedynie niewielkie różnice w czasie do zerwania pomiędzy materiałem w stanie lanym i przerobionym plastycznie. Autorzy powiązali te wyniki z odmiennymi mechanizmami odkształcania oraz różnicami w mikrostrukturze, wynikającymi z procesów wytwarzania stopu. Wyniki te wskazują, że choć stan odlewniczy stopu Haynes 282 może zapewniać odpowiednią odporność na pełzanie w podwyższonej temperaturze, to dopiero zastosowanie przeróbki plastycznej umożliwia pełne wykorzystanie potencjału właściwości mechanicznych tego materiału. Stanowi to bezpośrednie uzasadnienie dla podejścia przyjętego w niniejszej pracy, polegającego na analizie możliwości kształtowania mikrostruktury i właściwości stopu Haynes 282 poprzez sekwencyjne łączenie procesów odlewania, odkształcenia plastycznego oraz obróbki cieplnej.

2.6. Porównanie właściwości nadstopu Haynes 282 z wybranymi nadstopami niklu stosowanymi w lotnictwie

Inconel 718 jest jednym z najczęściej stosowanych w przemyśle lotniczym nadstopów niklu i stanowi istotny materiał odniesienia przy ocenie właściwości nowoczesnych nadstopów przeznaczonych do pracy w podwyższonej temperaturze, w tym Haynes 282. Inconel 718 to nadstop niklu przerabiany plastycznie, wykorzystywany szeroko na elementy takie jak: tarcze turbin, elementy sprężarek, wały oraz komponenty konstrukcyjne silników [29].

Inconel 718 (tabela 1) i Haynes 282 różnią się składem chemicznym oraz mechanizmem umocnienia, jednak oba nadstopy są stosowane do wytwarzania odpowiedzialnych elementów pracujących w podwyższonej temperaturze. Właściwości obu materiałów są w znacznym

stopniu determinowane przez stan mikrostruktury, kształtowany w kolejnych etapach procesu technologicznego. W porównaniu z nadstopem Inconel 718, którego umocnienie wydzieleniowe związane jest przede wszystkim z obecnością metastabilnej fazy γ″, Haynes 282 jest nadstopem umacnianym głównie uporządkowaną fazą γ′. Różnice w składzie chemicznym, w szczególności większa zawartość Co i Mo oraz znacznie mniejsza zawartość Fe i Nb w Haynes 282, wpływają na odmienny przebieg przemian fazowych i stabilność mikrostruktury obu materiałów. Stabilność fazy γ′ oraz skład osnowy γ zapewniają nadstopowi Haynes 282 korzystną odporność na pełzanie i możliwość długotrwałej pracy w temperaturze wyższej niż w przypadku Inconel 718.

Tabela 1. Skład chemiczny nadstopu niklu Inconel 718 (UNS N07718), % mas.

Fe	**Ni**	**Cr**	**Nb**	**Mo**	**Ti**	**Al**	**Co**	**Si**	**Cu**	**B**	**Mn**	**C**	**S**	**P**
18,5	52,5	19,0	5,1	3,0	0,9	0,5	0,5	0,2	0,15	0,003	0,2	0,04	0,005	0,005

Inconel 718 charakteryzuje się korzystnym połączeniem właściwości mechanicznych, odporności zmęczeniowej oraz odporności na korozję w podwyższonej temperaturze, co determinuje szeroki zakres jego zastosowania w przemyśle lotniczym. Właściwości mechaniczne tego nadstopu są kształtowane przede wszystkim poprzez odpowiednio dobrane parametry obróbki cieplnej, prowadzącej do wydzielania faz umacniających. Główną fazą odpowiedzialną za umocnienie wydzieleniowe Inconel 718 jest metastabilna faza międzymetaliczna γ″ (Ni_3Nb), koherentna z osnową γ. Podobnie jak w przypadku Haynes 282, właściwości wytrzymałościowe Inconel 718 są w znacznym stopniu kształtowane w procesie umocnienia wydzieleniowego, przy czym w obu nadstopach mechanizm ten związany jest z obecnością odmiennych faz umacniających. W Inconel 718 dominującą rolę odgrywa metastabilna faza γ″, której stabilność ogranicza możliwość długotrwałej eksploatacji materiału w temperaturze przekraczającej około 650–700°C, co prowadzi do zmian morfologii i udziału fazy γ″ oraz sprzyja wydzielaniu stabilnej fazy δ (Ni_3Nb). Towarzyszące temu zmniejszenie udziału fazy γ″ prowadzi do osłabienia efektu umocnienia wydzieleniowego i pogorszenia właściwości wytrzymałościowych nadstopu [30]. Wydzielanie fazy δ w nadstopie Inconel 718 jest związane ze zmianami stabilności układu fazowego zachodzącymi podczas długotrwałego oddziaływania podwyższonej temperatury. Anderson i wsp. [30] wskazali, że przemiany obejmujące fazę δ stanowią istotny czynnik determinujący stabilność mikrostrukturalną Inconel 718. Faza δ może współwystępować z fazą γ″, a jej kontrolowany udział nie musi prowadzić do istotnego obniżenia właściwości wytrzymałościowych. Nadmierne wydzielanie fazy δ

odbywa się jednak kosztem niobu dostępnego do tworzenia fazy γ″, prowadząc do zmniejszenia udziału podstawowej fazy umacniającej i w konsekwencji do zmian właściwości mechanicznych nadstopu. Nadmierny udział fazy δ, szczególnie w przypadku jej ciągłego wydzielania na granicach ziaren, może niekorzystnie wpływać na właściwości mechaniczne nadstopu, sprzyjając lokalizacji odkształcenia i koncentracji naprężeń. Kontrola udziału, morfologii i rozmieszczenia tej fazy stanowi zatem istotny element kształtowania mikrostruktury Inconel 718 poprzez odpowiednio dobrane parametry obróbki cieplnej. Ograniczona stabilność metastabilnej fazy γ″ oraz związane z nią zmiany układu fazowego w podwyższonej temperaturze należą do czynników ograniczających zakres długotrwałej eksploatacji Inconel 718 i stanowią istotną różnicę w porównaniu z nadstopami umacnianymi stabilniejszą fazą γ′, do których należy Haynes 282.

Inconel 718 należy do nadstopów niklu, dla których wpływ warunków obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej na kształtowanie mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych został szeroko opisany w literaturze. Opracowane dla tego materiału warunki odkształcania na gorąco umożliwiają kontrolowanie przebiegu procesów odnowy mikrostruktury i uzyskanie wymaganych właściwości wytwarzanych elementów. Z tego względu Inconel 718 może stanowić materiał odniesienia w badaniach nad możliwościami kształtowania mikrostruktury i właściwości nadstopu Haynes 282 z zastosowaniem procesów przeróbki plastycznej. W porównaniu z Inconel 718 nadstop Haynes 282 charakteryzuje się większą stabilnością fazy umacniającej γ′ w podwyższonej temperaturze, co umożliwia jego zastosowanie w elementach poddawanych długotrwałym obciążeniom w wyższym zakresie temperatury eksploatacji. Właściwości te wskazują na jego znaczący potencjał zastosowania w przemyśle lotniczym, szczególnie w przypadku elementów wymagających zachowania stabilności mikrostruktury i właściwości mechanicznych podczas długotrwałej pracy w podwyższonej temperaturze. Haynes 282 nie powinien być przy tym traktowany jako bezpośredni zamiennik Inconel 718, lecz jako materiał umożliwiający rozszerzenie zakresu zastosowań nadstopów niklu w warunkach, w których stabilność mikrostrukturalna i odporność na pełzanie stanowią istotne kryteria doboru materiału. Uzasadnia to prowadzenie dalszych badań nad wpływem procesów technologicznych, w szczególności obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej na gorąco, na kształtowanie mikrostruktury i właściwości nadstopu Haynes 282. Należy również wskazać potencjał nadstopu Haynes 282 jako materiału rozszerzającego zakres zastosowań w stosunku do powszechnie stosowanego Inconel 718, a jednocześnie stanowiącego alternatywę dla bardziej zaawansowanych nadstopów niklu przeznaczonych do pracy w wysokiej temperaturze.

Przedstawiona analiza wskazuje na zasadność dalszych badań nad kształtowaniem mikrostruktury i właściwości istniejących nadstopów niklu poprzez odpowiedni dobór i łączenie procesów technologicznych, bez konieczności modyfikacji ich składu chemicznego. Zastosowanie różnych metod wytwarzania, obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej oraz odpowiednie kształtowanie ich parametrów pozwala na kontrolowanie przemian zachodzących w mikrostrukturze, a tym samym na uzyskanie właściwości dostosowanych do określonych warunków eksploatacji. Takie podejście stanowi podstawę do opracowania alternatywnych sekwencji technologicznych wykorzystujących potencjał materiałowy istniejących nadstopów niklu. Połączenie procesu odlewania z późniejszą przeróbką plastyczną stwarza możliwość kształtowania mikrostruktury materiału otrzymanego w wyniku krystalizacji oraz ograniczenia wpływu charakterystycznych dla stanu odlanego niejednorodności strukturalnych na jego właściwości. Odpowiedni dobór temperatury i prędkości odkształcenia może prowadzić do aktywacji procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej, powodujących reorganizację struktury dyslokacyjnej oraz tworzenie nowych ziaren. Postępująca rekrystalizacja może prowadzić do zmniejszenia niejednorodności mikrostruktury odlewniczej, rozdrobnienia ziaren oraz ograniczenia wpływu pierwotnej struktury dendrytycznej na właściwości materiału. W rezultacie możliwe jest uzyskanie bardziej jednorodnej mikrostruktury oraz korzystnego zespołu właściwości mechanicznych, a także przygotowanie materiału do kolejnych etapów kształtowania technologicznego. Kontrolowanie przebiegu procesów odnowy mikrostruktury podczas odkształcania plastycznego na gorąco może tym samym stanowić istotny element kształtowania właściwości odlewanych nadstopów niklu przeznaczonych do pracy w podwyższonej temperaturze. Rekrystalizacja dynamiczna w polikrystalicznych nadstopach niklu odgrywa kluczową rolę w kształtowaniu ich właściwości mechanicznych podczas odkształcania na gorąco. Proces ten, zachodzący w trakcie przeróbki plastycznej, wpływa bezpośrednio na wielkość i rozkład ziaren, a tym samym na wytrzymałość, odporność na pełzanie oraz stabilność mikrostrukturalną w podwyższonej temperaturze. Świadome sterowanie parametrami odkształcenia, takimi jak temperatura i prędkość odkształcenia, umożliwia kontrolę przebiegu rekrystalizacji dynamicznej i stanowi istotne narzędzie w projektowaniu warunków technologicznych dla nadstopów niklu. Wpływ warunków odkształcania plastycznego na gorąco na przebieg rekrystalizacji dynamicznej nadstopów niklu analizowano m.in. w pracy dotyczącej nadstopu GH4065, opublikowanej w 2020 roku w Advanced Engineering Materials [31]. Przeprowadzone próby izotermicznego ściskania nadstopu GH4065 w zakresie temperatury od 1000 do 1150°C, przy zastosowaniu prędkości odkształcenia od 0,001 do 10 s^{-1} wykazały charakterystyczny przebieg krzywych płynięcia,

wskazujący na zachodzenie rekrystalizacji dynamicznej podczas prowadzonego procesu odkształcania. Analiza mikrostruktury z wykorzystaniem technik EBSD i TEM pozwoliła na identyfikację dominujących mechanizmów zarodkowania nowych ziaren, w tym rekrystalizacji indukowanej przez wydzielenia oraz nieciągłej rekrystalizacji dynamicznej. W szczególności wykazano istotną rolę wydzieleń fazy γ′, które poprzez oddziaływanie z dyslokacjami sprzyjały lokalnej koncentracji energii odkształcenia inicjującej proces rekrystalizacji. Choć przedstawione wyniki dotyczą innego nadstopu niklu, stanowią one wartościowe odniesienie dla analizy procesów rekrystalizacji dynamicznej również w przypadku stopu Haynes 282. Wskazują one, że odpowiednio zaprojektowane warunki odkształcenia na gorąco mogą być skutecznym narzędziem modyfikacji mikrostruktury nadstopów umacnianych wydzieleniowo, co uzasadnia podjęcie badań nad łączeniem procesów odlewania i przeróbki plastycznej w celu świadomego wykorzystania mechanizmów rekrystalizacji dynamicznej w kształtowaniu właściwości tego materiału.

Opracowywane są także modele matematyczne i fizyczne umożliwiające przewidywanie udziału objętościowego rekrystalizacji dynamicznej (*z ang. dynamic recrystalization,* DRX) w zależności od parametrów odkształcenia na gorąco i temperatury [31]. Modele tego typu pozwalają na oszacowanie zmian wielkości ziarna po odkształceniu, uwzględniając kinetykę procesów niwelujących wpływ energii odkształcania i rekrystalizacji w strefie plastycznego odkształcenia. Predykcja frakcji objętościowej tworzonych ziaren w wyniku procesu DRX stanowi cenne narzędzie do projektowania procesów obróbki plastycznej, od doboru temperatury i prędkości odkształcenia po strategię kontrolowanego chłodzenia. Takie modele dostarczają danych, które mogą być wykorzystane w optymalizacji parametrów procesu w celu realizacji działań uwzględniających kontrolę w zakresie kształtowania mikrostruktury i właściwości mechanicznych nadstopów niklu, w tym stopu Haynes 282. Dzięki nim możliwe jest przewidywanie zależności pomiędzy przebiegiem odkształcenia, a ostatecznym rozkładem ziaren, co jest kluczowe przy projektowaniu procesu przeróbki cieplno-plastycznej z uwzględnieniem potrzeb użytkowych komponentów, takich jak odporność na pełzanie oraz stabilność mikrostrukturalna w wysokiej temperaturze.

Przedstawione w poprzednich podrozdziałach wyniki badań jednoznacznie wskazują, że stop Haynes 282 może być skutecznie wytwarzany metodami odlewniczymi, pod warunkiem właściwego doboru parametrów procesu oraz odpowiednio zaprojektowanej obróbki cieplnej. Wykazano wysoką stabilność mikrostrukturalną odlewów ze stopu Haynes 282, dobrą odporność na pełzanie oraz możliwość eliminacji niekorzystnych faz międzymetalicznych poprzez modyfikację parametrów obróbki-cieplnej. Jednocześnie wykazano, że materiały

w stanie lanym, mimo poprawnych właściwości wysokotemperaturowych, wykazują ograniczoną plastyczność oraz niższą wytrzymałość w porównaniu z materiałem poddanym przeróbce plastycznej, co ogranicza ich zastosowanie w elementach pracujących pod złożonymi obciążeniami mechanicznymi. Z tego względu, uzasadnione staje się podejście polegające na łączeniu procesów odlewania i odkształcenia plastycznego, którego celem jest celowe wykorzystanie zalet obu sposobów wytwarzania wyrobów z tworzyw metalicznych. Odlewanie umożliwia uzyskanie elementów o złożonej geometrii i dużych gabarytach, natomiast przeróbka plastyczna stwarza możliwość modyfikacji mikrostruktury, prowadzącej do poprawy właściwości mechanicznych. Kluczową rolę w tym podejściu odgrywają procesy zachodzące podczas odkształcania na gorąco, w szczególności rekrystalizacja dynamiczna, która może prowadzić do ograniczenia negatywnych skutków segregacji i wad powstałych na etapie krystalizacji.

Pomimo prowadzonych, w ośrodkach krajowych i światowych, badań dotyczących obróbki cieplnej oraz kształtowania podstawowych właściwości mechanicznych nadstopu niklu Haynes 282, analiza jego zachowania podczas odkształcania plastycznego w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury pozostaje niepełna, szczególnie w odniesieniu do materiału wytworzonego metodami odlewniczymi. Dotychczasowe prace [23], [24], [25], [28], [32], [33] koncentrowały się najczęściej na materiałach po przeróbce plastycznej od stanu wyjściowego lub na ocenie stabilności mikrostrukturalnej odlewów poddanych jedynie obróbce cieplnej, pomijając wzajemne oddziaływanie procesów krystalizacji, wydzielania faz umacniających oraz odkształcania plastycznego. Zachowanie stopu Haynes 282 podczas odkształcania plastycznego w podwyższonej temperaturze, w tym analiza mechanizmu rekrystalizacji dynamicznej, stanowi istotny obszar badań z punktu widzenia optymalizacji parametrów kształtowania mikrostruktury tych stopów. Jak wykazano w badaniach nad innymi nadstopami na osnowie niklu, przebieg rekrystalizacji dynamicznej oraz jej kinetyka pozostają w ścisłej zależności od warunków odkształcania oraz obecności wydzieleń faz umacniających. W przypadku stopu Haynes 282 zagadnienie to nabiera szczególnego znaczenia ze względu na jego umacnianie fazą γ' oraz wrażliwość mikrostruktury na parametry procesów realizowanych w celu uzyskania zakładanych efektów końcowych – mikrostrukturalnych, a więc oddziałujących na właściwości fizyczne i mechaniczne końcowych wyrobów wytworzonych ze stopu Haynes 282. Jednocześnie w dostępnej literaturze [20-32] brakuje kompleksowej analizy uwzględniającej wpływ sekwencyjnego połączenia procesów odlewania precyzyjnego i przeróbki plastycznej na mikrostrukturę oraz właściwości mechaniczne stopu Haynes 282. W szczególności nie zostały jednoznacznie określone zależności pomiędzy parametrami

odkształcania na gorąco, przebiegiem rekrystalizacji dynamicznej oraz ewolucją wydzieleń charakterystycznych dla tego nadstopu w materiale wyjściowym wykazującym typową mikrostrukturą stopu odlewniczego. *Celem niniejszej pracy jest wypełnienie wskazanej luki badawczej poprzez analizę wpływu parametrów odkształcania plastycznego w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne odlewanego nadstopu niklu Haynes 282. Przyjęte w pracy podejście badawcze opiera się na analizie kolejnych etapów kształtowania mikrostruktury nadstopu Haynes 282, obejmujących odlewanie, obróbkę cieplną i odkształcanie plastyczne na gorąco. Mikrostruktura ukształtowana podczas krystalizacji stanowi stan wyjściowy dla przemian zachodzących na kolejnych etapach procesu, a odpowiedni dobór ich parametrów pozwala na kontrolowane kształtowanie mikrostruktury i właściwości materiału.*

3. STUDIUM LITERATURY

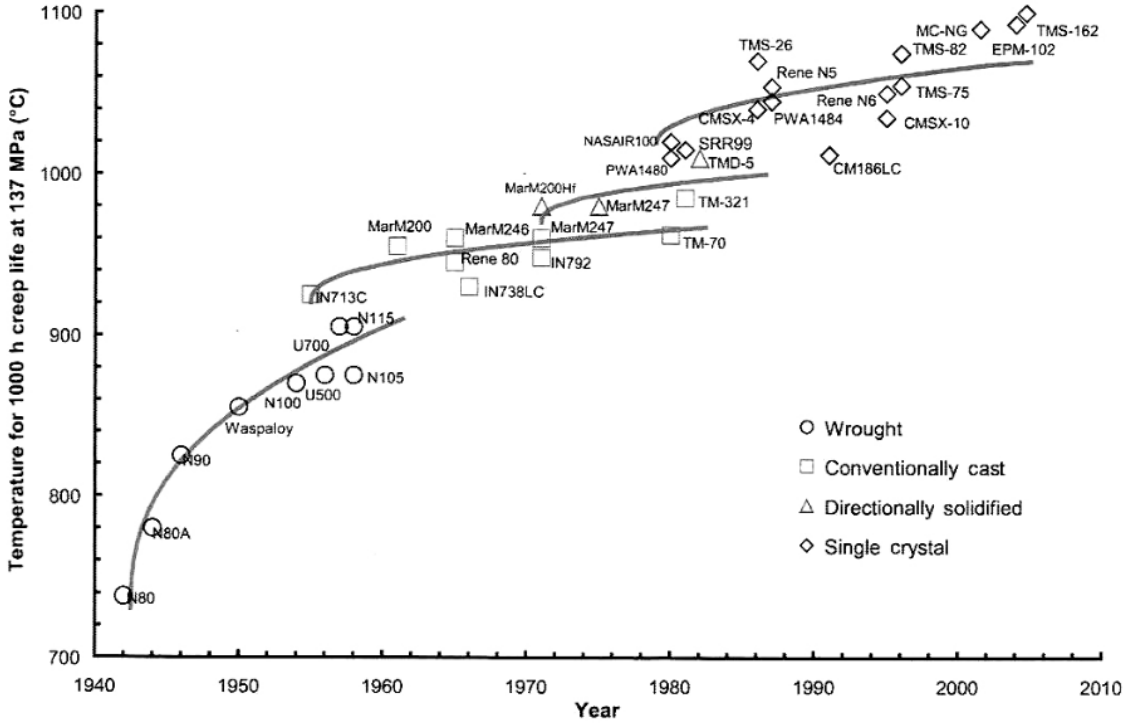
3.1. Charakterystyka nadstopów na osnowie niklu

Rozwój nadstopów na osnowie niklu jest ściśle związany z postępem technologii lotniczych, w szczególności z rozwojem silników odrzutowych, w których elementy wytworzone z tworzyw metalicznych eksploatowane są w ekstremalnych warunkach oddziaływania wysokiej temperatury, naprężeń oraz agresywnego środowiska korozyjnego. Od pierwszego zastosowania napędu odrzutowego w lotnictwie, tj. od początku XX wieku obserwowany jest intensywny rozwój konstrukcji silników odrzutowych, który wymusił równoległy rozwój materiałów zdolnych do pracy w coraz wyższej temperaturze, gwarantujących spełnienie wysokich wymagań jakościowych gwarantujących długotrwałą niezawodność. Do lat 20. XX wieku w konstrukcjach lotniczych dominowała stal oraz stopy na osnowie żelaza. Jednak wraz ze wzrostem temperatury pracy komponentów silnikowych materiały te okazały się niewystarczające pod względem odporności cieplnej i odporności na pełzanie. Przełomowym momentem w technologii materiałów lotniczych było wprowadzenie w 1926 roku austenitycznego stopu typu „80/20”, który charakteryzował się podwyższoną odpornością na utlenianie oraz lepszymi właściwościami fizycznymi i mechanicznymi podczas pracy w wysokiej temperaturze w porównaniu do powszechnie stosowanych wyrobów ze stali [34]. W kolejnych latach prowadzono intensywne badania w ośrodkach naukowych i przemysłowych w Wielkiej Brytanii, Stanach Zjednoczonych oraz Niemczech, które doprowadziły do opracowania stopów na osnowie żelaza i niklu z dodatkiem chromu, a także stopów na osnowie kobaltu umacnianych wydzieleniowo cząstkami węglików [35]. Szczególne znaczenie

w ewolucji nadstopów miało zastosowanie mechanizmu umocnienia wydzieleniowego związanego z obecnością koherentnej, uporządkowanej międzymetalicznej fazy γ. Zgodnie z danymi literaturowymi [36], pierwsze stopy zawierające tę fazę pojawiły się już w latach 30. XX wieku i zapoczątkowały dynamiczny rozwój nadstopów na osnowie niklu jako odrębnej klasy materiałów konstrukcyjnych. Zastosowanie procesu obróbki cieplnej umożliwiającej wydzielenie fazy γ′ z osnowy zapewniło istotne zwiększenie odporności na pełzanie oraz stabilności mikrostrukturalnej w podwyższonej temperaturze, co stało się kluczowym czynnikiem umożliwiającym dalszy wzrost temperatury pracy elementów silników lotniczych. W kolejnych dekadach rozwój nadstopów niklu związany był ściśle z rozwojem technologii ich wytwarzania. Opracowywano zarówno stopy przeznaczone do przeróbki plastycznej, jak i materiały przeznaczone na wyroby wytwarzane w procesie odlewania, w tym precyzyjnego i kierunkowego. Wraz z rozwojem technologii próżniowych, metod rafinacji stopów oraz zaawansowanych urządzeń umożliwiających realizację procesów obróbki cieplnej z uwzględnieniem wysokiego reżimu czystości atmosfery oraz stabilnej temperatury wyżarzania możliwe stało się precyzyjne sterowanie składem chemicznym, mikrostrukturą i właściwościami użytkowymi nadstopów. Obecnie nadstopy niklu stanowią podstawową grupę materiałów stosowanych w najbardziej obciążonych cieplnie komponentach silników lotniczych i energetycznych, takich jak łopatki turbin, komory spalania czy elementy układów wylotowych.

Dążenie do rozwoju i optymalizacji stosowanych rozwiązań konstrukcyjnych w przemyśle lotniczym i energetycznym wymusiło opracowanie materiałów łączących unikalny zestaw właściwości użytkowych. Wymagane jest, aby materiały przeznaczone do pracy w podwyższonej temperaturze charakteryzowały się nie tylko wysoką żaroodpornością i żarowytrzymałością, lecz również odpowiednimi właściwościami fizycznymi, takimi jak możliwie niska gęstość czy korzystny współczynnik rozszerzalności cieplnej, umożliwiający ograniczenie naprężeń cieplnych podczas eksploatacji. Nadstopy stanowią grupę materiałów zaprojektowanych specjalnie do pracy w wysokiej temperaturze, a ich skład chemiczny bazuje przede wszystkim na pierwiastkach grupy VIIIA układu okresowego. W zależności od głównego pierwiastka osnowy wyróżnia się nadstopy na osnowie niklu, kobaltu oraz żelaza. Z uwagi na obszar tematyczny niniejszej pracy dalsze rozważania ograniczono do nadstopów na osnowie niklu, które znalazły najszersze zastosowanie w najbardziej obciążonych cieplnie elementach silników lotniczych i energetycznych. Jak wynika z danych literaturowych [37], pierwszymi nadstopami niklu stosowanymi przemysłowo były stopy przeznaczone do przeróbki plastycznej. W kolejnych dekadach, wraz z ograniczeniem zawartości

zanieczyszczeń, rozwojem technologii próżniowych oraz doskonaleniem metod wytwarzania, nastąpił intensywny rozwój nadstopów niklu odlewanych próżniowo i precyzyjnie. Proces ten był ściśle związany z ewolucją mikrostruktury, a w konsekwencji, z istotną poprawą właściwości wysokotemperaturowych (rys. 1).



Rys. 1. Postęp technologiczny w rozwoju nadstopów niklu na przestrzeni lat w odniesieniu do odporności na pełzanie (1000 h przy 137 MPa) [38].

Jednym z kluczowych wskaźników zmian zachodzących w mikrostrukturze nadstopów niklu na przestrzeni lat jest udział objętościowy fazy umacniającej γ′. W pierwszych przemysłowych stopach jego wartość wynosiła około 10%, podczas gdy w nadstopach stosowanych obecnie, w zależności od ich rodzaju i przeznaczenia, udział ten może sięgać nawet 60–70%. Równocześnie obserwuje się wzrost rozmiarów wydzieleń fazy γ′, od około 0,05 μm w pierwszych generacjach nadstopów do wartości rzędu 0,5 μm w stopach współczesnych. Zmiany te wpływają na morfologię wydzieleń, która pozostaje w ścisłej zależności od ich udziału objętościowego i odgrywa kluczową rolę w mechanizmach umocnienia wydzieleniowego oraz odporności na pełzanie [39]. Wyjątkowe właściwości wysokotemperaturowe nadstopów niklu wynikają z synergicznego oddziaływania kilku mechanizmów umocnienia, które zostały wykorzystane na etapie projektowania składu chemicznego oraz technologii wytwarzania tych materiałów. Kluczowym mechanizmem decydującym o zdolności do przenoszenia obciążeń w podwyższonej temperaturze jest

umocnienie wydzieleniowe związane z obecnością koherentnej fazy γ′, osadzonej w osnowie γ. Wydzielenia tej fazy, dzięki uporządkowanej strukturze krystalicznej i niewielkiemu niedopasowaniu sieciowemu względem osnowy, skutecznie ograniczają ruch dyslokacji, zachowując jednocześnie wysoką stabilność termodynamiczną w długotrwałej eksploatacji. Innym, ważnym mechanizmem jest umocnienie roztworowe, wynikające z obecności pierwiastków stopowych rozpuszczonych w osnowie γ, takich jak Co, Cr, Mo czy W, które poprzez lokalne odkształcenia sieci krystalicznej zwiększają opór dla ruchu dyslokacji. W nadstopach niklu istotną rolę odgrywa również umocnienie granic ziaren, możliwe m.in. przez kontrolowane wydzielanie węglików typu MC, $M_{23}C_6$ lub M_6C, stabilizujących granice ziaren i ograniczających ich poślizg w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury. Mechanizm ten ma szczególne znaczenie w stopach polikrystalicznych, gdzie odporność na pełzanie w znacznym stopniu zależy od zachowania granic ziaren, które w trakcie eksploatacji mogą działać jako łatwe ścieżki dyfuzji. Efektywność poszczególnych mechanizmów umocnienia pozostaje w ścisłej zależności od mikrostruktury materiału, która z kolei jest determinowana przez zastosowaną technologię wytwarzania oraz zrealizowane procesy cieplno-plastyczne. Zmiany w udziale objętościowym i morfologii wydzieleń γ′, wielkości ziarna, dystrybucji węglików czy stopniu segregacji pierwiastków stopowych mogą prowadzić do istotnych różnic w właściwościach mechanicznych, zwłaszcza w zakresie odporności na pełzanie, trwałości zmęczeniowej oraz stabilności mikrostrukturalnej. Z tego względu szczególnego znaczenia nabiera świadomy dobór materiału do badań, który umożliwia analizę wpływu procesów wytwarzania i przetwarzania na aktywację oraz wzajemne oddziaływanie mechanizmów umocnienia. W niniejszej pracy rolę takiego materiału pełni polikrystaliczny nadstop niklu Haynes 282, zaprojektowany z myślą o wysokiej stabilności mikrostrukturalnej oraz dobrej podatności na kształtowanie właściwości poprzez odpowiednio dobrane procesy technologiczne. Jego skład chemiczny oraz charakter procesu umocnienia wydzieleniowego stwarzają dogodne warunki do analizy wpływu odlewania, przeróbki plastycznej i obróbki cieplnej na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne, co czyni go reprezentatywnym materiałem badawczym w kontekście współczesnych nadstopów niklu.

3.2. Dodatki stopowe i ich wpływ na mikrostrukturę oraz właściwości nadstopu Haynes 282

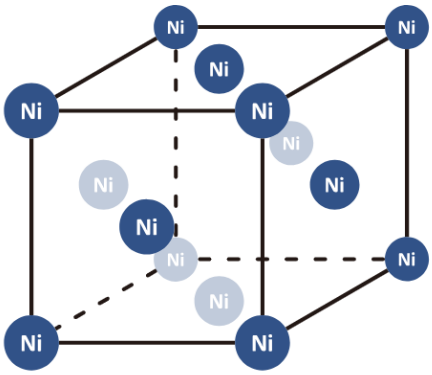
Niezależnie od zastosowanej technologii wytwarzania, skład chemiczny nadstopów niklu wynika z konieczności zapewnienia stabilnej mikrostruktury oraz wysokich właściwości mechanicznych w podwyższonej temperaturze. Pierwiastki stopowe pełnią ściśle określone funkcje, a ich zawartość i wzajemne oddziaływanie determinują mechanizmy umocnienia,

odporność na pełzanie, stabilność fazową oraz zachowanie materiału w warunkach długotrwałej eksploatacji. Podstawowym składnikiem mikrostruktury nadstopów na osnowie niklu stanowi osnowa austenityczna γ, w której rozpuszczają się pierwiastki takie jak Co, Cr, Mo, W, a w przypadku stopów nowszych generacji również pierwiastki ziem rzadkich, np. Re czy Ru. Pierwiastki te odpowiadają przede wszystkim za umocnienie roztworowe osnowy, zwiększając opór dla ruchu dyslokacji oraz podnosząc odporność materiału na odkształcenie w podwyższonej temperaturze. W stopie Haynes 282 istotną rolę w tym zakresie odgrywają głównie chrom i kobalt, które dodatkowo wpływają na odporność korozyjną i stabilność strukturalną osnowy [8] . Kluczowym mechanizmem umocnienia w nadstopach niklu, w tym w stopie Haynes 282, jest umocnienie wydzieleniowe związane z obecnością fazy γ′. Powstanie w czasie obróbki cieplnej cząstek tej fazy determinowane jest dodatkami stopowymi, tj. aluminium, tytan czy niob, które stabilizują uporządkowaną strukturę krystaliczną γ′. Rozmiar, udział objętościowy oraz morfologia wydzieleń γ′ mają bezpośredni wpływ na wytrzymałość, odporność na pełzanie oraz stabilność mikrostrukturalną stopu w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury. Skład chemiczny stopu Haynes 282 został zoptymalizowany w celu uzyskania takiego udziału fazy γ′, który zapewnia wysoką odporność na pełzanie przy jednoczesnym zachowaniu możliwości efektywnego odkształcania plastycznego. Istotnym elementem fazowym mikrostruktury nadstopów niklu są również węgliki, tworzone przez pierwiastki takie jak Cr, Mo, W, Nb, Ti, Ta czy Hf. Węgliki typu MC, $M_{23}C_6$ lub M_6C lokalizują się najczęściej na granicach ziaren lub w ich bezpośrednim sąsiedztwie, gdzie pełnią funkcję stabilizującą ziarno i ograniczającą dyfuzyjność wzdłuż granic ziaren podczas pełzania. W stopie Haynes 282 kontrola rodzaju, morfologii oraz rozmieszczenia węglików ma szczególne znaczenie dla zachowania równowagi pomiędzy odpornością na pełzanie, a plastycznością. Na właściwości nadstopów niklu istotny wpływ mają także pierwiastki segregujące do granic ziaren, takie jak bor, węgiel, cyrkon czy magnez. Ich obecność może prowadzić do umocnienia granic ziaren poprzez poprawę ich kohezji, co jest korzystne z punktu widzenia odporności na pełzanie i trwałości zmęczeniowej. Jednocześnie nadmierna segregacja tych pierwiastków lub niekontrolowane warunki krystalizacji stopu mogą sprzyjać inicjacji tworzenia defektów, dlatego ich zawartość w stopie Haynes 282 jest ściśle kontrolowana. Odporność na utlenianie i korozję wysokotemperaturową zapewniają przede wszystkim dodatki chromu i aluminium, które umożliwiają tworzenie ochronnych warstw tlenkowych na powierzchni materiału. W niektórych nadstopach stosuje się również dodatki pierwiastków ziem rzadkich, takich jak lantan czy tor, które poprawiają adhezję i trwałość warstw ochronnych w warunkach długotrwałej eksploatacji oraz odporność na utlenienie w wysokiej temperaturze

[40]. Oprócz pierwiastków stopowych w stopie Haynes 282 występują również pierwiastki niepożądane, jak tlen, azot czy fosfor, a także śladowe domieszki, m.in. bizmutu czy selenu. Zanieczyszczenia te mogą negatywnie wpływać na kohezję granic ziaren oraz sprzyjać powstawaniu kruchych faz, dlatego ich zawartość musi być minimalizowana na etapie wytwarzania stopu [41].

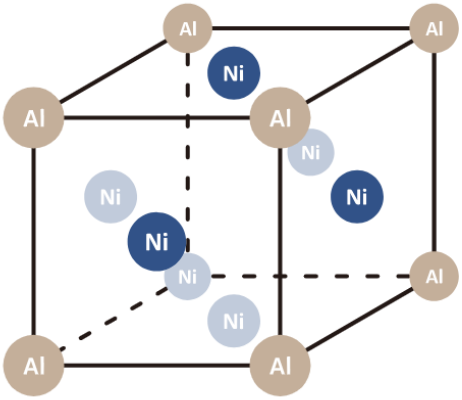
Z uwagi na zakres niniejszej pracy dalsze rozważania koncentrują się na wpływie składu chemicznego na mikrostrukturę oraz właściwości polikrystalicznego nadstopu niklu Haynes 282, ze szczególnym uwzględnieniem oddziaływania dodatków stopowych z procesami odlewania, przeróbki plastycznej i obróbki cieplnej [42].

Nikiel to pierwiastek podstawowy nadstopu Haynes 282 i występuje w nim w ilości ok. 57% mas. Pełni on kluczową rolę w kształtowaniu mikrostruktury stopu, determinując stabilność fazową oraz właściwości mechaniczne w podwyższonej temperaturze. Wysoka zawartość niklu sprzyja utrzymaniu jednofazowej osnowy γ o sieci regularnej ściennie centrowanej (FCC), która charakteryzuje się dobrą podatnością na odkształcenie plastyczne oraz wysoką stabilnością termodynamiczną (rys. 2). Podwyższona żarowytrzymałość nadstopów na osnowie niklu, w porównaniu do czystego Ni, wynika przede wszystkim z możliwości tworzenia stabilnych roztworów stałych z dodatkami stopowymi. Zdolność ta jest związana m.in. z konfiguracją elektronową niklu i znacznym stopniem obsadzenia podpowłoki 3d, co sprzyja umacnianiu roztworowemu osnowy γ oraz zwiększeniu oporu dla ruchu dyslokacji w wysokiej temperaturze. Nikiel pośrednio wpływa również na odporność nadstopów na utlenianie i korozję wysokotemperaturową. W stopach niklu zawierających chrom umożliwia on tworzenie ciągłej, ochronnej warstwy tlenku chromu Cr_2O_3 na powierzchni materiału. Warstwa ta stanowi skuteczną barierę dyfuzyjną, ograniczając zarówno migrację pierwiastków metalicznych do powierzchni, jak i wnikanie do wnętrza stopu atomów pierwiastków z atmosfery, takich jak tlen, azot czy siarka. Dodatkowo nikiel, podobnie jak w stopach żelaza, sprzyja zachowaniu ciągłości i regeneracji warstwy pasywnej w przypadku jej lokalnych uszkodzeń, co ma istotne znaczenie w warunkach długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze [43].



Rys. 2. Struktura krystaliczna fazy γ (Ni) o sieci regularnej ściennie centrowanej (FCC).

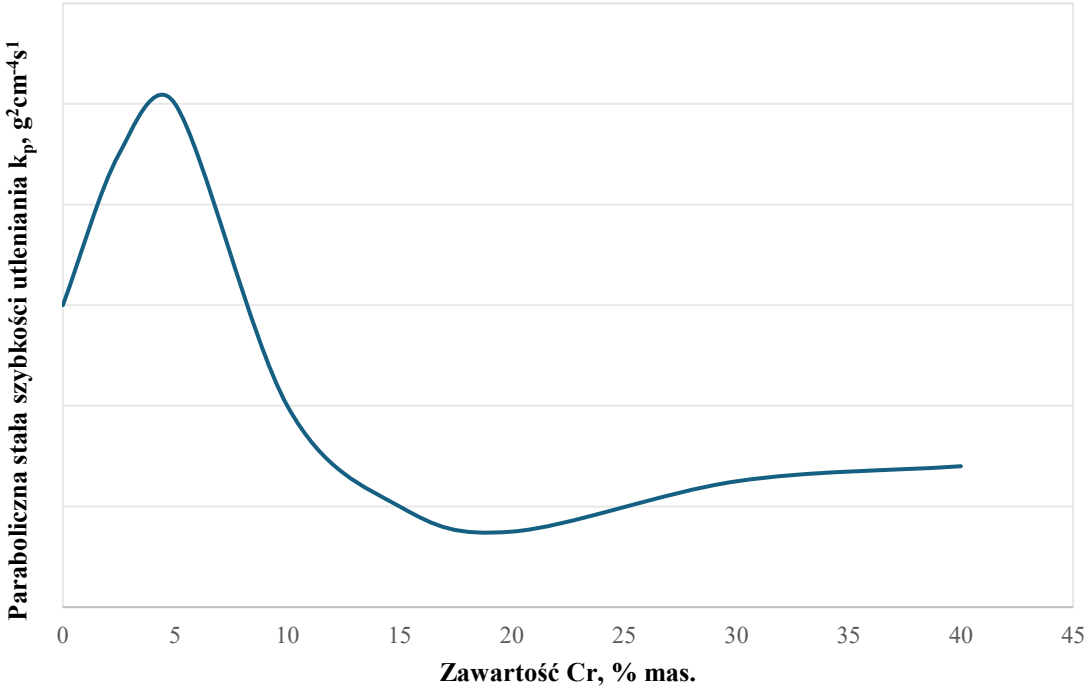
Ponadto nikiel, w połączeniu z aluminium i tytanem, umożliwia wydzielanie fazy γ′ o składzie $Ni_3(Al,Ti)$, która stanowi główną fazę umacniającą stop Haynes 282. Wydzielenia tej fazy charakteryzują się uporządkowaną strukturą krystaliczną typu $L1_2$, koherentną z osnową γ o sieci regularnej ściennie centrowanej (FCC) (rys. 3). Obecność fazy γ′ istotnie zwiększa odporność stopu na pełzanie poprzez skuteczne ograniczenie ruchu dyslokacji w podwyższonej temperaturze. Dodatkowo nikiel przyczynia się do stabilizacji mikrostruktury w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury, ograniczając skłonność do tworzenia się niepożądanych topologicznie zwartych faz typu TCP (z ang. *Topologically Close-Packed*), których obecność może prowadzić do degradacji właściwości mechanicznych i skrócenia trwałości eksploatacyjnej stopu, poprzez nakładanie się kilku mechanizmów ich wydzielania [44].



Rys. 3. Struktura krystaliczna fazy γ′ $Ni_3(Al)$.

Faza γ′ w nadstopach niklu występuje zazwyczaj w postaci wydzieleń o charakterystycznej morfologii, silnie zależnej od stopnia niedopasowania sieci krystalicznej pomiędzy osnową γ, a wydzieleniami. Przy niedopasowaniu sieciowym w zakresie około 0,5–1% najbardziej

stabilną i pożądaną formą są wydzielenia o regularnym, sześciennym kształcie. W stopie Haynes 282 dominują właśnie tego typu wydzielenia, co sprzyja uzyskaniu wysokiej żarowytrzymałości i stabilności mikrostrukturalnej. Wydzielenia o morfologii kulistej tworzą się sporadycznie, głównie w początkowym etapie starzenia lub w warunkach długotrwałej eksploatacji w wysokiej temperaturze, gdy niedopasowanie sieciowe jest niewielkie (poniżej ok. 0,2%). Typowy udział objętościowy fazy γ′ w stopie Haynes 282 po standardowej obróbce cieplnej wynosi około 25%, co stanowi kompromis determinujący uzyskanie wysokiej odporności na pełzanie z zachowaniem podatności na przeróbkę plastyczną [43], [38],[33], [45]. Chrom stanowi jeden z kluczowych pierwiastków stopowych w nadstopie niklu Haynes 282 i występuje w nim w ilości ok. 20% mas, wpływając zarówno na właściwości mechaniczne, jak i odporność chemiczną stopu. Jako pierwiastek rozpuszczający się w osnowie γ przyczynia się do umocnienia roztworowego, zwiększając opór dla ruchu dyslokacji, a tym samym podnosząc wytrzymałość materiału w podwyższonej temperaturze. Podstawową funkcją Cr w nadstopach na osnowie niklu jest zapewnienie odporności na utlenianie i korozję wysokotemperaturową. Z danych literaturowych [46], [43] wynika, że minimalna zawartość chromu zapewniająca stabilną odporność na procesy korozyjne i utleniania wynosi ok. 12–14%, co wynika z obniżenia współczynnika utleniania k_p wraz ze wzrostem zawartości Cr (rys. 4).



Rys. 4. Wpływ zawartości chromu na wartość stałej szybkości utleniania k_p w stopie Ni-Cr [43].

Oprócz wpływu na odporność korozyjną, Cr tworzy głównie węgliki typu $M_{23}C_6$ oraz M_7C_3. Węgliki $M_{23}C_6$ ($Cr_{23}C_6$) wydzielają się w zakresie temperatury 650–900°C przede wszystkim na granicach ziaren, zarówno podczas obróbki cieplnej, jak i w trakcie długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze. Ich obecność stabilizuje granice ziaren i ogranicza pełzanie międzyziarnowe, jednak przy temperaturze powyżej 900°C węgliki te ulegają częściowemu lub całkowitemu rozpuszczeniu w osnowie γ, co zmniejsza ich wpływ na właściwości mechaniczne stopu [47], [48]. Skład chemiczny stopu Haynes 282 zoptymalizowano w taki sposób, aby ograniczyć nadmierne wydzielanie twardych i kruchych węglików typu M_7C_3, które mogłyby prowadzić do obniżenia plastyczności oraz obniżenia odporności na pełzanie. Węgliki Cr_7C_3 tworzą się w czasie eksploatacji w temperaturze wyższej od standardowej wartości, w której stop Haynes 282 jest eksploatowany, tj. powyżej 1000°C, lub w czasie zbyt długiego wyżarzania podczas obróbki cieplnej. Dodatkowo podwyższona zawartość węgla sprzyja wydzielaniu węglików Cr_7C_3.

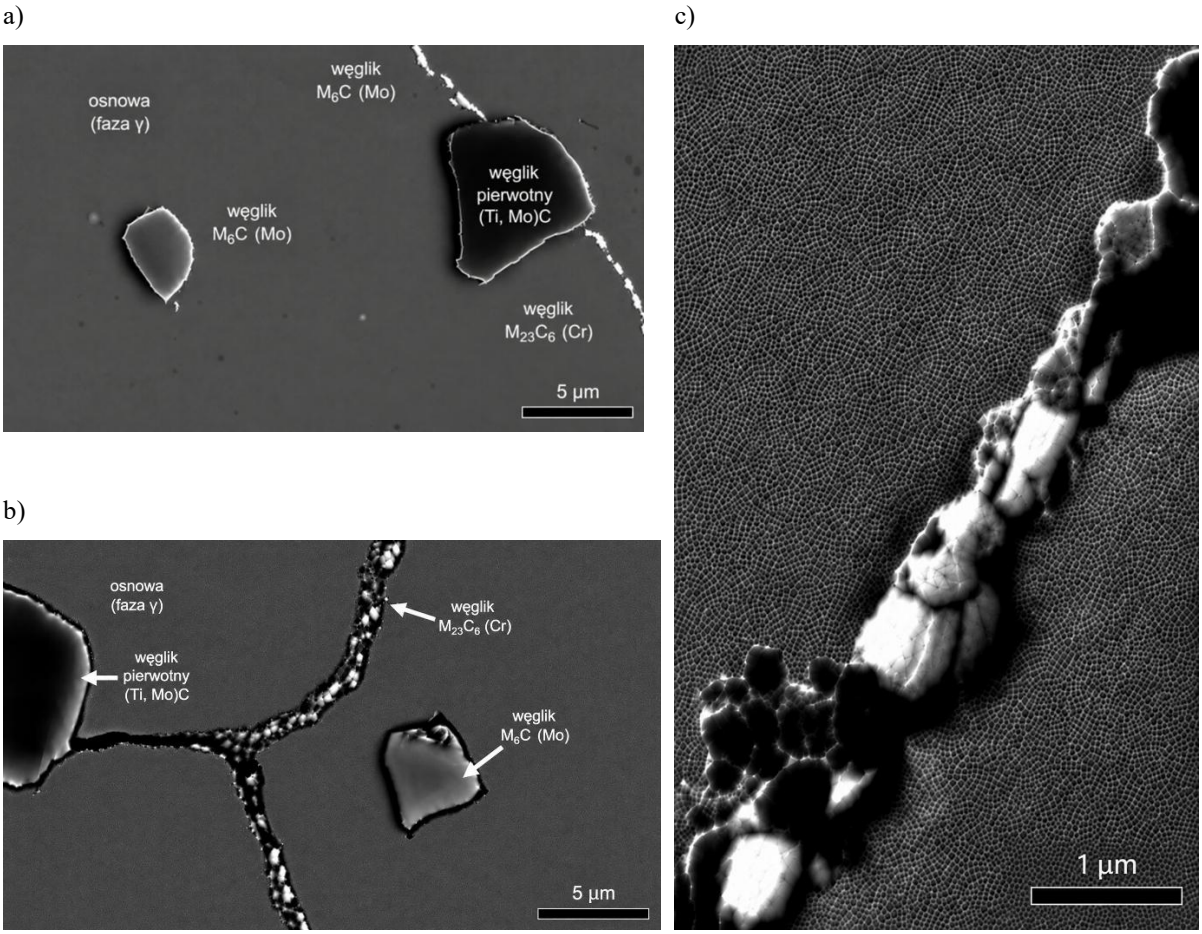
Tytan należy do kluczowych dodatków stopowych w nadstopie niklu Haynes 282. Dodatek Ti w tym stopie nie przekracza zawartości 2,3% mas. Tytan z aluminium odpowiada za tworzenie fazy umacniającej γ′ o składzie $Ni_3(Al,Ti)$, decydującej o wysokiej żarowytrzymałości oraz odporności na pełzanie stopu. Obecność Ti ma wpływ na stabilność cieplną wydzieleń γ′ oraz ich odporność na koagulację podczas długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze. Ponadto tytan wykazuje silne powinowactwo do węgla, tworząc węgliki pierwotne typu MC, głównie TiC. Węgliki te wydzielają się najczęściej na granicach ziarn, gdzie skutecznie hamują rozrost ziaren w czasie obróbki cieplnej stopu, co ma wpływ na stabilizację mikrostruktury oraz na odporność na pełzanie poprzez ograniczenie dyfuzji wzdłuż granic ziarn [48] Optymalizacja zawartości tytanu w stopie jest kluczowa dla finalnych właściwości, ponieważ rozpad MC bogatych w Ti/Ta może prowadzić do powstawania fazy η, która z powodu głównie swojej kruchości, sprzyja inicjacji pęknięć na granicach ziaren, co może prowadzić do obniżenia plastyczności materiału [49]. Aluminium w stopie Haynes 282 w ilości do ok, 1,6% mas. determinuje tworzenie fazy γ′, warunkując jej udział objętościowy oraz stabilność morfologiczną. Al odpowiada za odporność stopu na utlenianie wysokotemperaturowe poprzez utworzoną na powierzchni zwartą, ochronną warstwę tlenku aluminium Al_2O_3. Warstwa ta charakteryzuje się bardzo niską przenikalnością dla tlenu i zachowuje stabilność do temperatury 1000°C, skutecznie ograniczając degradację materiału w agresywnym środowisku. Należy podkreślić, że kluczowe znaczenie dla właściwości stopu Haynes 282 ma wzajemna proporcja aluminium i tytanu. Odpowiedni stosunek Al/Ti umożliwia uzyskanie stabilnych wydzieleń fazy γ′ o pożądanej morfologii i rozmiarze, co przekłada się na długotrwałą stabilność

mikrostrukturalną i wysoką odporność na pełzanie. Jednocześnie niekontrolowane wydzielanie faz zawierających te pierwiastki, takich jak azotki lub nadmierna koncentracja wydzieleń na granicach ziaren, może negatywnie wpływać na właściwości mechaniczne stopu, w szczególności jego plastyczność i odporność zmęczeniową. W zależności od ich koncentracji oraz sposobu wydzielenia mogą tworzyć twarde i kruche cząstki, co prowadzi do inicjacji mikropęknięć przy obciążeniach zmęczeniowych lub odkształceniu [50], [51].

Kobalt stanowi istotny dodatek stopowy w nadstopie niklu Haynes 282 i występuje w nim w ilości ok. 10% mas. Jego obecność wpływa przede wszystkim na stabilność osnowy γ oraz na ilość i zakres temperaturowy stabilności fazy umacniającej γ′. Kobalt rozpuszcza się w osnowie γ, zwiększając jej stabilność termodynamiczną i podnosząc temperaturę rozpuszczania wydzieleń γ′ (temperaturę solvus γ′), co sprzyja w czasie eksploatacji w wysokiej temperaturze zachowaniu właściwości stopu uzyskanych w czasie przeprowadzonego procesu umocnienia wydzieleniowego [52]. W efekcie dodatek kobaltu przyczynia się do poprawy żarowytrzymałości oraz odporności na pełzanie stopu. Istotnym aspektem technologicznej roli kobaltu jest również jego wpływ na procesy wytwarzania. Obecność tego pierwiastka obniża temperaturę krystalizacji oraz poprawia lejność ciekłego stopu, co jest korzystne z punktu widzenia procesów odlewniczych, zwłaszcza w przypadku elementów o złożonej geometrii. Dodatkowo kobalt wpływa na ograniczenie segregacji niektórych pierwiastków stopowych, co sprzyja uzyskaniu jednorodnej mikrostruktury w stanie lanym. Molibden w nadstopie Haynes 282 pełni przede wszystkim funkcję pierwiastka umacniającego osnowę γ poprzez efekt umocnienia roztworowego. Jako pierwiastek o dużym promieniu atomowym i wysokiej temperaturze topnienia, molibden istotnie zwiększa opór dla dyfuzji atomów i ruchu dyslokacji, szczególnie w podwyższonej temperaturze, co przekłada się na poprawę odporności na pełzanie. Ponadto molibden uczestniczy w tworzeniu węglików złożonych typu M_6C, które mogą wydzielać się zarówno w obszarze ziaren, jak i na ich granicach, stabilizując mikrostrukturę podczas długotrwałej eksploatacji w wysokiej temperaturze. Molibden może również tworzyć węgliki typu MC, jednak dominującym węglikiem w stopie Haynes 282 wydzielającym się w wyniku łączenia się z Mo są węgliki typu M_6C. Odpowiednia kontrola zawartości molibdenu w stopie ma istotne znaczenie, ponieważ nadmierna koncentracja tego pierwiastka może sprzyjać powstawaniu niepożądanych faz międzymetalicznych typu TCP, prowadzących do degradacji właściwości mechanicznych. Z tego względu jego udział w stopie Haynes 282 został zoptymalizowany tak, aby maksymalizować efekt umocnienia roztworowego i stabilizacji mikrostruktury przy jednoczesnym ograniczeniu ryzyka niekorzystnych przemian fazowych [53], [54].

Żelazo, mangan oraz krzem występują w stopie Haynes 282 w niewielkich ilościach i odgrywają istotną rolę w kształtowaniu właściwości chemicznych, stabilizując osnowę γ oraz decydując o przebiegu procesów metalurgicznych. Żelazo w kontrolowanych ilościach umożliwia modyfikację kinetyki dyfuzji, ułatwiając przetwórstwo stopu oraz optymalizację mikrostruktury bez istotnego obniżenia właściwości mechanicznych. Mangan wpływa na odporność siarkową oraz korozję solną nadstopu poprzez tworzenie ochronnej warstwy spinelowej $MnCr_2O_4$, która współistnieje z Cr_2O_3 i stabilizuje zgorzelinę. Spinel ten ogranicza dyfuzję siarki i agresywnych jonów z roztopionych soli do wnętrza materiału, spowalniając tworzenie siarczków i degradację wysokotemperaturową. Jednocześnie dzięki podobnym kinetykom utleniania manganu i chromu warstwa tlenkowa pozostaje zwarta i adhezyjna, co poprawia jej odporność na łuszczenie w środowiskach korozyjnych. Krzem nie tworzy głównej warstwy ochronnej, ale umożliwia powstanie bardziej efektywnej bariery Al_2O_3 pod Cr_2O_3, co znacząco zwiększa odporność nadstopu na degradację wysokotemperaturową [55]. Zawartość tych pierwiastków jest optymalizowana na etapie tworzenie stopu, ponieważ ich nadmiar może prowadzić do obniżenia plastyczności, zwiększonej segregacji oraz sprzyjać niepożądanemu wydzielaniu faz wtórnych, w tym węglików o niekorzystnej morfologii.

Oprócz głównych pierwiastków stopowych, istotną rolę w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości nadstopu Haynes 282 odgrywają dodatki występujące w niewielkich ilościach, w szczególności węgiel, bor oraz cyrkon. Choć ich zawartość jest niska, wpływ tych pierwiastków na zachowanie materiału w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury jest znacząca, zwłaszcza w odniesieniu do blokowania migracji granic determinującej również odporność na pełzanie stopu. Węgiel pełni kluczową funkcję w tworzeniu węglików, głównie typu MC oraz $M_{23}C_6$, które lokalizują się na granicach ziaren lub w ich bezpośrednim obszarze (rys. 5). W stopie Haynes 282 kontrolowana zawartość węgla sprzyja wydzielaniu węglików stabilizujących mikrostrukturę i ograniczających dyfuzję wzdłuż granic ziaren podczas długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze. Dodatkowo, wydzielanie węglików $M_{23}C_6$ na granicach ziaren w stopie Haynes 282 przyczynia się do ich wzmocnienia oraz ograniczenia dyfuzji wzdłuż granic, co może opóźniać nukleację kawitacji i rozwój porowatości podczas długotrwałej eksploatacji w podwyższonej temperaturze [56]. Jednocześnie nadmierna zawartość węgla może prowadzić do nadmiernego wydzielania węglików, co skutkuje obniżeniem plastyczności oraz zwiększoną podatnością na inicjację pęknięć międzyziarnowych.



Rys. 5. Wydzielenia węglików w nadstopie niklu Haynes 282 a) po przesycaniu, b) po starzeniu, c) wtórnych typu $M_{23}C_6$ na granicy ziarna [10].

Bor stanowi pierwiastek śladowy w stopie Haynes 282 i występuje zazwyczaj w zakresie stężeń około 0,005–0,015% mas. Pomimo niewielkiej zawartości w stopie, jest jednym z najważniejszych dodatków poprawiających odporność nadstopów niklu na pełzanie. Ponadto w kontrolowanych ilościach wpływa na morfologię wydzielających się węglików, co może sprzyjać poprawie odporności na pełzanie. Należy jednak podkreślić, że przekroczenie optymalnego zakresu zawartości boru może prowadzić do powstawania kruchych wydzieleń, takich jak borokrzemki lub inne fazy borkowe, które obniżają plastyczność materiału i mogą stanowić miejsca inicjacji pęknięć. Z tego względu zawartość boru w stopie Haynes 282 jest precyzyjnie modyfikowana na etapie wytwarzania [57], [58].

Cyrkon, podobnie jak bor, wykazuje tendencję do segregacji na granicach ziaren, gdzie poprawia ich stabilność i odporność na uszkodzenia w warunkach pełzania. Dodatek cyrkonu redukuje liczbę wtrąceń niemetalicznych dzięki jego wysokiemu powinowactwu do tlenu i siarki, co prowadzi do tworzenia stabilnych tlenków ZrO_2 i ogranicza powstawanie wtrąceń Al_2O_3 oraz złożonych cząstek typu Al_2O_3–TiN [59]. Sprzyja to poprawie plastyczności

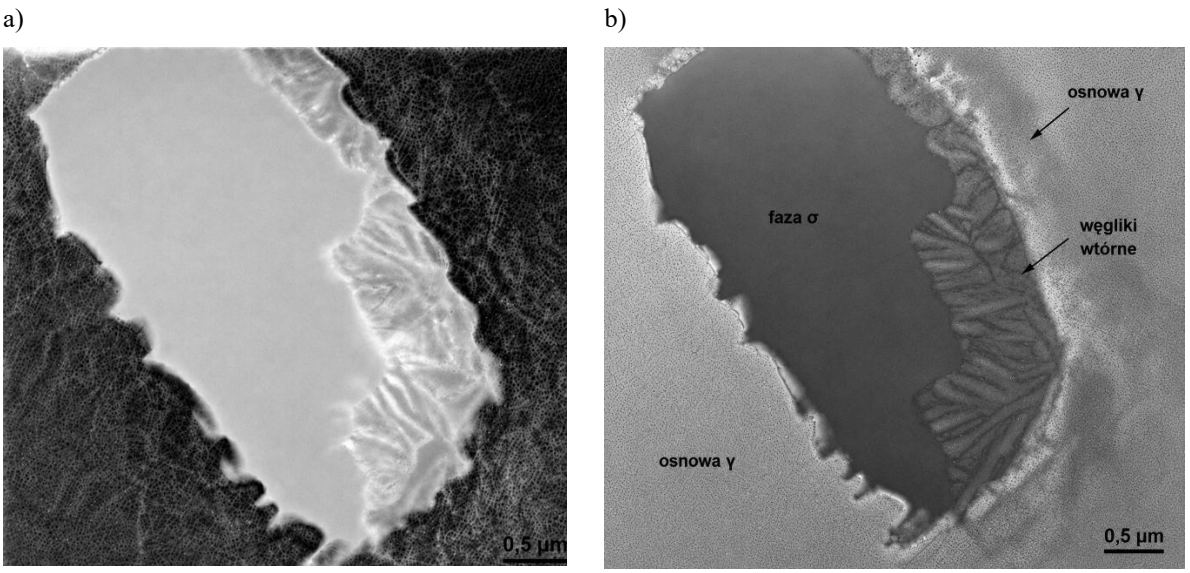
w podwyższonej temperaturze oraz zwiększeniu odporności na pękanie międzyziarnowe. Ponadto cyrkon może wpływać na zmianę morfologii węglików, stabilizując ich rozmieszczenie i ograniczając ich koagulację podczas długotrwałej eksploatacji. W stopie Haynes 282 stosuje się również niewielkie dodatki magnezu, który pełni funkcję pierwiastka wiążącego zanieczyszczenia jak siarka i ograniczając ich negatywny wpływ na kohezję granic ziaren. Choć zawartość magnezu w stopie Haynes 282 jest bardzo niska, jego obecność może przyczyniać się do poprawy właściwości technologicznych i stabilności mikrostrukturalnej materiału.

W trakcie procesów metalurgicznych, nawet prowadzonych w kontrolowanych warunkach, może dochodzić do wprowadzenia do wytopu niepożądanych pierwiastków na poziomie zawartości śladowych. Do najbardziej niekorzystnych zanieczyszczeń w nadstopach niklu zalicza się m.in. siarkę, fosfor, bizmut, ołów, cynk oraz arsen. Pierwiastki te wykazują silnie negatywny wpływ na właściwości mechaniczne, szczególnie na plastyczność i odporność na pełzanie, nawet przy bardzo niskich zawartościach. Należy wskazać, że zawartość np. siarki, może powodować nieznaczny wzrost twardości ale jednocześnie wzrost kruchości oraz inicjacji pęknięć na granicach ziarn, co w warunkach długotrwałego obciążenia cieplno-mechanicznego może prowadzić do przyspieszonego zniszczenia materiału [60]. Z tego względu zawartość tych pierwiastków jest ściśle kontrolowana, a procesy wytwarzania stopu Haynes 282 realizowane są z wykorzystaniem technologii próżniowych i wysokiej czystości wsadu.

W mikrostrukturze stopu Haynes 282, podobnie jak w innych nadstopach niklu, mogą również występować fazy typu TCP (z ang. *Topologically Close-packed Phases*). Fazy te są międzymetalicznymi związkami bogatymi w pierwiastki takie jak Cr, Mo, W oraz Re i charakteryzują się złożoną strukturą krystaliczną. Ich wydzielanie wiąże się z lokalnym zubożeniem osnowy γ oraz fazy γ' w pierwiastki umacniające, co prowadzi do pogorszenia właściwości mechanicznych stopu [44]. Fazy TCP (rys. 6) uznawane są za szczególnie niekorzystne, ponieważ zwiększają kruchość materiału, obniżają żarowytrzymałość oraz odporność na pełzanie, a także sprzyjają inicjacji i propagacji pęknięć, zwłaszcza wzdłuż granic ziaren. W związku ze znacznym ubożeniem osnowy nadstopu niklu w pierwiastki takie jak chrom czy molibden, powstające fazy TCP zmniejszają nie tylko właściwości typowo mechaniczne ale obserwuje się spadek potencjału korozyjnego nadstopu, co diametralnie zmienia jego użyteczność w warunkach narażenia na powstawanie tego rodzaju faz [61].

W nadstopie Haynes 282 skład chemiczny został zoptymalizowany w celu ograniczenia skłonności do wydzielania faz TCP, jednak w niekorzystnych warunkach, takich jak

długotrwała eksploatacja w wysokiej temperaturze lub lokalna segregacja pierwiastków stopowych, możliwe jest pojawienie się faz TCP, w szczególności faz σ, μ oraz P [62].
Podsumowując, pierwiastki występujące w niewielkich ilościach pełnią kluczową rolę w stabilizacji mikrostruktury stopu Haynes 282 i w znacznym stopniu determinują jego zachowanie w warunkach długotrwałej eksploatacji wysokotemperaturowej. Ich świadomy dobór i kontrola stanowią istotny element projektowania zarówno składu chemicznego, jak i sekwencji procesów technologicznych, co bezpośrednio wpisuje się w zakres niniejszej pracy.



Rys. 6. Mikrostruktura fazy σ typu TCP w nadstopie Haynes 282 w stanie po odlaniu: a) obraz HAADF-STEM; b) obraz BF-STEM przedstawiający fazę σ w osnowie γ oraz towarzyszący jej obszar węglików wtórnych [23].

3.3. Wpływ warunków obróbki cieplnej na mikrostrukturę nadstopu Haynes 282

Bez względu na rodzaj wybranej technologii wytwarzania nadstopu Haynes 282, obróbka cieplna stanowi kluczowy etap technologiczny determinujący mikrostrukturę, a więc właściwości mechaniczne materiału. Poprzez odpowiedni dobór parametrów przesycania, wyżarzania ujednoradniającego i starzenia możliwe jest uzyskanie optymalnego udziału objętościowego, morfologii gwarantującej wysoką stabilność faz umacniających, a w konsekwencji właściwości użytkowych materiału umożliwiających bezpieczną eksploatację stopu w warunkach wysokiej temperatury.

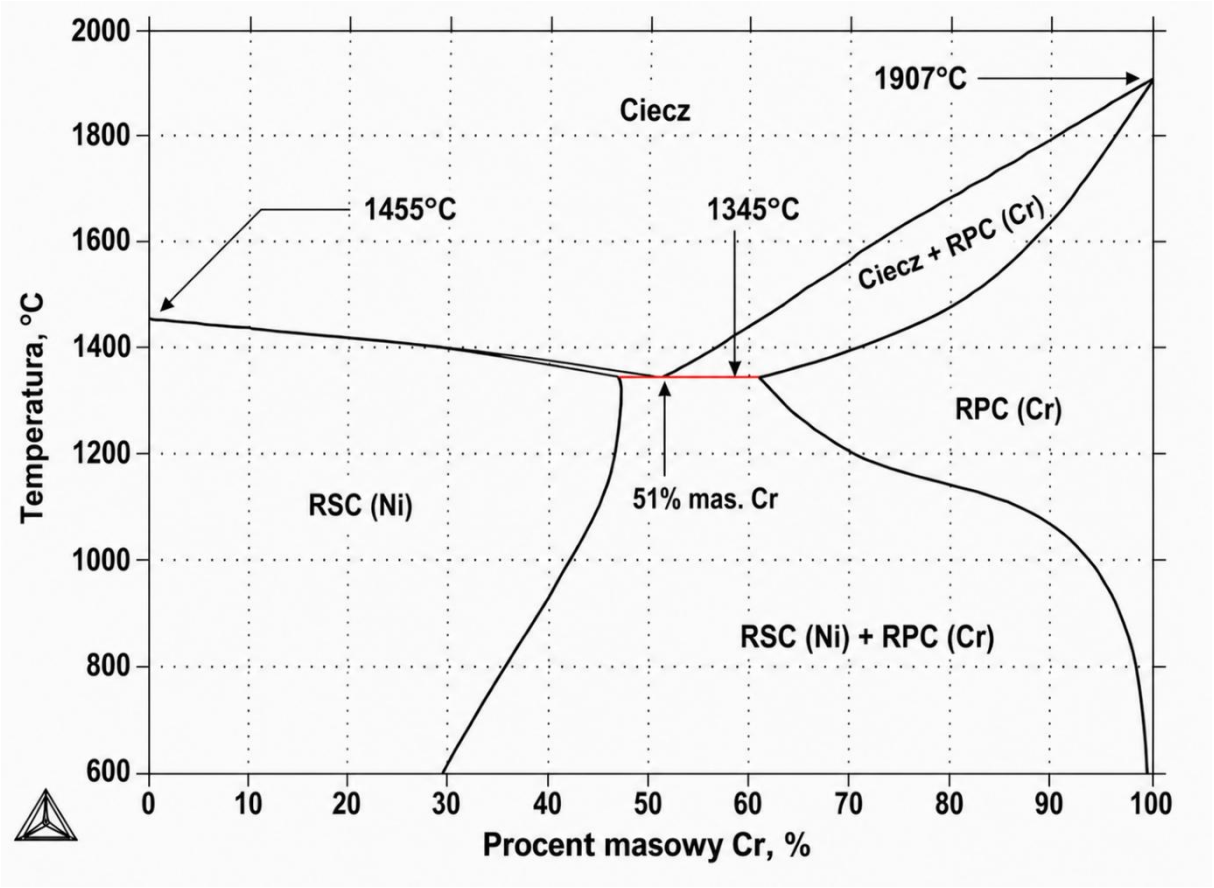
Obróbka cieplna umożliwia:
a) redukcję naprężeń wewnętrznych powstałych w trakcie odlewania lub przeróbki plastycznej,
b) rozpuszczenie cząstek metastabilnych lub niekorzystnych faz,
c) kontrolowane wydzielanie faz umacniających z roztworu stałego,
d) uzyskanie umocnienia materiału poprzez modyfikację mikrostruktury osnowy i wydzieleń,

e) częściowe ujednorodnienie składu chemicznego w obszarach dendrytycznych i międzydendrytycznych, co ma szczególne znaczenie w przypadku materiałów wytwarzanych metodami odlewniczymi [42], [63].

Stop HAYNES 282 jest dostarczany w stanie przesyconym, co zapewnia jego dobrą podatność na dalsze procesy technologiczne, w tym przeróbkę plastyczną. Typowy zakres temperatur przesycania dla tego stopu wynosi 1121–1149°C, co umożliwia rozpuszczenie wydzieleń fazy γ′ oraz części węglików pierwotnych, przy jednoczesnym uniknięciu lokalnego topienia obszarów eutektycznych γ/γ′. W nadstopach niklu występują różne mechanizmy umocnienia, takie jak umocnienie roztworowe, dyslokacyjne czy wynikające z obecności granic ziaren. Jednak dominującym i najbardziej efektywnym mechanizmem umocnienia w stopie Haynes 282 jest umocnienie wydzieleniowe, realizowane poprzez kontrolowane wydzielanie fazy γ′ w czasie obróbki cieplnej. Standardowy proces obróbki cieplnej obejmuje przesycanie oraz starzenie, często poprzedzone wyżarzaniem homogenizującym, szczególnie w przypadku materiału w stanie lanym [11]. Typowa, przemysłowo stosowana dwustopniowa obróbka cieplna dla stopu Haynes 282 obejmuje:

- wyżarzanie w temperatrurze1010°C (1850°F) przez 2 godziny, a następnie chłodzenie w powietrzu (AC);
- starzenie w temperaturze 788°C (1450°F) przez 8 godzin i następne chłodzenie w powietrzu (AC) [8]

Stosowane są również inne warianty obróbki cieplnej, w zależności od wymaganych właściwości użytkowych oraz warunków eksploatacji danego komponentu wytworzonego z nadstopu Haynes 282. Mikrostruktura tego stopu może być zatem kształtowana w szerokim zakresie poprzez odpowiedni dobór technologii. Szczególnie istotne jest połączenie procesów odlewania, obróbki cieplnej i odkształcania plastycznego, które umożliwia wykorzystanie mechanizmów wydzielenia faz umacniających oraz procesów odnowy odkształcanej mikrostruktury w warunkach przeróbki cieplno-plastycznej zmierzających do poprawy jednorodności mikrostruktury i właściwości mechanicznych materiału, co stanowi bezpośrednią podstawę metodyki badawczej przyjętej w niniejszej rozprawie.



Rys. 7. Dwuskładnikowy układ równowagi fazowej Ni–Cr [64].

Umacniająca faza γ′ może wydzielać się już na etapie krystalizacji nadstopów niklu, jednak jej udział objętościowy, rozkład oraz morfologia w stanie wyjściowym nie zapewniają uzyskania optymalnych właściwości mechanicznych. Z tego względu pożądane cechy związane z umocnieniem wydzieleniowym osiągane są przede wszystkim w wyniku odpowiednio zaprojektowanej obróbki cieplnej. Standardowo stosowana obróbka cieplna nadstopów niklu obejmuje sekwencję zabiegów cieplnych, których celem jest jednoczesne ujednorodnienie składu chemicznego, kontrola wydzielania faz umacniających oraz ograniczenie niekorzystnych cech mikrostruktury, takich jak segregacja dendrytyczna pierwiastków stopowych, obecność eutektyki γ/γ′, niejednorodny rozkład wydzieleń oraz lokalne naprężenia wewnętrzne powstałe na wcześniejszych etapach wytwarzania. W zależności od stanu wyjściowego materiału, zwłaszcza w przypadku stopów wytwarzanych metodami odlewniczymi, sekwencja ta może być poprzedzona wyżarzaniem homogenizującym, ukierunkowanym na ograniczenie segregacji dendrytycznej i poprawę jednorodności mikrostruktury. Proces przesycania prowadzony jest w zakresie temperatury umożliwiającej rozpuszczenie pierwotnych wydzieleń fazy γ′ oraz części faz wtórnych, przy jednoczesnym zachowaniu stabilności osnowy γ. Temperatura tego etapu wynika z okna technologicznego,

ograniczonego w zakresie temperatury minimalnej temperaturą solvus fazy γ′, a w zakresie temperatury maksymalnej wartością temperatury topienia niskotopliwej eutektyki γ/γ′ (rys. 7). W zależności od rodzaju nadstopu niklu zakres ten może obejmować temperaturę od ok. 950 do 1340°C. Chłodzenie po przesycaniu prowadzi do powstania roztworu stałego przesyconego pierwiastkami umacniającymi, a jednocześnie inicjuje proces zarodkowania wtórnych wydzieleń fazy γ′. W początkowym stadium wydzielenia te mogą charakteryzować się nieregularną morfologią, której dalsza ewolucja jest kontrolowana w trakcie starzenia przesyconego stopu. Starzenie umożliwia kontrolowane wydzielanie cząstek fazy γ′ w osnowie γ oraz kształtowanie ich rozmiaru, rozkładu przestrzennego i stopnia koherencji, które bezpośrednio determinują opór dla ruchu dyslokacji i zachowanie materiału w warunkach obciążenia mechanicznego w podwyższonej temperaturze. Parametry tego procesu dobierane są w taki sposób, aby uzyskać stabilne wydzielenia o morfologii sprzyjającej efektywnemu umocnieniu, przy jednoczesnym ograniczeniu ich nadmiernego rozrostu podczas długotrwałej eksploatacji. W nadstopach niklu proces starzenia może mieć charakter jedno- lub wieloetapowy, a jego temperatura i czas są ściśle powiązane z wymaganiami eksploatacyjnymi elementu. W materiałach wytwarzanych metodami odlewniczymi, mimo przeprowadzenia obróbki cieplnej, w mikrostrukturze zachowane są fragmenty pierwotnej mikrostruktury dendrytycznej, co wynika z niepełnego ujednorodnienia rozkładu pierwiastków stopowych o dużym promieniu atomowym, takich jak Mo, W czy Ta. Po prawidłowo zaprojektowanej obróbce cieplnej w nowoczesnych nadstopach niklu udział objętościowy fazy γ′ może osiągać wartości rzędu 60–70%, przy czym wydzielenia te są rozdzielone wąskimi kanałami osnowy γ oraz lokalnymi obszarami resztkowej eutektyki γ/γ′. W praktyce technologicznej mikrostruktura stopu Haynes 282 po starzeniu składa się również z wydzieleń węglików o zróżnicowanej morfologii i dystrybucji, a jej ostateczny charakter zależy nie tylko od parametrów wygrzewania, lecz także od warunków chłodzenia, w tym jego szybkości oraz zastosowanego środowiska [65].

3.4. Zdrowienie i rekrystalizacja dynamiczna w nadstopie Haynes 282 podczas odkształcania plastycznego na gorąco

Podczas odkształcania plastycznego w podwyższonej temperaturze mikrostruktura nadstopu Haynes 282 ulega zmianom, których przebieg i kinetyka uzależnione są od temperatury, stopnia odkształcenia oraz prędkości odkształcania. Zmiany te wynikają, poza przemianami fazowymi, z ewolucji struktury krystalicznej wynikającej z ciągłego tworzenia i reorganizacji defektów sieciowych odpowiedzialnych m.in. za plastyczne płynięcie materiału. Odkształcanie prowadzi do intensywnych procesów związanych z oddziaływaniem naprężeń zewnętrznych na strukturę

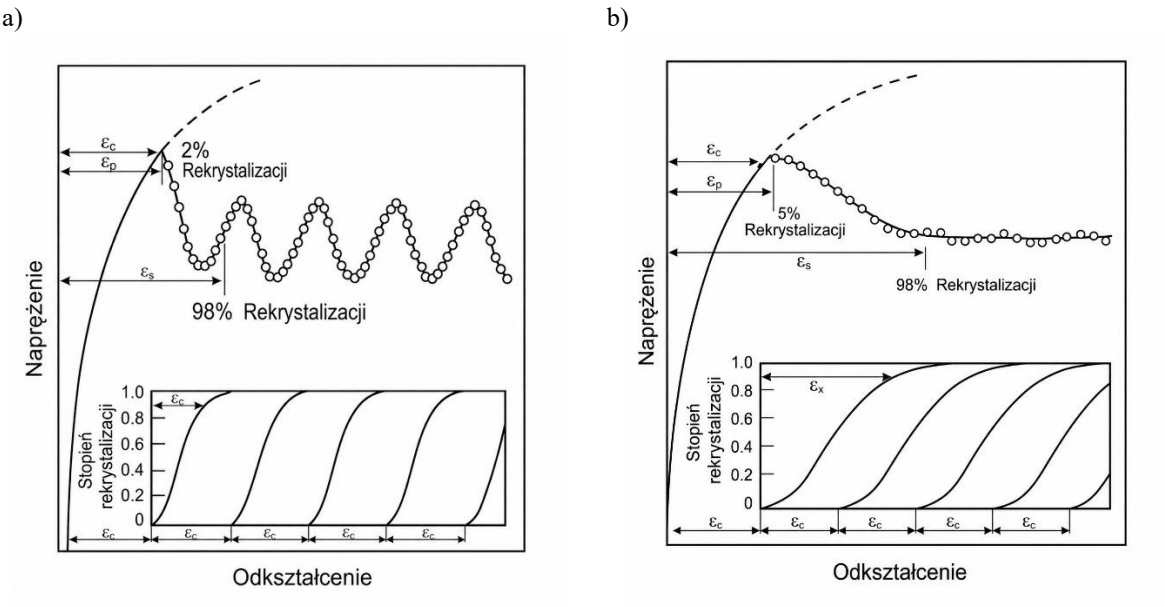
krystaliczną materiału, czego bezpośrednim efektem jest tworzenie i akumulacja defektów sieciowych, liniowych i punktowych. Wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia rośnie gęstość dyslokacji, co skutkuje zwiększeniem naprężeń wewnętrznych oraz wzrostem energii zmagazynowanej w materiale. Zjawisko to odpowiada za obserwowany wzrost oporu plastycznego stopu w początkowym etapie odkształcania. W warunkach oddziaływania wysokiej temperatury akumulacja defektów nie jest jedynym procesem determinującym zachowanie materiału w czasie prowadzonego procesu odkształcania. Równolegle zachodzą procesy odnowy odkształconej mikrostruktury, które prowadzą do częściowej lub całkowitej relaksacji zmagazynowanej energii odkształcenia [66]. Procesy te wpływają na przebieg krzywych płynięcia oraz decydują o stabilizacji mikrostruktury w trakcie dalszego odkształcania. Istotne znaczenie ma oddziaływanie dyslokacji z cząstkami wtórnymi obecnymi w mikrostrukturze, w szczególności z wydzieleniami fazy γ' oraz węglikami. W zależności od temperatury odkształcania, rozmiaru i rozkładu wydzieleń, dyslokacje mogą je przecinać lub omijać, co wpływa na lokalny rozkład odkształcenia oraz na poziom zmagazynowanej energii. Obecność stabilnych wydzieleń sprzyjać może lokalizacji odkształcenia, co może prowadzić do jego niejednorodności, m.in. w postaci pasm ścinania, stanowiących preferencyjne obszary inicjacji procesów odnowy mikrostruktury [67]. Wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia może zostać przekroczona wartość odkształcenia krytycznego, której osiągnięcie w odpowiednim zakresie temperatury prowadzi do inicjacji procesów dynamicznej rekrystalizacji. Proces ten jest indukowany wzrostem energii zmagazynowanej w materiale, a jego siłę napędową stanowi dążenie układu do obniżenia energii wewnętrznej poprzez tworzenie nowych, wolnych od defektów ziaren. W nadstopach niklu, w tym w stopie Haynes 282, rekrystalizacja dynamiczna może przebiegać zarówno w sposób nieciągły, co wiąże się z zarodkowaniem nowych, nieodkształconych ziaren na granicach, jak i w sposób ciągły, polegający na stopniowej ewolucji podziaren i wzroście ich dezorientacji krystalograficznej. Procesom tym towarzyszy zdrowienie, które prowadzi do reorganizacji struktury dyslokacyjnej poprzez wspinanie i anihilację dyslokacji oraz tworzenie granic niskokątowych (tabela 2).

Podczas odkształcania w temperaturze poniżej temperatury rekrystalizacji dominującym mechanizmem odnowy mikrostruktury jest zdrowienie dynamiczne (DRV), stanowiące odpowiedź materiału na zwiększającą się w czasie gęstość defektów sieci krystalicznej. Zdrowienie dynamiczne obejmuje przede wszystkim anihilację dyslokacji o przeciwnych znakach, wspinanie i uporządkowanie dyslokacji w układy niskoenergetyczne, prowadzące do tworzenia struktury podziarnowej rozdzielonej granicami niskokątowymi. W wyniku tych procesów następuje częściowa relaksacja naprężeń wewnętrznych oraz ograniczenie tempa

dalszej akumulacji energii wewnętrznej materiału wynikającej z realizowanego procesu odkształcenia. Na krzywych płynięcia obserwowany jest stopniowy zanik intensywnego umocnienia i przejście w stan ustalonego oporu plastycznego, w którym dalsze odkształcanie nie prowadzi do istotnego wzrostu naprężenia uplastyczniającego (rys. 8). Efektywność zdrowienia dynamicznego zależy od temperatury, prędkości odkształcania oraz mikrostruktury początkowej. W stopie Haynes 282 proces ten może być istotnie ograniczony przez obecność stabilnych cząstek wtórnych, w szczególności wydzieleń fazy γ′ oraz węglików (m.in. $M_{23}C_6$, M_6C), które odpowiadają za blokowanie dyslokacji i spowalniają tworzenie stabilnych układów podziarnowych. W takich warunkach dalszy wzrost stopnia odkształcenia lub temperatury sprzyja akumulacji energii odkształcenia przekraczającej możliwości jej dysypacji wyłącznie poprzez zdrowienie, co prowadzi do inicjacji procesów rekrystalizacji dynamicznej.

Zdrowienie może również ograniczać kinetykę akumulacji energii odkształcenia, opóźniając inicjację rekrystalizacji dynamicznej lub wpływając na jej przebieg. W stopie Haynes 282 szczególnie istotne jest współoddziaływanie procesów odkształcenia plastycznego, wydzielania fazy γ′ oraz odnowy mikrostruktury. Wydzielenia γ′ mogą z jednej strony ograniczać migrację granic ziaren i spowalniać wzrost nowych zrekrystalizowanych ziaren, z drugiej jednak sprzyjać lokalnej koncentracji odkształcenia i inicjacji rekrystalizacji w wybranych obszarach mikrostruktury. W efekcie, końcowy stan mikrostrukturalny materiału po odkształceniu na gorąco jest wynikiem złożonego współoddziaływania mechanizmów umocnienia wydzieleniowego, zdrowienia oraz rekrystalizacji dynamicznej. Zrozumienie tych procesów oraz ich zależności od parametrów odkształcania ma kluczowe znaczenie dla świadomego projektowania sekwencji technologicznych łączących odlewanie, obróbkę cieplną i przeróbkę plastyczną. Odpowiedni dobór temperatury, stopnia odkształcenia i prędkości odkształcania umożliwia kontrolę ewolucji mikrostruktury, w tym rozdrobnienie ziaren oraz kształtowanie rozkładu wydzieleń fazy γ′, co bezpośrednio przekłada się na właściwości mechaniczne i trwałość eksploatacyjną stopu Haynes 282.

Inicjacja procesu rekrystalizacji dynamicznej następuje po przekroczeniu krytycznego gniotu, który na krzywej płynięcia ujawnia się jako maksimum naprężenia uplastyczniającego. Wartość tego naprężenia jest funkcją temperatury oraz prędkości odkształcania, a jego osiągnięcie oznacza, że proces zdrowienia dynamicznego nie jest już w stanie kompensować wzrastającej energii wewnętrznej materiału wynikającej z realizowanego procesu odkształcenia (rys. 8) [68].



Rys. 8. Przebieg krzywych płynięcia dla cyklicznej a) i ciągłej b) rekrystalizacji dynamicznej [69].

W konsekwencji dalsze odkształcanie prowadzi do uruchomienia procesu rekrystalizacji dynamicznej, stanowiącego bardziej efektywny mechanizm obniżania energii zmagazynowanej w materiale. W czasie rekrystalizacji dynamicznej zarodkowanie oraz wzrost nowych ziaren zachodzi równocześnie z trwającym odkształcaniem plastycznym, co umożliwia skuteczną odnowę odkształconej mikrostruktury poprzez tworzenie nowych, wolnych od defektów obszarów charakteryzujących się niską gęstością dyslokacji, skutkując lokalnym obniżeniem naprężeń wewnętrznych oraz redukcją energii zmagazynowanej w materiale. Proces ten zwiększa zdolność stopu do dalszego odkształcania oraz ogranicza lokalizację odkształcenia poprzez ciągłą odnowę mikrostruktury w obszarach charakteryzujących się wysokim stopniem odkształcenia plastycznego. Rekrystalizacja dynamiczna obejmuje zatem zarodkowanie nowych ziaren w obszarach o podwyższonej energii wewnętrznej, takich jak granice silnie odkształconych ziaren, pasma ścinania lub w miejscach o wysokiej gęstości dyslokacji [70]. Wzrost nowo powstałych ziaren kosztem odkształconych prowadzi do zaniku podziarn oraz przebudowy mikrostruktury charakteryzującej się niższą energią wewnętrzną. W zależności od warunków przeróbki cieplno-plastycznej, w nadstopach niklu, w tym w stopie Haynes 282, proces rekrystalizacji dynamicznej może charakteryzować odmienny mechanizm przebudowy odkształcanej mikrostruktury. W warunkach wysokiej temperatury i dużej prędkości odkształcania rekrystalizacja dynamiczna ma charakter nieciągły. Mechanizm ten polega na zarodkowaniu nowych ziaren na granicach silnie odkształconych ziaren lub w mikroobszarach o dużej koncentracji energii odkształcenia, po którym następuje ich intensywny wzrost w całej objętości odkształconej mikrostruktury. Proces ten ma charakter skokowy i jest typowy dla

zakresu temperatury przekraczającej wartość temperatury solvus fazy γ′, gdzie ograniczony jest wpływ wydzieleń na migrację granic ziaren. Efektem nieciągłej rekrystalizacji dynamicznej jest rozdrobnienie mikrostruktury, prowadzące do powstania ziaren o zróżnicowanej orientacji krystalograficznej. Odmienny przebieg wykazuje proces rekrystalizacji dynamicznej o charakterze ciągłym, który przebiega bez wyraźnego etapu zarodkowania nowych ziaren. W tym przypadku odnowa mikrostruktury zachodzi poprzez stopniową ewolucję struktury podziarnowej, polegającą na systematycznym wzroście kąta dezorientacji granic niskokątowych aż do ich przekształcenia w granice ziaren o wysokim kącie. Mechanizm ten występuje głównie w warunkach, w których stabilne wydzielenia fazy γ′ oraz węgliki skutecznie ograniczają migrację granic ziaren, co sprzyja powolnej i bardziej jednorodnej przebudowie mikrostruktury. W rezultacie ciągła rekrystalizacja dynamiczna prowadzi do powstania mikrostruktury o jednorodnym rozmiarze ziaren, często z częściowo zachowaną teksturą odkształcenia [71].

Rekrystalizacja dynamiczna w polikrystalicznych nadstopach niklu jest procesem silnie zależnym od temperatury i prędkości odkształcenia, a jej przebieg determinuje końcowy rozmiar i rozkład ziaren po odkształcaniu. Jak wskazują liczne badania prowadzone dla nadstopów niklu, inicjacja i kinetyka tego procesu mogą być opisywane z wykorzystaniem parametrów kompensujących wpływ temperatury, takich jak parametr Zenera–Hollomona, oraz modeli konstytutywnych odkształcania na gorąco. Modele te umożliwiają w sposób ilościowy powiązać warunki procesu z charakterystycznymi parametrami odnoszącymi się do mikrostruktury kształtowanej w procesie przeróbki cieplno-plastycznej, takimi jak odkształcenie krytyczne inicjujące rekrystalizację, objętość względna ziaren zrekrystalizowanych dynamicznie czy średnia wielkość ziarna po procesie [72], [73].

Do opisu warunków odkształcania na gorąco powszechnie stosuje się parametr:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(Q/RT\right)$$

gdzie: ε̇ - prędkość odkształcenia, Q - energia aktywacji odkształcenia na gorąco, R - stała gazowa, T - temperatura bezwzględna.

Energia aktywacji uwzględnia dopasowanie modelu konstytutywnego (np. Sellars–Tegart) do danych z prób ściskania/rozciągania w szerokim zakresie temperatury i prędkością odkształcania. Dlatego najczęściej do analizy wpływu procesu odkształcania na wartość naprężenia uplastyczniającego stosuje się równanie:

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp(-Q/RT)$$

które jest równoważne z:

$$Z = A[sinh(\alpha\sigma)]n$$

Wartości A,α,n,Q wyznaczane są z użyciem regresji nieliniowej na podstawie krzywych płynięcia σ(ε) (najczęściej osobno dla σ_p i σ_{ss} lub wartości średnich w wybranych warunkach odkształcenia) [72]

Rozwijane w literaturze modele kinetyki rekrystalizacji dynamicznej pozwalają na przewidywanie udziału objętościowego efektów rekrystalizacji dynamicznej w funkcji odkształcenia oraz warunków procesu, a tym samym na ocenę stopnia zmiany mikrostruktury w trakcie przeróbki plastycznej. W połączeniu z ilościową analizą mikrostruktury, prowadzoną m.in. z wykorzystaniem technik EBSD i TEM, modele te stanowią użyteczne narzędzie do projektowania parametrów odkształcania na gorąco w sposób umożliwiający kontrolę wielkości ziarna oraz jednorodności mikrostruktury. Ma to szczególne znaczenie w przypadku nadstopów umacnianych wydzieleniowo, takich jak Haynes 282, gdzie przebieg rekrystalizacji dynamicznej pozostaje w ścisłym związku z obecnością i stabilnością wydzieleń fazy γ′. W kontekście niniejszej pracy podejście to umożliwia powiązanie obserwowanych w literaturze ograniczeń materiału w stanie po odlaniu z potencjałem ich przezwyciężenia poprzez kontrolowany proces odkształcenia plastycznego. Analiza mechanizmów rekrystalizacji dynamicznej oraz ich modelowanie stanowią zatem logiczne rozwinięcie wcześniejszych rozważań dotyczących odlewania i obróbki cieplnej stopu Haynes 282. Pozwala to na sformułowanie spójnych założeń technologicznych, w których mikrostruktura stopu po odlaniu nie jest traktowana jako stan końcowy, lecz jako materiał wyjściowy do dalszego kształtowania właściwości użytkowych poprzez odpowiednio zaprojektowane procesy technologiczne uwzględniające również przeróbkę plastyczną.

Tabela 2. Porównanie procesów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej podczas odkształcania plastycznego na gorąco.

Kryterium	**Zdrowienie dynamiczne**	**Rekrystalizacja dynamiczna**
Mechanizm procesu	Reorganizacja i częściowa anihilacja dyslokacji, prowadzące do zmniejszenia gęstości dyslokacji i energii odkształcenia zmagazynowanej w materiale	Tworzenie nowych ziaren o małej gęstości dyslokacji i ich wzrost kosztem obszarów odkształconej mikrostruktury.
Zmiany w strukturze dyslokacyjnej	Przegrupowanie dyslokacji, ich anihilacja oraz tworzenie ścian dyslokacyjnych, komórek i podziaren.	Stopniowe zastępowanie silnie odkształconej struktury przez nowe ziarna, charakteryzujące się mniejszą gęstością dyslokacji.
Zmiany mikrostruktury	Zachowanie pierwotnego układu ziaren przy jednoczesnej przebudowie struktury dyslokacyjnej wewnątrz ziaren i tworzeniu podstruktury podziarnowej.	Powstawanie nowych ziaren i stopniowe zastępowanie nimi ziaren odkształconych. Po zakończeniu procesu mikrostruktura zawiera ziarna zrekrystalizowane o znacznie mniejszej gęstości dyslokacji.
Wpływ na przebieg umocnienia odkształceniowego	Anihilacja i reorganizacja części dyslokacji ograniczają szybkość wzrostu ich gęstości, a tym samym zmniejszają szybkość umocnienia odkształceniowego.	Tworzenie nowych ziaren o małej gęstości dyslokacji prowadzi do zmniejszenia umocnienia odkształceniowego nagromadzonego w materiale.
Przebieg krzywej płynięcia	Konkurencyjny proces wynikający z generowania dyslokacji z ich anihilacją i reorganizacją może prowadzić do zmniejszania szybkości umocnienia i osiągnięcia naprężenia charakterystycznego dla stanu ustalonego płynięcia plastycznego	Po osiągnięciu naprężenia maksymalnego może wystąpić zmniejszenie naprężenia płynięcia związane z postępującą rekrystalizacją dynamiczną.
Wpływ temperatury	Wzrost temperatury ułatwia ruch, reorganizację i anihilację dyslokacji w wyniku aktywacji procesów dyfuzyjnych.	Wzrost temperatury sprzyja tworzeniu i migracji granic nowych ziaren oraz zwiększa szybkość przebiegu rekrystalizacji dynamicznej.
Wpływ prędkości odkształcenia	Mniejsza prędkość odkształcenia zapewnia więcej czasu na przebieg procesów związanych z reorganizacją i anihilacją dyslokacji.	Wpływ prędkości odkształcenia zależy od relacji pomiędzy szybkością akumulacji dyslokacji a szybkością przebiegu procesów odnowy mikrostruktury.
Warunki występowania	Występuje podczas odkształcania w warunkach umożliwiających aktywację cieplnie wspomaganych mechanizmów ruchu i reorganizacji dyslokacji.	Zachodzi po osiągnięciu warunków umożliwiających tworzenie nowych ziaren, zależnych m.in. od temperatury, prędkości i stopnia odkształcenia oraz początkowej mikrostruktury materiału.
Obraz mikrostruktury TEM	Zróżnicowana gęstość dyslokacji, ściany i komórki dyslokacyjne oraz tworzenie podziaren w wyniku reorganizacji dyslokacji.	Obecność nowych ziaren o małej gęstości dyslokacji, oddzielonych od silnie odkształconych obszarów granicami ziaren. W miarę postępu procesu zwiększa się udział ziaren zrekrystalizowanych.

4. CEL I TEZA PRACY

Nadstop niklu Haynes 282 należy do grupy nadstopów umacnianych wydzieleniowo fazą γ′, zaprojektowanych z myślą o pracy w warunkach podwyższonej temperatury przy jednoczesnym zachowaniu dobrej podatności na przeróbkę plastyczną. Od momentu wprowadzenia go do zastosowań przemysłowych w 2005 roku materiał ten był przedmiotem licznych badań, koncentrujących się głównie na analizach wpływu obróbki cieplnej na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne kształtowane w procesie przeróbki plastycznej, a także na jego odporność na pełzanie i utlenianie w warunkach długotrwałej eksploatacji. Badania te wykazały m.in. korzystny wpływ stabilnej morfologii wydzieleń γ′ na żarowytrzymałość oraz dobrą stabilność mikrostrukturalną w porównaniu do innych nadstopów niklu o podobnym przeznaczeniu. Równolegle, w ostatnich latach obserwuje się zainteresowanie alternatywnymi metodami wytwarzania elementów z nadstopu Haynes 282, takimi jak technologie przyrostowe oraz procesy odlewnicze, w szczególności odlewanie precyzyjne [74]. Dostępne prace potwierdzają możliwość uzyskania odlewów o akceptowalnej jakości metalurgicznej oraz stabilnej mikrostrukturze po obróbce cieplnej. Wykazano również, że w przypadku odlewów o dużych gabarytach możliwe jest osiągnięcie wysokiej stabilności fazowej, przy jednoczesnym ograniczeniu niekorzystnych faz międzymetalicznych, takich jak fazy TCP. Jednocześnie dane literaturowe wskazują [27] na istotne problemy technologiczne związane z odlewaniem tego stopu, w tym skłonność do pęknięć oraz porowatości skurczowej, których eliminacja wymaga doboru odpowiednich parametrów procesu wytwarzania i dalszej przeróbki materiału.

Pomimo dużej liczby prac prowadzonych przez wiele ośrodków badawczych nad nadstopem Haynes 282, brakuje kompleksowych analiz łączących proces odlewania z przeróbka plastyczną w podwyższonej temperaturze, uwzględniającej mechanizmy zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej oraz ich wpływu na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne. Dotychczasowe prace koncentrują się zazwyczaj na analizach materiału albo w stanie lanym lub po klasycznej przeróbce plastycznej, bez analizy potencjału wynikającego z sekwencyjnego łączenia tych procesów. Z punktu widzenia przemysłu lotniczego i energetycznego ma to istotne znaczenie, ponieważ proces homologacji nowych materiałów do zastosowań krytycznych jest długotrwały i kosztowny. W związku z tym szczególnie pożądane są rozwiązania umożliwiające rozszerzenie zakresu zastosowań już istniejących, certyfikowanych stopów poprzez modyfikację technologii ich wytwarzania i przetwarzania, bez ingerencji w skład chemiczny materiału.

Celem pracy doktorskiej jest przeprowadzenie badań wpływu parametrów procesów wytwarzania i obróbki nadstopu niklu Haynes 282, obejmujących proces odlewania, obróbkę cieplną oraz cieplno-plastyczną w warunkach wysokiej temperatury, na ewolucję mikrostruktury oraz kształtowanie właściwości mechanicznych materiału. Podjęto zatem próbę określenia, w jakim zakresie kontrolowane odkształcenie plastyczne może stanowić skuteczne narzędzie modyfikacji mikrostruktury stopu Haynes 282 wytworzonego w procesie odlewania precyzyjnego. Szczególną uwagę poświęcono roli procesów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej inicjowanych podczas odkształcania na gorąco oraz ich wpływowi na jednorodność mikrostruktury, stopień jej odnowy oraz potencjał użytkowy materiału, rozumiany jako zdolność do pracy w warunkach wysokiej temperatury i obciążeń mechanicznych. Zakres badań obejmował wieloetapową analizę, w ramach której przeprowadzono ocenę jakości metalurgicznej oraz mikrostruktury odlewów o zróżnicowanej geometrii, a następnie analizę wpływu kolejnych etapów obróbki kształtujących mikrostrukturę i właściwości mechaniczne stopu Haynes 282. Stąd, w pierwszym etapie przeprowadzono analizę mikrostruktury i jakości stopu w stanie po odlaniu, ze szczególnym uwzględnieniem wpływu geometrii odlewów na powstawanie niejednorodności strukturalnych oraz defektów typowych dla procesów odlewniczych. Następnie wykonano badania wpływu parametrów obróbki cieplnej na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne stopu w stanie lanym, ze szczególnym uwzględnieniem procesu wydzielania fazy γ′. Zasadniczym aspektem pracy była charakterystyka stopu Haynes 282 podczas odkształcenia plastycznego prowadzonego w warunkach podwyższonej temperatury, w kontekście aktywacji mechanizmów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej, które w istotny sposób determinują przebieg krzywych płynięcia oraz ewolucję mikrostruktury. Uzyskane wyniki umożliwiły ocenę wpływu procesów technologicznych w sekwencji odlewanie, obróbka cieplna i odkształcenie plastyczne, na końcowy stan mikrostruktury oraz właściwości mechaniczne stopu.

Zdefiniowano zatem tezę pracy która zakłada, że *połączenie procesu odlewania nadstopu niklu Haynes 282 z procesem odkształcenia plastycznego prowadzonego w warunkach kontrolowanej prędkości odkształcenia i wysokiej temperatury, umożliwi inicjację procesów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej, prowadząc do korzystnej modyfikacji mikrostruktury oraz poprawy jednorodności i właściwości mechanicznych materiału w porównaniu do stanu wyłącznie lanego. Założono, że odpowiedni dobór parametrów obróbki cieplnej i przeróbki cieplno-plastycznej zredukuje niekorzystne cechy mikrostruktury odlewniczej, zapewni drobnoziarnistą i stabilną mikrostrukturę, poprawi plastyczność i jednorodność właściwości mechanicznych oraz umożliwi stworzyć podstawy potencjalnego*

zastosowania stopu Haynes 282 w nowych konfiguracjach geometrycznych i warunkach obciążenia, w szczególności w elementach cienkościennych lub narażonych na złożone stany naprężeń. W ramach pracy wykonano odlewy nadstopu Haynes 282 o różnych geometriach, w tym próby odwzorowania kształtu elementów turbin. Ze względu na ograniczenia technologiczne oraz jakość uzyskanej makrostruktury, dalsze badania koncentrowano na odlewach w postaci prętów o zróżnicowanych średnicach, umożliwiających realizację prób ściskania w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury. Przeprowadzono zatem obróbkę cieplną oraz wykonano próby ściskania w warunkach kontrolowanego odkształcenia plastycznego w termosymulatorze Gleeble, a następnie wykonano badania właściwości mechanicznych oraz analizy mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopii świetlnej, skaningowej oraz transmisyjnej. Uzyskane wyniki pozwalają na lepsze zrozumienie zależności pomiędzy technologią wytwarzania, mechanizmami odnowy mikrostruktury i właściwościami użytkowymi nadstopu Haynes 282. Stanowią również podstawę do dalszych badań nad rozszerzeniem zakresu zastosowań tego materiału w elementach pracujących w podwyższonej temperaturze, gdzie istotne znaczenie mają jednorodność mikrostruktury, odporność na odkształcenie oraz stabilność właściwości w warunkach długotrwałej eksploatacji.

Zastosowanie szerokiego zakresu temperatury odkształcania wynika z konieczności kompleksowej oceny procesów odpowiedzialnych za ewolucję mikrostruktury nadstopu Haynes 282 oraz wyboru warunków, w których możliwe jest odpowiednie kształtowanie jego właściwości mechanicznych. Jak wynika z danych literaturowych, zarówno zbyt wysoka, jak i zbyt niska temperatura odkształcania może prowadzić do niekorzystnych zjawisk mikrostrukturalnych, takich jak rozpuszczanie wydzieleń fazy γ', nadmierny rozrost ziaren lub brak aktywacji procesów odnowy mikrostruktury. Z tego względu istotnym elementem pracy było wykonanie badań w temperaturze umożliwiającej identyfikację obszarów sprzyjających inicjacji procesów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej, bez jednoznacznego określania efektów mikrostrukturalnych. Literatura przedmiotu wskazuje, że stop Haynes 282, dzięki składowi chemicznemu, może być wytwarzany metodami odlewniczymi, w szczególności w procesach odlewania precyzyjnego, przy zachowaniu odpowiednich parametrów technologicznych. Jednocześnie wskazuje się, że mikrostruktura stopu w stanie po odlaniu, mimo spełniania wymagań jakościowych, charakteryzuje się cechami, które mogą ograniczać jednorodność właściwości mechanicznych. Stwarza to uzasadnione założenie do przeprowadzenia badań wpływu parametrów kontrolowanego odkształcenia plastycznego jako etapu umożliwiającego modyfikację mikrostruktury materiału wytworzonego w procesie odlewania. Z punktu widzenia zastosowania stopu na elementy

eksploatowane w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury kluczowe znaczenie ma stabilność mikrostruktury, determinowana obecnością fazy γ′ oraz przebiegiem procesów odnowy mikrostruktury zachodzących w warunkach oddziaływania temperatury i naprężeń. Dotychczasowe badania wskazują, że stabilność ta zachowana jest w określonym przedziale temperatury, w którym możliwe jest jednoczesne zachowanie wytrzymałości, plastyczności oraz odporności na degradację mikrostrukturalną, a więc na pełzanie. W niniejszej pracy przyjęto zatem założenie, że analiza wpływu sekwencji procesów, tj. odlewania, obróbki cieplnej oraz odkształcenia plastycznego, prowadzona w odpowiednio dobranych warunkach pozwoli na określenie potencjału użytkowego stopu Haynes 282 w kontekście jego dalszych zastosowań konstrukcyjnych.

5. BADANIA WŁASNE

5.1. Materiał do badań

Haynes 282 stosowany jest obecnie głównie na komponenty kształtowane w procesach przeróbki plastycznej, takich jak kucie czy walcowanie, od których wymagane jest wysoka żarowytrzymałość oraz żaroodporność. Skład chemiczny nadstopu Haynes 282 (tabela 3) został zoptymalizowany pod kątem uzyskania korzystnego kompromisu pomiędzy właściwościami żarowytrzymałymi, odpornością na utlenianie oraz możliwością prowadzenia procesów technologicznych, w tym obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej. Stop należy do grupy nadstopów niklu umacnianych wydzieleniowo fazą γ′, której obecność i stabilność decydują o jego właściwościach mechanicznych w podwyższonej temperaturze. Należy wskazać, że skład chemiczny stopu Haynes 282 wskazuje na możliwość kształtowania mikrostruktury również metodami odlewniczymi, w tym w procesie odlewania precyzyjnego. Istotną rolę odgrywa w tym zakresie dodatek boru i krzemu wpływający na przebieg krystalizacji, poprawę lejności stopu oraz stabilizację granic ziaren. Obecność chromu i molibdenu zapewnia odporność na utlenianie i korozję wysokotemperaturową, natomiast aluminium i tytan umożliwiają wydzielanie fazy γ′ o składzie $Ni_3(Al,Ti)$, odpowiedzialnej za umocnienie stopu w warunkach podwyższonej temperatury.

Dzięki tak dobranemu składowi chemicznemu, nadstop Haynes 282 stanowi idealny materiał badawczy w kontekście analizy jego zachowania w stanie po odlaniu oraz po zastosowaniu kolejnych etapów obróbki cieplnej i odkształcenia plastycznego. Właściwości te były podstawą doboru stopu Haynes 282 jako materiału do badań własnych realizowanych w niniejszej pracy. Do prób odlewania precyzyjnego w warunkach próżniowych zastosowano stop Haynes 282 dostarczony przez firmę Cannon Muskegon w formie prętów o średnicy 80 mm. Pręty pocięto na części, w sposób zapewniający uzyskanie wsadu na każdy odlew o masie ok. 10 kg.

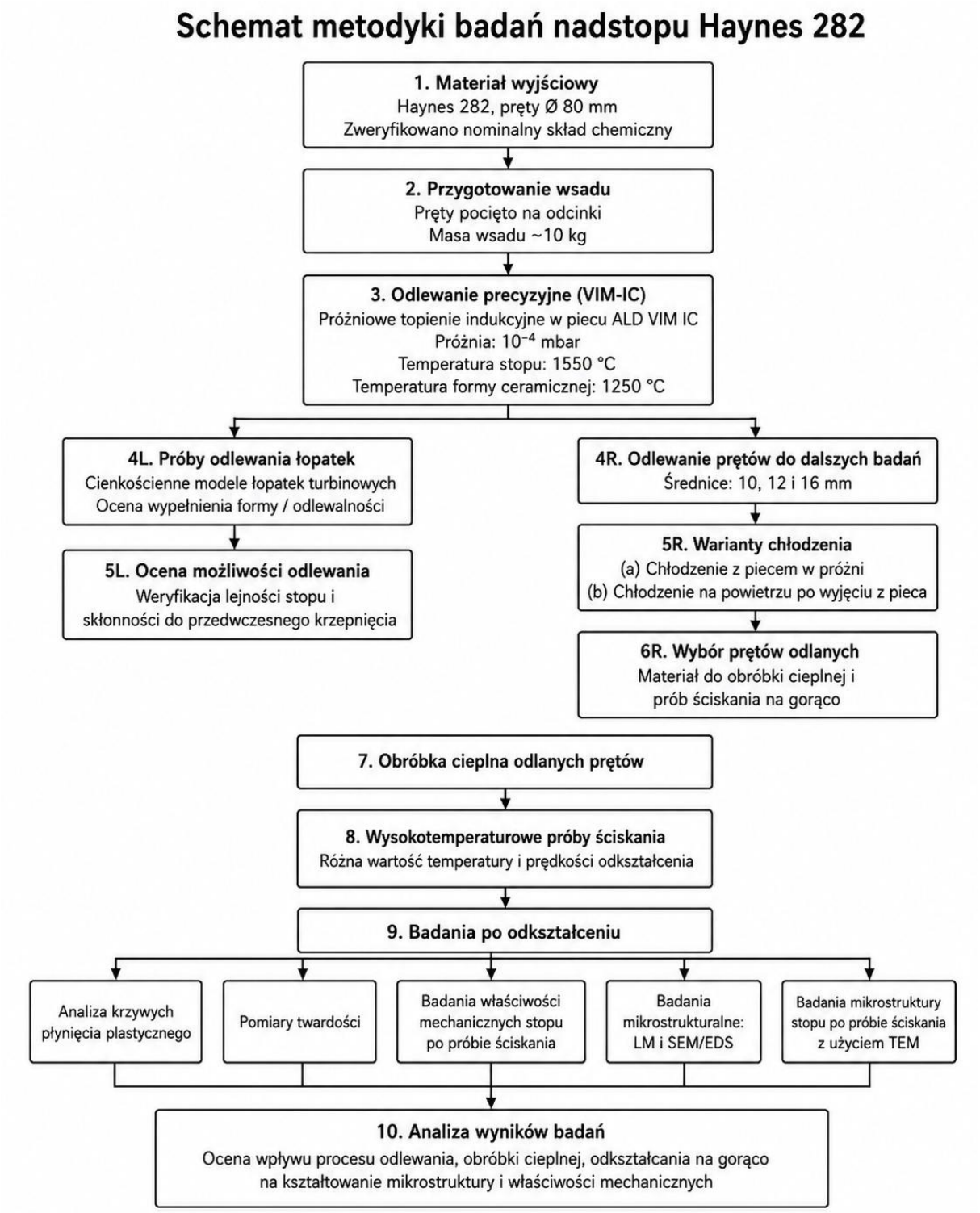
Tabela 3. Skład chemiczny nadstopu Haynes 282 (% mas).

Pierwiastek	**B**	**Cr**	**Co**	**Mo**	**Ti**	**Al**	**Fe**	**Mn**	**Si**	**C**	**Ni**
Zawartość	0,005	20,0	10,0	8,5	2,1	1,5	1,5	0,3	0,15	0,06	reszta

5.2. Metodyka badań

Metodyka badań obejmowała ciąg powiązanych procesów technologicznych, dzięki którym przygotowano materiał wyjściowy do wykonania badań, umożliwiających analizę mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopu po odlaniu oraz po procesie przeróbki cieplno-plastycznej. W ramach pracy wykonano (rys. 9):

- odlewanie precyzyjne prętów z nadstopu Haynes 282,
- badanie jakości odlewów (ocena porowatości oraz badanie składu fazowego metodą XRD),
- badania kalorymetryczne DTA, w celu wyznaczenia temperatury przemian fazowych,
- obróbkę cieplną materiału w stanie wyjściowym,
- próbę ściskania jednoosiowego,
- badania właściwości mechanicznych (badania w jednoosiowej próbie rozciągania, badania twardości),
- badania mikrostruktury metodą mikroskopii świetlnej,
- badania mikrostruktury metodą transmisyjnej oraz skaningowej mikroskopii elektronowej.



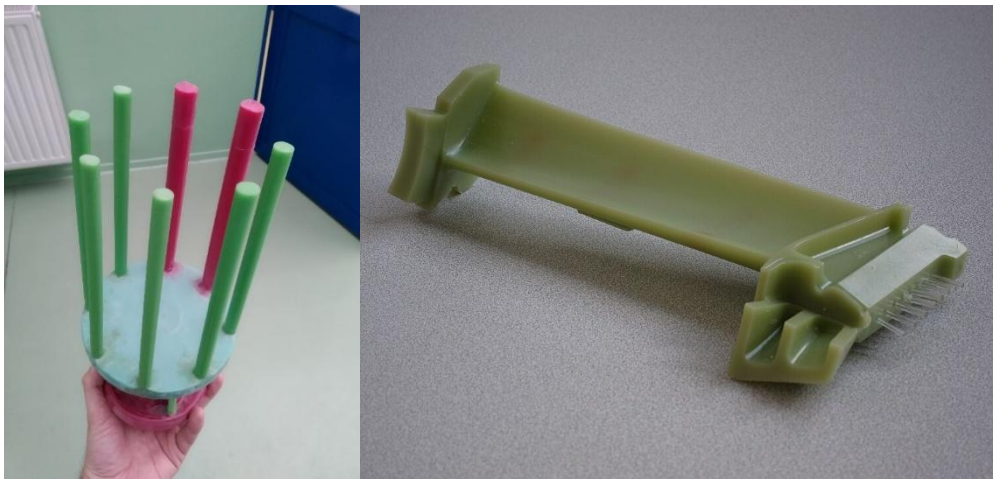
Rys. 9. Schemat metodyki badań wpływu procesu odlewania, obróbki cieplnej i odkształcenia na właściwości nadstopu Haynes 282.

Odlewanie precyzyjne

W celu realizacji badań zmierzających do oceny możliwości zastosowania nadstopu niklu Haynes 282 w stanie po odlaniu, po obróbce cieplnej oraz po procesie przeróbki cieplno-plastycznej, opracowano metodykę badawczą obejmującą ciąg powiązanych procesów technologicznych i badań materiałowych, prowadzonych w warunkach zbliżonych do przemysłowych. Pierwszym etapem prac było wytworzenie odlewów w warunkach próżni, z zastosowaniem przemysłowego pieca indukcyjnego typu VIM IC (z ang. *Vacuum Induction Melting – Investment Casting*) firmy ALD Vacuum Technologies GmbH (rys. 10). Proces prowadzono w próżni ok. 10^{-4} mbar, co miało na celu ograniczenie negatywnego oddziaływania gazów rozpuszczonych w ciekłym metalu oraz minimalizację ryzyka utleniania i powstawania wtrąceń niemetalicznych. Topienie realizowano w tyglu ceramicznym o średnicy 150 mm, a zalewanie form odbywało się z wykorzystaniem automatycznego systemu zalewania, zapewniającego powtarzalność warunków procesu.



Rys. 10. Przemysłowy próżniowy piec indukcyjny firmy ALD Vacuum Technologies zastosowany w procesie odlewania nadstopu Haynes 282.



Rys. 11. Modele woskowe przeznaczone do wytworzenia form ceramicznych odlewu stopu Haynes 282.

W ramach badań wstępnych wykonano próbne odlewy modelowych łopatek turbinowych, których celem była weryfikacja zdolności stopu Haynes 282 do poprawnego wypełniania cienkościennych form ceramicznych oraz ocena wpływu temperatury zalewania i temperatury formy na jakość geometryczną i mikrostrukturalną odlewów (rys. 11). Próby te umożliwiły identyfikację ograniczeń związanych z lejnością stopu oraz skłonnością do przedwczesnego krzepnięcia w obszarach o małej grubości ścianki. Na podstawie wyników wstępnych dokonano modyfikacji parametrów procesu i wykonano odlewy prętów o średnicach 10, 12 i 16 mm, z których wykonano próbki cylindryczne do prób ściskania. Odlewanie prętów realizowano przy temperaturze ciekłego stopu wynoszącej 1550°C oraz temperaturze formy ceramicznej 1250°C. Po zalaniu form zastosowano dwa warianty chłodzenia odlewów (tabela 4):

1) chłodzenie zalanej formy z piecem w warunkach próżni,

2) oraz chłodzenie zalanej formy po wyciągnięciu z pieca w temperaturze otoczenia,

co pozwoliło na ocenę wpływu szybkości chłodzenia na porowatość i mikrostrukturę odlewów.

Tabela 4. Parametry procesu odlewania próbnego i właściwego nadstopu Haynes 282.

Parametr	**Odlewy próbne**				**Odlewy właściwe**					
Geometria	łopatka	pręt	łopatka	pręt	pręt	pręt	pręt	pręt	pręt	pręt
Średnica, mm	–	16	–	16	10	12	16	10	12	16
Liczba	5	5	5	5	3	3	3	3	3	3
Temperatura stopu, °C	1430		1500		1550					
Temperatura formy, °C	1000				1250					
Rodzaj chłodzenia	na powietrzu				w próżni			na powietrzu		

Ocena jakości odlewów

Ilościowa analiza porowatości

Po wybiciu z formy, odlewy poddano ocenie jakości, podczas której dokonano pomiarów porowatości metodami metalograficznymi. Badania metalograficzne prowadzono na zgładach przygotowanych zgodnie z wytycznymi normy ASTM E3. Próbki poddano szlifowaniu na papierach ściernych stosując rosnącą gradację ziaren: 500, 800 oraz 1200, przy jednoczesnym chłodzeniu wodą w celu ograniczenia nagrzewania materiału oraz minimalizacji odkształceń warstwy wierzchniej. Następnie próbki polerowano mechaniczne z wykorzystaniem zawiesin diamentowych o malejącej wielkości ziaren: 6 µm, 3 µm oraz 1,5 µm. Pomiary porowatości prowadzono na zgładach nietrawionych z wykorzystaniem mikroskopu metalograficznego Nikon EPIPHOT 300, przy powiększeniu ok. 100x. Analizę ilościową porowatości przeprowadzono metodą analizy obrazu z wykorzystaniem programu ImageJ. Dla każdej próbki wykonano pomiary na 7 losowo wybranych polach obserwacji.

Analiza składu fazowego

Analizę składu fazowego odlewów nadstopu niklu Haynes 282 przeprowadzono z wykorzystaniem metody dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego (XRD przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego Rigaku (model MiniFlex II), wyposażonego w lampę rentgenowską z anodą miedzianą (Cu), generującą promieniowanie charakterystyczne CuKα o długości fali $\lambda = 1{,}5406$ Å. Aparatura pracowała w konfiguracji geometrycznej Bragga–Brentano (θ–2θ), standardowo stosowanej do analizy materiałów polikrystalicznych. Pomiary prowadzono w zakresie kątowym $2\theta = 20–80°$, co umożliwiło jednoznaczną identyfikację osnowy γ(FCC), fazy umacniającej γ′(Ni_3(Al,Ti)) oraz potencjalnych faz wtórnych, takich jak węgliki czy produkty utleniania. Krok pomiarowy wynosił 0,02°, a czas zliczania impulsów dla jednego punktu pomiarowego wynosił 2 s. Lampa rentgenowska pracowała przy napięciu 40 kV i natężeniu prądu 30–40 mA, co jest typowym zakresem parametrów dla analizy nadstopów niklu o wysokiej zawartości pierwiastków ciężkich. Do redukcji promieniowania K_β zastosowano filtr niklowy, natomiast rejestrację sygnału realizowano za pomocą detektora półprzewodnikowego Peltiera. Próbki do badań XRD przygotowano w postaci płaskich powierzchni po szlifowaniu i polerowaniu mechanicznym, bez trawienia chemicznego. Analizę prowadzono na przekrojach poprzecznych prętów, co umożliwiło ocenę składu fazowego reprezentatywnego dla objętości materiału. Identyfikację składników fazowych przeprowadzono na podstawie porównania zarejestrowanych dyfraktogramów z bazą danych ICDD PDF-4, uwzględniając charakterystyczne pozycje i intensywności refleksów

dyfrakcyjnych dla faz γ, γ′ oraz potencjalnych faz wtórnych. Analiza miała charakter jakościowy i półilościowy, a jej celem było potwierdzenie obecności faz umacniających oraz ocena zmian składu fazowego w zależności od warunków odlewania i chłodzenia. Zastosowanie metody XRD pozwoliło na uzupełnienie wyników badań metalograficznych oraz stanowiło podstawę do dalszej interpretacji zmian mikrostrukturalnych zachodzących w stopie Haynes 282 w kolejnych etapach obróbki cieplnej i odkształcenia plastycznego.

Badania kalorymetryczne

W celu prawidłowego doboru zakresu temperatury odkształcania plastycznego oraz parametrów obróbki cieplnej nadstopu Haynes 282 przeprowadzono analizę cieplną z wykorzystaniem różnicowej analizy termicznej (DTA). Badania te miały kluczowe znaczenie dla identyfikacji temperatury przemian mikrostrukturalnych, w szczególności związanych z wydzielaniem i rozpuszczaniem fazy γ′, stabilnością węglików wtórnych oraz początkiem topienia osnowy γ. Uzyskane wyniki stanowiły podstawę do wyznaczenia bezpiecznego i technologicznie uzasadnionego zakresu temperatury stosowanego w dalszych etapach badań, obejmujących odkształcanie plastyczne w warunkach podwyższonej temperatury.

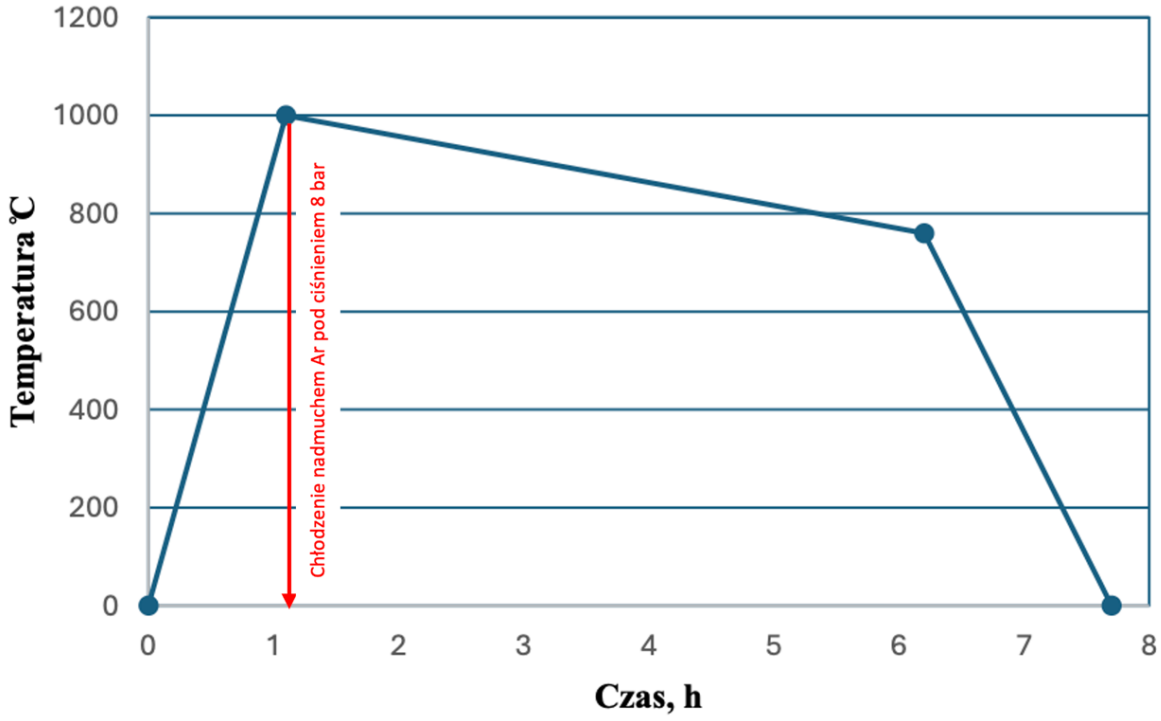
Badania wykonano przy użyciu analizatora termicznego NETZSCH STA 449 F1 Jupiter, umożliwiającego jednoczesną rejestrację sygnałów DTA. Aparatura ta pozwala na precyzyjną analizę efektów cieplnych w szerokim zakresie temperatury, co jest istotne w przypadku nadstopów niklu charakteryzujących się wysoką stabilnością cieplną. Pomiary prowadzono w atmosferze ochronnej argonu, co ograniczało możliwość utleniania próbki w trakcie nagrzewania i zapewniało warunki zbliżone do równowagowych. Próbki o masie około 20–30 mg umieszczono w tyglach platynowych, natomiast jako materiał odniesienia zastosowano pusty tygiel tego samego typu. Analizę przeprowadzono w zakresie temperatury od 25 do 1500°C, przy stałej szybkości nagrzewania wynoszącej 10°C/min. Zastosowany zakres temperaturowy umożliwił rejestrację zarówno subtelnych efektów cieplnych związanych z przemianami faz wtórnych, jak i wyraźnego efektu endotermicznego odpowiadającego początkowi topienia stopu. Zarejestrowane temperatury charakterystyczne stanowiły istotną podstawę do:

- doboru parametrów obróbki cieplnej (przesycania i starzenia),
- określenia zakresu temperatury odkształcania plastycznego,
- interpretacji zmian mikrostrukturalnych obserwowanych po kolejnych etapach technologicznego kształtowania materiału.

Analiza DTA uzupełniła wyniki badań XRD oraz obserwacji metalograficznych, umożliwiając kompleksową ocenę stabilności cieplnej nadstopu Haynes 282 oraz projektowanie dalszych etapów badań eksperymentalnych prowadzonych w niniejszej pracy.

Obróbka cieplna

Po wyborze odpowiedniego wariantu technologicznego odlewania, charakteryzującego się najniższym udziałem porowatości oraz stabilnym składem fazowym, odlewy z nadstopu Haynes 282 w kształcie prętów o średnicy 12 mm poddano dwustopniowej obróbce cieplnej, obejmującej przesycanie oraz starzenie (rys. 12). Obróbkę cieplną przeprowadzono w próżniowym piecu do obróbki cieplnej ALD Vacuum Heat Treatment Mono Therm HK.446.N (rys. 13), pracującym w kontrolowanej atmosferze próżni na poziomie 10^{-5} mbar, co umożliwiało eliminację utleniania powierzchni oraz ograniczenie niekontrolowanych reakcji z gazami resztkowymi. Proces przesycania przeprowadzono w temperaturze 990°C przez 1 godzinę, po czym materiał schłodzono nadmuchem gazu obojętnego, tj. argonu pod ciśnieniem 8 bar. Temperaturę przesycania dobrano na podstawie wyników przeprowadzonych analiz cieplnych DTA. Wartość ta była bezpieczna dla prowadzonego procesu wyżarzania ujednorodniającego - poniżej temperatury rozpuszczania eutektyki γ/γ′ oraz znacznie poniżej temperatury początku topienia stopu.



Rys. 12. Schemat obróbki cieplnej stopu Haynes 282 obejmujący etap przesycania oraz starzenia.



Rys. 13. Przemysłowy piec próżniowy firmy ALD Vacuum Technologies do obróbki cieplnej.

Celem przesycania było:

- rozpuszczenie wydzieleń faz powstałych w trakcie krystalizacji,
- ograniczenie mikrosegregacji pierwiastków stopowych w obszarach dendrytycznych i międzydendrytycznych,
- ujednorodnienie składu chemicznego osnowy γ.

Przesycone pręty z nadstopu Haynes 282 poddano procesowi starzenia w temperaturze 760°C przez 5 godzin. Po starzeniu pręty schłodzono nadmuchem argonu pod ciśnieniem 2 bar. Parametry starzenia dobrano w taki sposób, aby zapewnić kontrolowane wydzielanie drobnych, koherentnych cząstek fazy γ′ ($Ni_3(Al,Ti)$). Zastosowana temperatura starzenia umożliwiła uzyskanie stabilnej morfologii wydzieleń bez ryzyka ich nadmiernej koagulacji lub utraty koherencji z osnową. Przeprowadzona dwustopniowa obróbka cieplna zapewniła uzyskanie jednorodnej mikrostruktury materiału, charakteryzującego się:

- odpowiednim udziałem i równomiernym rozmieszczeniem wydzieleń fazy γ′ po etapie starzenia,
- ograniczonym wpływem segregacji odlewniczej na lokalne właściwości mechaniczne.

Z prętów po obróbce cieplnej wycięto z użyciem elektrodrążarki próbki cylindryczne o średnicy 10 mm i wysokości 12 mm które posłużyły do prób odkształcania plastycznego w warunkach wysokiej temperatury, realizowanych w próbach jednoosiowego ściskania. Próbki charakteryzowały się identycznym stanem mikrostruktury (kluczowe dla interpretacji wyników prób realizowanych z użyciem termosymulatora Gleeble), co zapewnić miało jednoznaczne powiązanie mechanizmów odnowy odkształcanej mikrostruktury (zdrowienia i rekrystalizacji

dynamicznej) z parametrami odkształcania, a nie z różnicami wynikającymi z procesu odlewania.

Próba jednoosiowego ściskania

Końcowy etap badań obejmował próby jednoosiowego ściskania nadstopu Haynes 282 w zakresie temperatury 700–1200°C. Celem badań było określenie wpływu temperatury i prędkości odkształcenia na przebieg odkształcania plastycznego oraz zmiany mikrostruktury materiału, ze szczególnym uwzględnieniem procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej. Próby przeprowadzono z wykorzystaniem termosymulatora Gleeble 3800 (rys. 14), umożliwiającego kontrolę temperatury próbki oraz zadanej prędkości odkształcenia podczas ściskania. Badania prowadzono w atmosferze ochronnej argonu w celu ograniczenia utleniania powierzchni próbek podczas nagrzewania i odkształcania. Próbki nagrzewano oporowo z kontrolowaną szybkością do zadanej temperatury odkształcania, a następnie wygrzewano przez 5 min. Etap ten zastosowano w celu wyrównania temperatury w objętości próbki i ograniczenia gradientu temperatury przed rozpoczęciem procesu ściskania.



Rys. 14. Termosymulator Gleeble 3800 firmy Dynamic Systems Inc., przeznaczony do fizycznego modelowania procesów obróbki cieplno-plastycznej.

Na podstawie wyników badań kalorymetrycznych przyjęto zakres temperatury odkształcania od 700 do 1200°C. Tak szeroki zakres umożliwił określenie zmian mechanizmów odkształcenia i odnowy mikrostruktury wraz ze wzrostem temperatury. W niższej temperaturze przebieg odkształcania determinowany jest przede wszystkim przez wzrost gęstości dyslokacji oraz ich oddziaływanie z wydzieleniami i innymi składnikami mikrostruktury, przy ograniczonym udziale procesów odnowy. Wzrost temperatury zwiększa ruchliwość dyslokacji i granic ziaren oraz intensywność procesów dyfuzyjnych, stwarzając warunki do rozwoju zdrowienia

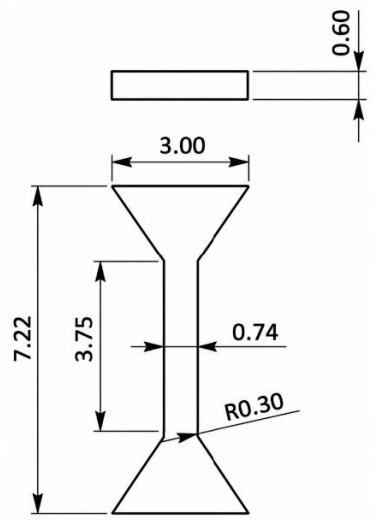
dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej. Próby ściskania przeprowadzono przy dwóch prędkościach odkształcenia: 0,001 s^{-1} i 0,008 s^{-1}. Pozwoliło to określić wpływ prędkości odkształcenia na wartość naprężenia uplastyczniającego, przebieg krzywych płynięcia oraz zmiany mikrostruktury nadstopu. Mniejsza prędkość odkształcenia zapewnia dłuższy czas na przebieg cieplnie aktywowanych procesów reorganizacji i anihilacji dyslokacji oraz migracji granic ziaren. Zwiększenie prędkości odkształcenia powoduje natomiast szybszą akumulację odkształcenia i energii zmagazynowanej w mikrostrukturze stopu, zmieniając wzajemny udział umocnienia odkształceniowego, zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej w kształtowaniu mikrostruktury materiału.

Podczas prób ściskania rejestrowano zależność naprężenia od odkształcenia, na podstawie której wyznaczono krzywe płynięcia nadstopu Haynes 282. Analizie poddano wartości naprężenia uplastyczniającego i naprężenia maksymalnego oraz zmiany naprężenia wraz ze wzrostem odkształcenia. Szczególną uwagę zwrócono na przebieg krzywych po osiągnięciu naprężenia maksymalnego, mogący wskazywać na zmianę udziału umocnienia odkształceniowego i procesów odnowy mikrostruktury podczas odkształcania plastycznego na gorąco.

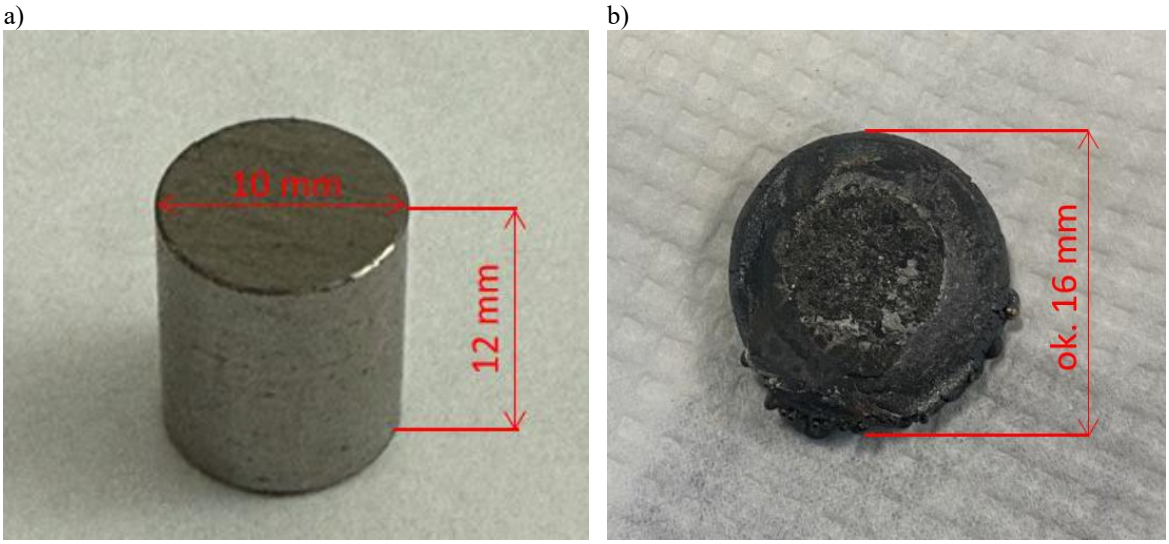
Uzyskane krzywe płynięcia analizowano w powiązaniu ze zmianami mikrostruktury obserwowanymi po odkształceniu. Pozwoliło to określić wpływ temperatury i prędkości odkształcenia na przebieg umocnienia odkształceniowego oraz rozwój procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej. Identyfikację mechanizmów odnowy mikrostruktury przeprowadzono na podstawie analizy przebiegu krzywych płynięcia oraz wyników badań mikrostrukturalnych. Próby ściskania, wraz z wynikami badań materiału po odlaniu i obróbce cieplnej, umożliwiły określenie zmian mikrostruktury nadstopu Haynes 282 zachodzących na kolejnych etapach zastosowanej sekwencji technologicznej. Przyjęta metodyka pozwoliła tym samym na ocenę wpływu obróbki cieplnej oraz warunków odkształcania plastycznego na gorąco na kształtowanie mikrostruktury i właściwości odlanego nadstopu Haynes 282

Jednoosiowa próba rozciągania w temperaturze pokojowej

W celu oceny wpływu parametrów przeróbki cieplno-plastycznej, w szczególności temperatury oraz prędkości odkształcania, na właściwości mechaniczne nadstopu niklu Haynes 282, przeprowadzono próby jednoosiowego rozciągania mikropróbek stopu Haynes 282 wyciętych z próbek po jednoosiowej próbie ściskania przeprowadzonej na systemie Gleeble 3800 (rys. 15).



Rys. 15. Wymiary próbki wyciętej z próbki po procesie ściskania na termosymulatorze Gleeble, przeznaczonej do wyznaczenia właściwości mechanicznych w warunkach jednoosiowej próby rozciągania (wymiary w mm).



Rys. 16. Próbka nadstopu Haynes 282: a) przed próbą ściskania, b) po próbie jednoosiowego ściskania.

Materiał wycięto z centralnej części próbki, odpowiadającej obszarowi jednorodnego odkształcenia plastycznego. W pierwszym etapie z próbek po ściskaniu wycinano blaszki o grubości około 2 mm metodą elektrodrążenia drutowego (EDM), co pozwalało na precyzyjne zachowanie geometrii oraz ograniczenie wprowadzania dodatkowych naprężeń i odkształceń. Z każdej blaszki wycięto po trzy próbki, co umożliwiało ocenę powtarzalności wyników oraz uzyskanie reprezentatywnych wartości właściwości mechanicznych. Geometria próbek była dostosowana do ograniczonych wymiarów materiału po próbie ściskania (rys. 16) i odpowiadała próbom rozciągania w skali miniaturowej stosowanym do oceny właściwości mechanicznych materiałów po intensywnym odkształceniu plastycznym.

Próby rozciągania realizowano w warunkach statycznych, w temperaturze pokojowej, przy stałej prędkości odkształcenia wynoszącej 10^{-3} s^{-1}. Badania przeprowadzono z wykorzystaniem urządzenia wytworzonego przez Pana dr. hab. inż. Grzegorza Boczkala z Akademii Górniczo-Hutniczej dostosowanej do wykonywania prób rozciągania próbek o wymiarach poniżej 1 cm. Tak przygotowane próbki poddano jednoosiowej próbie rozciągania, co umożliwiło wyznaczenie właściwości mechanicznych, tj. granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie oraz plastyczności. Zastosowanie miniaturowych próbek w jednoosiowej próbie rozciągania umożliwiło bezpośrednie powiązanie uzyskanych właściwości mechanicznych z mikrostrukturą materiału w danym obszarze próbki, w szczególności z udziałem procesów odnowy odkształcanej mikrostruktury, wielkością ziaren oraz rozkładem wydzieleń fazy γ′. Dzięki temu możliwe było uzupełnienie analizy wyników prób ściskania o właściwości mechaniczne materiału wynikające z ukształtowanej w czasie odkształcania z użyciem różnych parametrów ściskania mikrostruktury stopu, co ma istotne znaczenie dla oceny skuteczności procesów odkształcenia plastycznego i odnowy mikrostruktury w nadstopie Haynes 282.

Pomiary mikrotwardości

W celu uzupełnienia właściwości mechanicznych nadstopu Haynes 282 przeprowadzono pomiary twardości próbek po kolejnych etapach procesów technologicznych, obejmujących odlewanie, obróbkę cieplną oraz odkształcanie plastyczne z użyciem dwóch prędkości odkształcania oraz różnej temperatury odkształcania. Pomiar mikrotwardości wykonano za pomocą twardościomierza Vickersa FM-700 firmy Future-Tech, wyposażonego w optyczny układ pomiarowy oraz ekran dotykowy. Badania prowadzono zgodnie z normą PN-EN ISO 6507, przy obciążeniu wynoszącym 10 kg z czasem obciążenia 10 s. Pomiary wykonywano na zgładach metalograficznych przygotowanych zgodnie ze standardową procedurą szlifowania i polerowania. Dla każdej próbki wykonano 5 pomiarów mikrotwardości w różnych obszarach, a uzyskane wartości uśredniono. Odciski wykonywano w sposób równomierny, z zachowaniem odpowiednich odległości pomiędzy nimi oraz od krawędzi próbki, co pozwoliło ograniczyć wzajemny wpływ odkształceń plastycznych.

Badania mikroskopowe

Mikroskopia świetlna (LM)

Wstępna ocena mikrostruktury próbek wykonana została z wykorzystaniem mikroskopii optycznej (LM). Próbki przygotowano z użyciem standardowej procedury przygotowania preparatów metalograficznych, obejmującą szlifowanie na papierach ściernych o rosnącej

gradacji (do 1200), a następnie polerowanie mechaniczne na filcach z wykorzystaniem zawiesin diamentowych. Kolejnym etapem było trawienie chemiczne przeprowadzone z wykorzystaniem odczynnika AG21, którego skład obejmował 60 ml etanolu, 35 ml wody destylowanej, 20 ml gliceryny, 10 ml kwasu mlekowego, 5 ml kwasu fosforowego (H_3PO_4) oraz 2 g kwasu cytrynowego. Zastosowany odczynnik umożliwił ujawnienie granic ziaren oraz niejednorodności mikrostrukturalnych związanych z występowaniem faz wtórnych. Trawienie prowadzono przez kilkanaście sekund, po czym powierzchnie trawiono płukano alkoholem przez kilka sekund. Obserwacje przeprowadzono z wykorzystaniem mikroskopu metalograficznego Nikon Eclipse MA200, pracującego w świetle odbitym. Analizy prowadzono przy powiększeniach od 50x do 200x.

W ramach analizy makro i mikroskopowej oceniano jednorodność struktury, obecność makroskopowych defektów, morfologię ziarna i efekty procesów technologicznych Dzięki mikroskopii świetlnej możliwe było także wstępne określenie stopnia rekrystalizacji oraz ocenę wpływu parametrów procesu na mikrostrukturę stopu Haynes 282. Badania mikroskopowe LM stanowiły również podstawę planowania dalszych badań z użyciem mikroskopii SEM i TEM.

Skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM)

Badania mikrostruktury próbek stopu Haynes 282 przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM). Obserwacje wykonano z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego Hitachi SU3500, wyposażonego w detektory elektronów wtórnych (SE) oraz elektronów wstecznie rozproszonych (BSE). W badaniach SEM zastosowano próbki po próbach jednoosiowego ściskania. Obserwacje prowadzono przy napięciu przyspieszającym wiązki elektronów w zakresie 10–20 kV. Analizę mikrostruktury prowadzono w trybie SE, w celu oceny topografii powierzchni oraz lokalnych efektów odkształcenia, BSE w celu identyfikacji faz wtórnych, w szczególności wydzieleń fazy γ' oraz węglików. Badania SEM umożliwiły ocenę obrazu mikrostruktury stopu po odkształceniu, obecności i rozmieszczenia wydzieleń wtórnych, lokalnych efektów niejednorodnego odkształcenia (np. pasm ścinania), stopnia jednorodności mikrostruktury w funkcji temperatury i prędkości odkształcania.

Transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM)

Szczegółowe badania mikrostruktury w skali mikrometrycznej przeprowadzono z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Analizy wykonano w Instytucie Metali Nieżelaznych, z użyciem mikroskopu TEM FEI/Thermo Fisher Scientific, pracującego przy napięciu przyspieszającym rzędu 200 kV, co zapewniło wysoką rozdzielczość przestrzenną oraz możliwość analizy defektów krystalicznych. Do badań TEM przygotowano

cienkie folie z próbek cylindrycznych po próbach jednoosiowego ściskania. Materiał do analizy pobierano z centralnej części próbek, w obszarze odpowiadającym jednorodnemu stanowi odkształcenia, aby wyeliminować wpływ tarcia na powierzchniach kontaktu z kowadłami ściskającymi. Wstępnie z próbek wycinano cienkie płytki mechanicznie, które następnie poddawano przygotowaniu metodą Focused Ion Beam (FIB). Zastosowanie techniki FIB umożliwiło precyzyjne wycięcie lameli TEM z wybranych obszarów mikrostruktury, w tym z rejonów zawierających wydzielenia fazy γ′, obszary o podwyższonej gęstości dyslokacji, granice ziaren i podziaren po rekrystalizacji dynamicznej. Proces przygotowania lameli obejmował lokalizację obszaru zainteresowania w trybie SEM, osadzanie warstwy ochronnej w celu zabezpieczenia powierzchni przed uszkodzeniem jonowym, wycinanie cienkiej lameli jonami Ga^+, stopniowe ścienianie próbki do grubości umożliwiającej transmisję elektronów (rzędu kilkudziesięciu nanometrów). Badania TEM prowadzono w trybie obrazu jasnego pola (BF), ciemnego pola (DF) oraz dyfrakcji elektronowej (SAED), co umożliwiło identyfikację wydzieleń fazy γ′, węglików i ocenę ich wielkości oraz morfologii, analizę struktury dyslokacyjnej po odkształceniu, ocenę charakteru granic ziaren i podziaren, identyfikację mechanizmów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej na poziomie defektów krystalicznych. Połączenie obserwacji SEM i TEM pozwoliło na analizę mikrostruktury stopu Haynes 282, umożliwiając korelację zmian obserwowanych w skali mikro- i nanometrycznej z przebiegiem krzywych płynięcia oraz warunkami odkształcania plastycznego.

Przyjęta metodyka badawcza umożliwiła kompleksową i wieloetapową analizę wpływu kolejnych procesów technologicznych na mikrostrukturę oraz właściwości nadstopu niklu Haynes 282. Zastosowana metodologia obejmuje pełny ciąg kształtowania właściwości stopu, począwszy od etapu krystalizacji w procesie odlewania precyzyjnego, poprzez obróbkę cieplną, aż po wysokotemperaturowe odkształcenie plastyczne, co pozwoliło na ocenę wpływu parametrów poszczególnych technologii na mikrostrukturę materiału, a więc i właściwości. Realizacja prób odlewania precyzyjnego w warunkach próżniowych, z doborem optymalnej temperatury ciekłego stopu, formy oraz warunków chłodzenia, umożliwiła ocenę wpływu warunków krystalizacji na porowatość, skład fazowy oraz mikrostrukturę stopu w stanie lanym. Następnie, zastosowanie dwustopniowej obróbki cieplnej pozwoliło na homogenizację składu chemicznego, kontrolowane wydzielenie fazy γ′ oraz przygotowanie materiału do dalszych badań mechanicznych w sposób porównywalny z warunkami przemysłowymi. Wysokotemperaturowe próby jednoosiowego ściskania, przeprowadzone w szerokim zakresie temperatury i prędkości odkształcenia, umożliwiły identyfikację mechanizmów odpowiedzialnych za płynięcie plastyczne stopu Haynes 282, w tym zdrowienia i rekrystalizacji

dynamicznej. Połączenie wyników uzyskanych w próbie ściskania z analizą mikrostrukturalną pozwoliło na jednoznaczne powiązanie przebiegu krzywych płynięcia z ewolucją mikrostruktury stopu, rozkładem defektów krystalicznych oraz zachowaniem wydzieleń fazy γ′ w trakcie odkształcania. Zastosowanie komplementarnych technik badawczych, tj. mikroskopii świetlnej, skaningowej i transmisyjnej, dyfrakcji rentgenowskiej oraz analizy cieplnej, umożliwiło ocenę ilościową zmian mikrostruktury, obejmującą zarówno skalę makro- i mikrostrukturalną, jak i analizę defektów w skali nanometrycznej. Zastosowana metodyka badań umożliwiła nie tylko ocenę wpływu poszczególnych etapów kształtowania mikrostruktury, lecz także analizę ich wzajemnego współoddziaływania. Przeprowadzone badania pozostają w bezpośrednim związku z celem niniejszej pracy, jakim była ocena możliwości łączenia procesów odlewania precyzyjnego, obróbki cieplnej oraz odkształcenia plastycznego w celu świadomego kształtowania mikrostruktury i właściwości nadstopu Haynes 282. Uzyskane wyniki stanowią podstawę do dalszej optymalizacji technologii kształtowania stopu oraz do potencjalnego rozszerzenia zakresu zastosowań tego stopu w elementach pracujących w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury.

6. WYNIKI BADAŃ

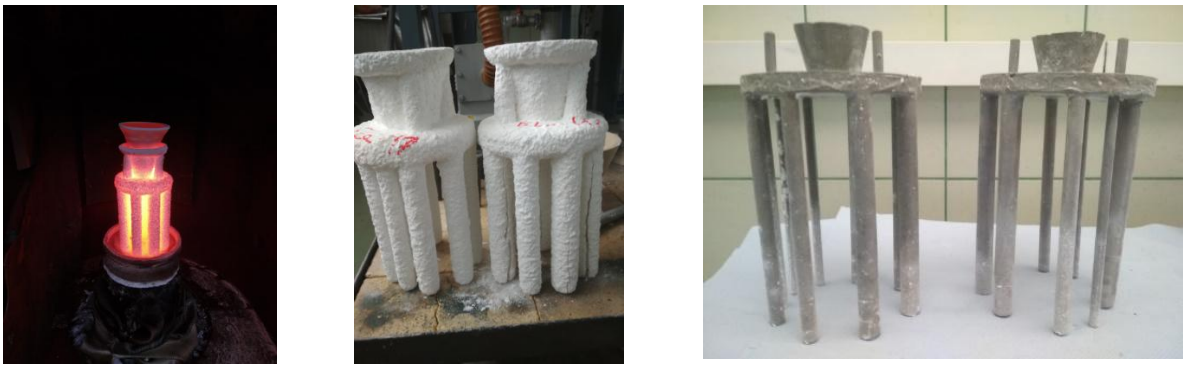
Badania rozpoczęto od opracowania warunków wytwarzania odlewów z nadstopu Haynes 282 metodą odlewania precyzyjnego. Przeprowadzono serię prób technologicznych, w których oceniano stopień wypełnienia form ceramicznych, odwzorowanie założonej geometrii oraz występowanie wad odlewniczych. Na podstawie uzyskanych wyników dobrano parametry procesu, ze szczególnym uwzględnieniem temperatury ciekłego metalu i temperatury formy ceramicznej. Pozwoliło to na wytworzenie odlewów przeznaczonych do dalszych badań mikrostruktury, obróbki cieplnej oraz odkształcania plastycznego na gorąco. Na rys. 17-19 przedstawiono przykładowe odlewy otrzymane po doborze parametrów procesu. Charakteryzowały się one prawidłowym odwzorowaniem geometrii oraz brakiem makroskopowych wad powierzchniowych i niedolewów. Ocena makroskopowa nie pozwala jednak na pełną charakterystykę jakości metalurgicznej odlewów, dlatego w kolejnym etapie przeprowadzono ilościową analizę porowatości. Jej wyniki wykorzystano do oceny jednorodności materiału oraz jego przydatności do dalszych badań mikrostrukturalnych i właściwości mechanicznych.

a) b) c)

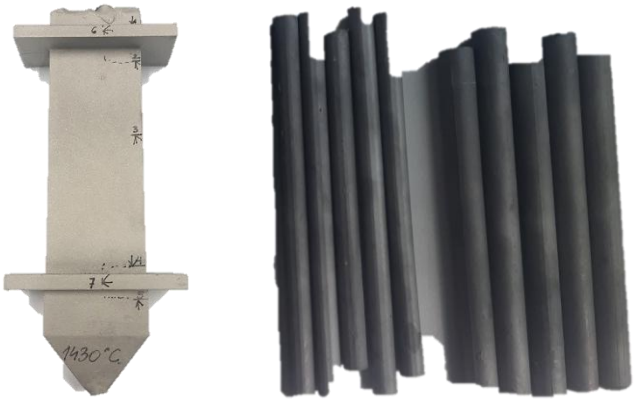


Rys. 17. Wytwarzanie modelowych łopatek z nadstopu Haynes 282 metodą odlewania precyzyjnego: a) forma ceramiczna po zalaniu ciekłym metalem, b) zespół odlewów po usunięciu formy ceramicznej, c) odlewy łopatek po oczyszczeniu.

a) b) c)

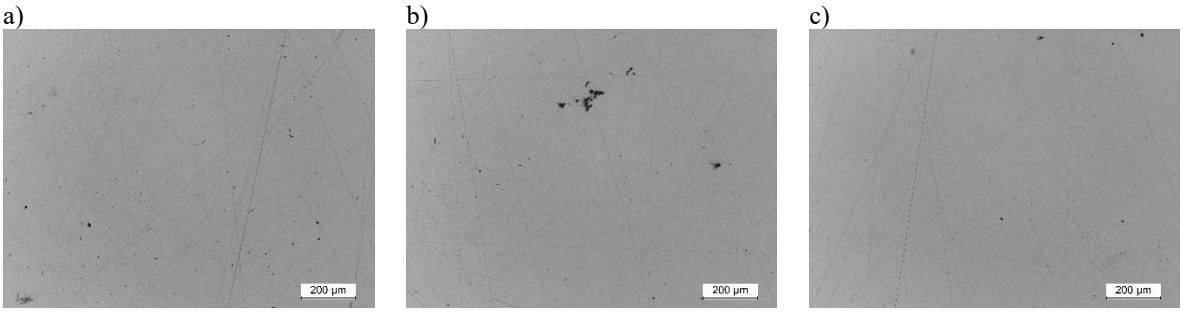


Rys. 18. Wytwarzanie prętów z nadstopu Haynes 282 metodą odlewania precyzyjnego: a) forma ceramiczna po zalaniu ciekłym metalem, b) zespół odlewów po usunięciu formy ceramicznej, c) odlewy prętów po oddzieleniu od układu wlewowego.

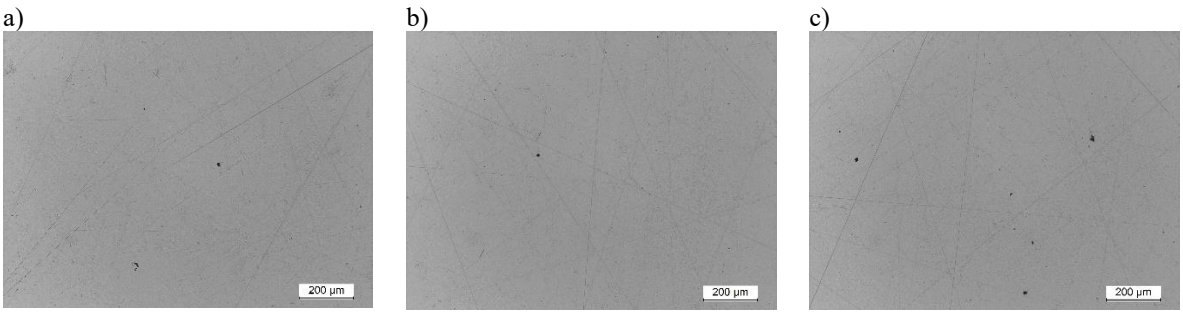


Rys. 19. Odlewy wytworzone w procesie odlewania precyzyjnego: a) łopatka, b) pręty.

Ilościowa ocena porowatości stanowiła istotny element charakterystyki jakości wytworzonych odlewów. Obecność porów powoduje lokalną koncentrację naprężeń i może prowadzić do inicjacji pęknięć, wpływając tym samym na właściwości mechaniczne materiału. Wyniki analizy porowatości wykorzystano do wyboru odlewów przeznaczonych do dalszych etapów badań. Przeprowadzona analiza wykazała, że materiał chłodzony z piecem w próżni charakteryzował się mniejszą porowatością w porównaniu do próbek chłodzonych w temperaturze otoczenia. W przypadku odlewów chłodzonych w próżni, porowatość dla prętów o średnicach 10, 12 i 16 mm wynosiła odpowiednio 0,036%, 0,16% oraz 0,088% (rys. 20). Dla próbek chłodzonych w temperaturze otoczenia wartości te wynosiły odpowiednio 0,078%, 0,062% i 0,1% (rys. 21). Wyniki wskazują na niewielkie zróżnicowanie porowatości w zależności od warunków chłodzenia. Nie stwierdzono również jednoznacznej zależności pomiędzy średnicą prętów a poziomem porowatości. Na podstawie uzyskanych wyników do dalszych badań wybrano materiał chłodzony z piecem w warunkach próżni.



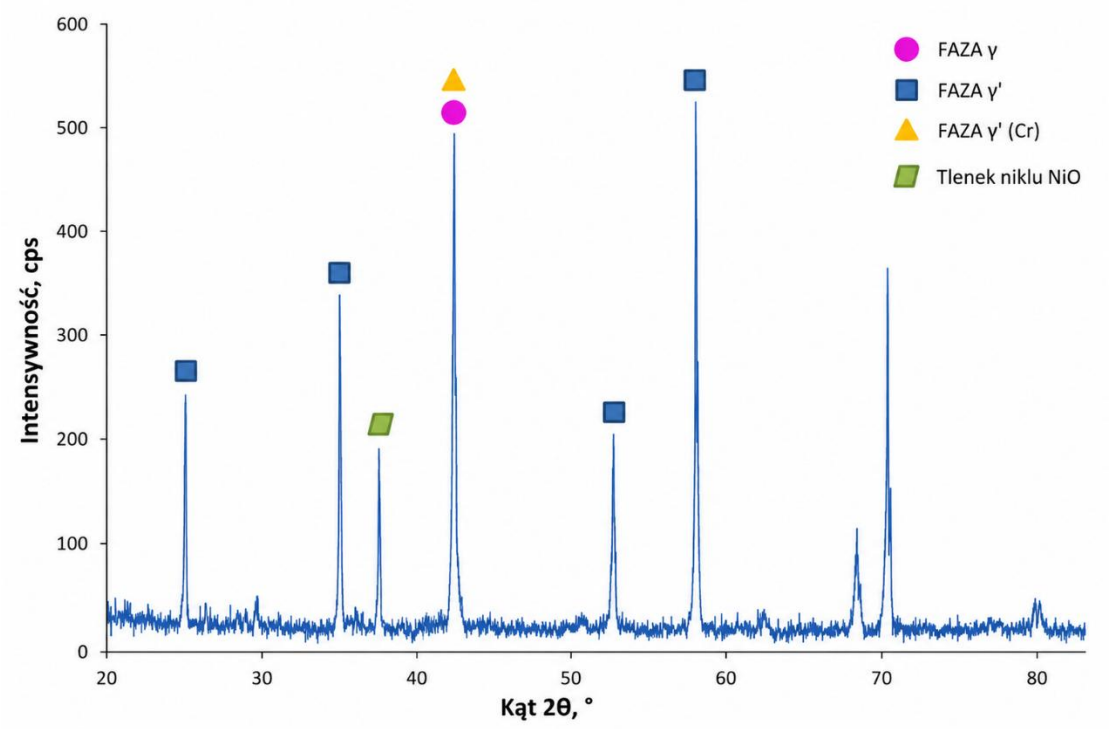
Rys. 20. Mikrostruktura odlanych prętów ze stopu Haynes 282 chłodzonych z temperatury 1550°C w próżni, z piecem: a) średnica 10 mm, b) średnica 12 mm, c) średnica 16 mm.



Rys. 21. Mikrostruktura odlanych prętów ze stopu Haynes 282 chłodzonych z temperatury 1550°C na powietrzu: a) średnica 10 mm, b) średnica 12 mm, c) średnica 16 mm.

Analizę składu fazowego nadstopu Haynes 282 w stanie po odlaniu przeprowadzono metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) (rys. 22). Na zarejestrowanym dyfraktogramie dominują refleksy pochodzące od fazy γ, stanowiącej osnowę badanego nadstopu. Analiza położeń refleksów wskazuje również na obecność fazy γ′ – $Ni_3(Al,Ti)$, będącej podstawową fazą

odpowiedzialną za umocnienie wydzieleniowe Haynes 282. Ze względu na niewielką różnicę parametrów sieciowych faz γ i γ′ część odpowiadających im refleksów występuje w zbliżonych położeniach kątowych, co ogranicza możliwość ich jednoznacznego rozdzielenia na podstawie uzyskanego dyfraktogramu. Na dyfraktogramie zarejestrowano również refleksy przypisane podczas identyfikacji fazowej związkom zawierającym chrom oraz tlenkowi niklu NiO. W przypadku NiO jego występowanie może być związane z utlenieniem powierzchni odlewu podczas kontaktu z atmosferą. Zidentyfikowany skład fazowy odpowiada charakterystyce nadstopu Haynes 282 w stanie po odlaniu i, w połączeniu z wynikami obserwacji mikrostruktury, stanowi podstawę do określenia stanu wyjściowego materiału przed dalszymi etapami badań. Uzyskane wyniki nie wykazały występowania nieprawidłowości, które mogłyby w istotny sposób ograniczać wykorzystanie wybranych odlewów w kolejnych etapach badań.

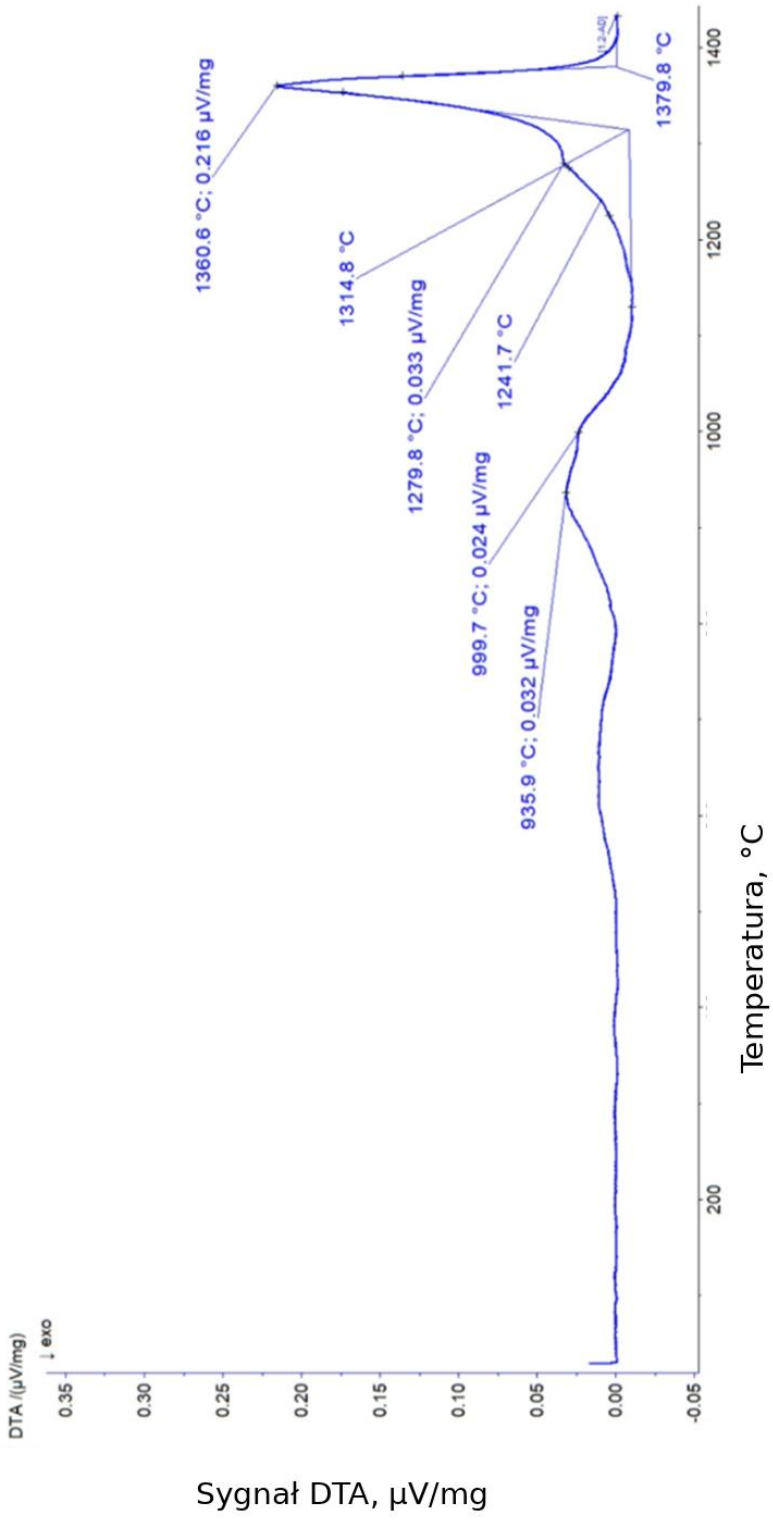


Rys. 22. Dyfraktogram rentgenowski (XRD) stopu Haynes 282 w stanie po odlaniu.

W celu określenia charakterystycznej temperatury przemian fazowych zachodzących w nadstopie Haynes 282 oraz wyznaczenia zakresu temperatury istotnego z punktu widzenia obróbki cieplnej i odkształcania plastycznego przeprowadzono analizę cieplną metodą różnicowej analizy DTA wykonanych odlewów. Badania umożliwiły identyfikację efektów cieplnych związanych ze zmianami zachodzącymi w mikrostrukturze materiału podczas nagrzewania, w szczególności procesów rozpuszczania wydzieleń wtórnych oraz początku

topnienia stopu. Na uzyskanej krzywej DTA zarejestrowano kilka charakterystycznych efektów cieplnych występujących w temperaturze 935,9; 999,7; 1241,7; 1279,8; 1314,8 i 1360,6 oraz 1379,8°C. Efekty obserwowane w zakresie temperatury ok. 935–1000°C są związane z początkiem przemian zachodzących w wydzieleniach obecnych w mikrostrukturze materiału po odlaniu, w tym częściowym rozpuszczaniem fazy γ′ oraz zmianami stabilności wydzieleń węglikowych występujących na granicach ziaren i w obszarach międzydendrytycznych. Efekty cieplne rejestrowane w zakresie 1240–1315°C wskazują na intensyfikację procesów rozpuszczania składników wtórnych mikrostruktury oraz stopniowe zbliżanie się materiału do zakresu temperatury solvus. W tym obszarze zachodzą procesy związane z dalszym rozpuszczaniem wydzieleń wtórnych oraz lokalnym zanikiem efektów segregacji składników fazowych powstałych podczas krystalizacji. Najbardziej intensywny efekt endotermiczny zaobserwowano w temperaturze 1360,6°C, co należy wiązać z początkiem procesów nadtapiania składników mikrostruktury oraz osiąganiem temperatury likwidus stopu, co pozostaje zgodne z danymi literaturowymi dotyczącymi temperatury topnienia nadstopu Haynes 282. Uzyskane wyniki miały kluczowe znaczenie z punktu widzenia dalszych etapów badań, ponieważ umożliwiły wyznaczenie bezpiecznych zakresów temperatury zarówno dla obróbki cieplnej, jak i wysokotemperaturowej próby ściskania jednoosiowego. Na ich podstawie wyeliminowano zakres temperatur zbliżonych do początku nadtapiania składników mikrostrukturalnych, co mogłoby prowadzić do lokalnej degradacji materiału podczas prób realizowanych na symulatorze Gleeble. Jednocześnie identyfikacja temperatury wskazującej na zmiany stabilności faz wtórnych stanowiła podstawę do doboru parametrów przesycania oraz analizy mechanizmów zachodzących podczas dalszego odkształcania materiału.

Dodatkowo należy wskazać, że wysoka temperatura topnienia potwierdza możliwość zastosowania Haynes 282 w ekstremalnych warunkach eksploatacyjnych, takich jak komponenty turbin, czy silników lotniczych. Temperatura początku topnienia na poziomie 1380°C wskazuje na wysoką stabilność cieplną materiału, co jest kluczowe w kontekście długotrwałego obciążenia cieplnego w aplikacjach lotniczych.

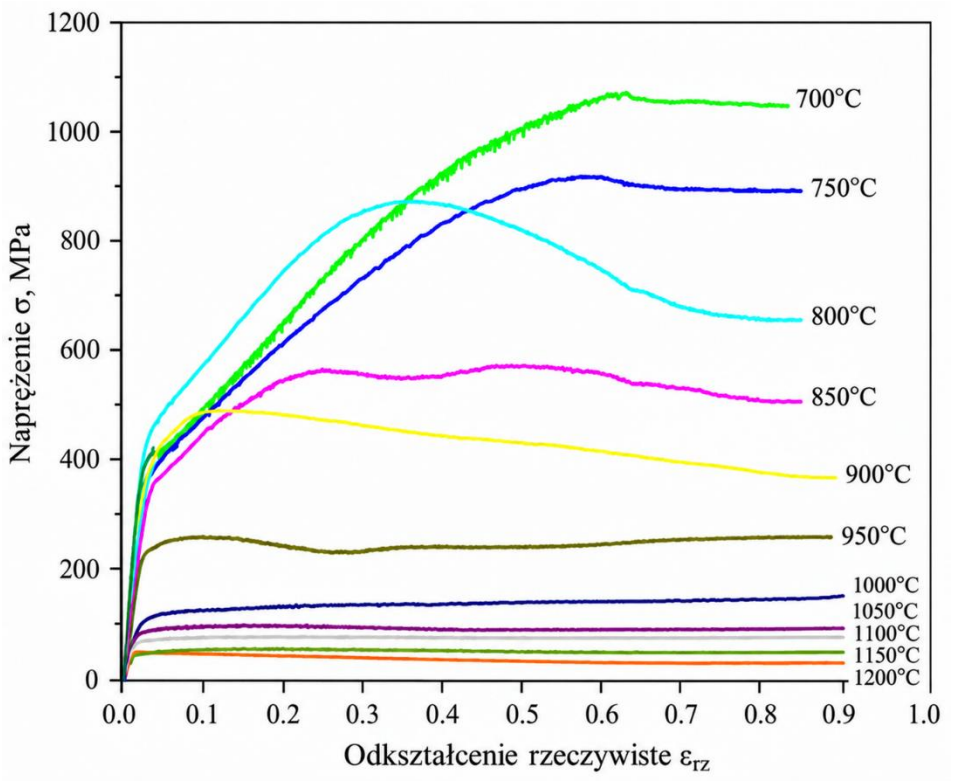


Rys. 23. Krzywa DTA (ang. Differential Thermal Analysis) stopu Haynes 282, przedstawiająca efekty cieplne w funkcji temperatury.

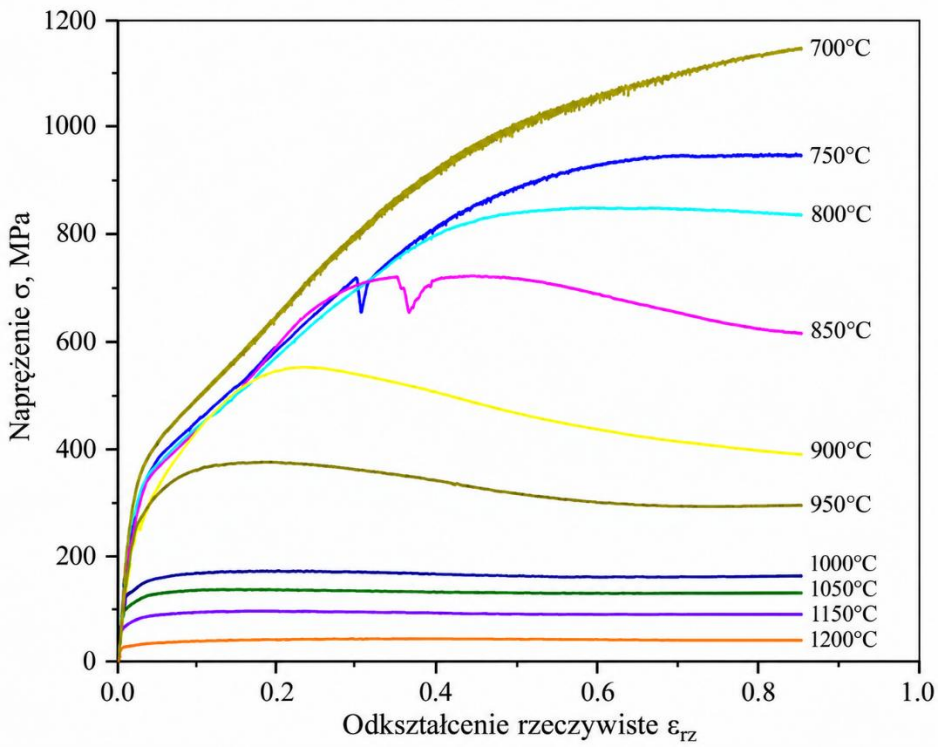
Na podstawie wyników analizy cieplnej DTA, umożliwiającej identyfikację charakterystycznych temperatur przemian fazowych oraz określenie zakresu stabilności mikrostrukturalnej stopu Haynes 282, wyznaczono parametry procesu przesycania. Próbki następnie poddano procesowi przesycania, którego celem było ujednorodnienie składu chemicznego osnowy, ograniczenie skutków segregacji dendrytycznej oraz częściowe rozpuszczenie wydzieleń wtórnych powstałych podczas krystalizacji. Przygotowane w ten sposób próbki poddano jednoosiowej próbie ściskania z wykorzystaniem termosymulatora procesów cieplno-mechanicznych Gleeble 3800. Wyniki badań przedstawiono w postaci krzywych płynięcia obrazujących zależność naprężenia od odkształcenia rzeczywistego. Próby realizowano w temperaturach od 700°C do 1200°C, z dwoma prędkościami odkształcenia wynoszącymi 0,001 s^{-1} oraz 0,008 s^{-1} co umożliwiło analizę zachowania stopu zarówno w zakresie dominacji mechanizmów umocnienia odkształceniowego i zdrowienia dynamicznego, jak również w warunkach sprzyjających inicjacji procesów rekrystalizacji dynamicznej. Na podstawie analizy wyznaczonych charakterystyk odkształcania dokonano oceny wpływu kinetyki procesu odkształcenia na procesy odnowy odkształcanej mikrostruktury w warunkach wydzielania składników fazowych. Z przebiegu krzywych płynięcia wynika, że wraz ze wzrostem temperatury odkształcania, niezależnie od zastosowanej prędkości odkształcania, obserwowany jest wyraźny spadek wartości naprężenia maksymalnego (rys. 24 i 25, tabela 5). Dla prędkości odkształcania 0,001 s^{-1} najwyższą wartość naprężenia maksymalnego odnotowano w temperaturze 700°C, gdzie wynosiła ona ok. 1050 MPa. Wraz ze wzrostem temperatury wartość ta systematycznie malała, osiągając ok. 45 MPa w temperaturze 1200°C. Analogiczną zależność zaobserwowano dla materiału odkształcanego z wyższą prędkością odkształcania (0,008 s^{-1}), dla której najwyższą wartość naprężenia maksymalnego również uzyskano w temperaturze 700°C i wynosiła ona ok. 1100 MPa. W analizowanym zakresie temperatury materiał nie wykazywał wyraźnego przejścia w stan ustalonego płynięcia plastycznego, co wskazuje na dominację mechanizmów umocnienia odkształceniowego. Najniższą wartość naprężenia maksymalnego odnotowano natomiast w temperaturze 1200°C, gdzie wynosiła ona ok. 55 MPa (rys. 24).

Dla prędkości odkształcania 0,008 s^{-1} (rys. 25) zależność ta miała bardziej dynamiczny charakter. W temperaturze 700°C wartość naprężenia maksymalnego przekraczała 1100 MPa, natomiast w temperaturze 800°C obniżyła się do ok. 850 MPa. Dalszy wzrost temperatury do 900°C powodował spadek naprężenia do poziomu ok. 550 MPa, podczas gdy dla temperatury przekraczającej 1000°C wartości naprężenia utrzymywały się już poniżej 200 MPa, wskazując na wyraźne obniżenie oporu plastycznego materiału.

Analiza przebiegu samych krzywych płynięcia (rys. 24, 25) wykazała również istotne różnice w charakterze odkształcenia w zależności od temperatury. W zakresie niższej temperatury (700–850°C) obserwowano wyraźne maksimum naprężenia, po którym następował stopniowy spadek jego wartości wraz ze wzrostem odkształcenia rzeczywistego. Taki przebieg wskazuje na dominację umocnienia odkształceniowego w początkowej fazie procesu, po którym aktywowane były mechanizmy odpowiedzialne za częściową relaksację zmagazynowanej energii odkształcenia. W temperaturze powyżej 900°C obserwowano ograniczenie wyraźnego maksimum naprężenia oraz przejście krzywych płynięcia w zakres ustalonego odkształcenia, przy jednoczesnym znaczącym obniżeniu poziomu naprężeń, co wskazuje na wzrost udziału procesów zdrowienia dynamicznego oraz inicjację rekrystalizacji dynamicznej. Dodatkowo, w zakresie temperatury około 800–850°C zaobserwowano lokalne niestabilności przebiegu krzywych, objawiające się chwilowymi spadkami naprężenia, co może być związane z lokalnym niejednorodnym odkształceniem materiału lub początkiem aktywacji procesów odnowy mikrostruktury. Porównanie wyników uzyskanych dla obu analizowanych prędkości odkształcania wskazuje jednoznacznie, że wzrost prędkości odkształcenia prowadzi do zwiększenia zarówno wartości naprężenia maksymalnego, jak i naprężenia uplastyczniającego w całym analizowanym zakresie temperatury. Efekt ten był szczególnie wyraźny w niższej temperaturze, gdzie ograniczona intensywność procesów dyfuzyjnych sprzyjała akumulacji dyslokacji i wzrostowi oporu plastycznego materiału. Wraz ze wzrostem temperatury różnice pomiędzy analizowanymi wariantami prędkości odkształcania stopniowo malały, co wskazuje na coraz większy udział procesów odpowiedzialnych za relaksację energii odkształcenia.



Rys. 24. Krzywe płynięcia nadstopu Haynes 282 wyznaczone w próbie ściskania w zakresie temperatury 700–1200°C przy prędkości odkształcania 0,001 s^{-1}.



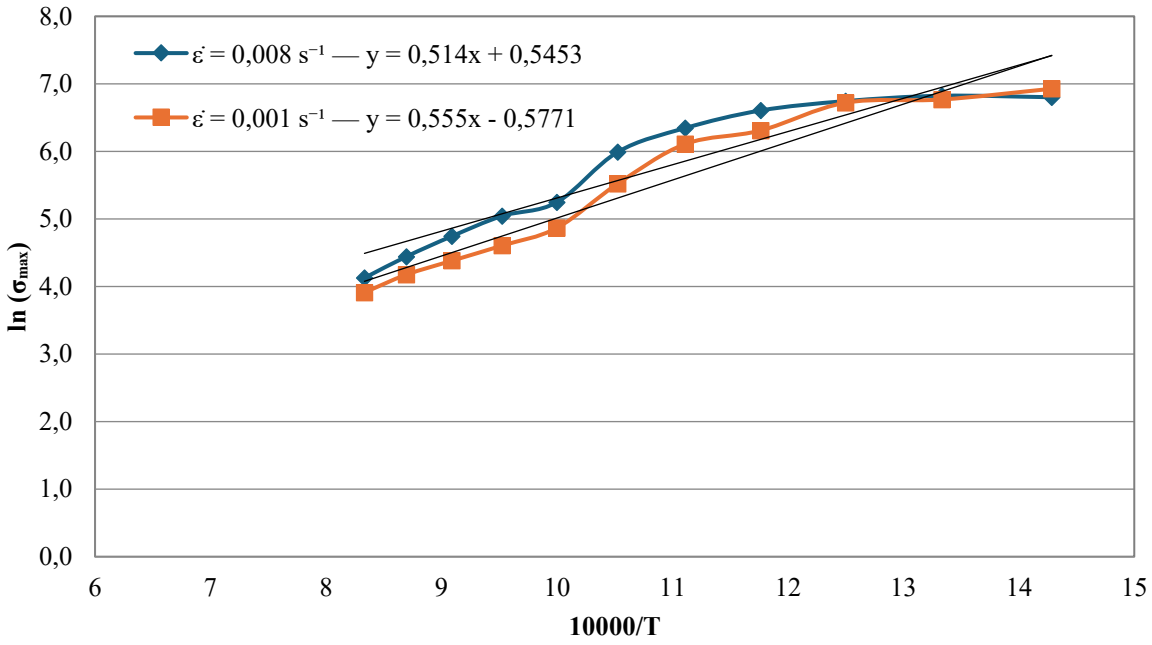
Rys. 25. Krzywe płynięcia nadstopu Haynes 282 wyznaczone w próbie ściskania w zakresie temperatury 700–1200°C przy prędkości odkształcania 0,008 s^{-1}.

Tabela 5. Zależność naprężenia maksymalnego (σ_{max}) oraz naprężenia uplastyczniającego ($\sigma_{0,2}$) nadstopu Haynes 282 od temperatury i prędkości odkształcenia.

Temperatura odkształcania, °C	**Prędkość odkształcenia, s^{-1}**			
	0,001		**0,008**	
	σ_{max}, MPa	**$\sigma_{0,2}$, MPa**	**σ_{max}, MPa**	**$\sigma_{0,2}$, MPa**
700	930	910	1100	1050
750	900	800	950	930
800	830	710	850	840
850	570	560	730	700
900	450	430	570	540
950	250	230	400	340
1000	130	120	190	175
1050	95	90	145	135
1100	80	70	115	105
1150	65	55	85	75
1200	50	40	62	60

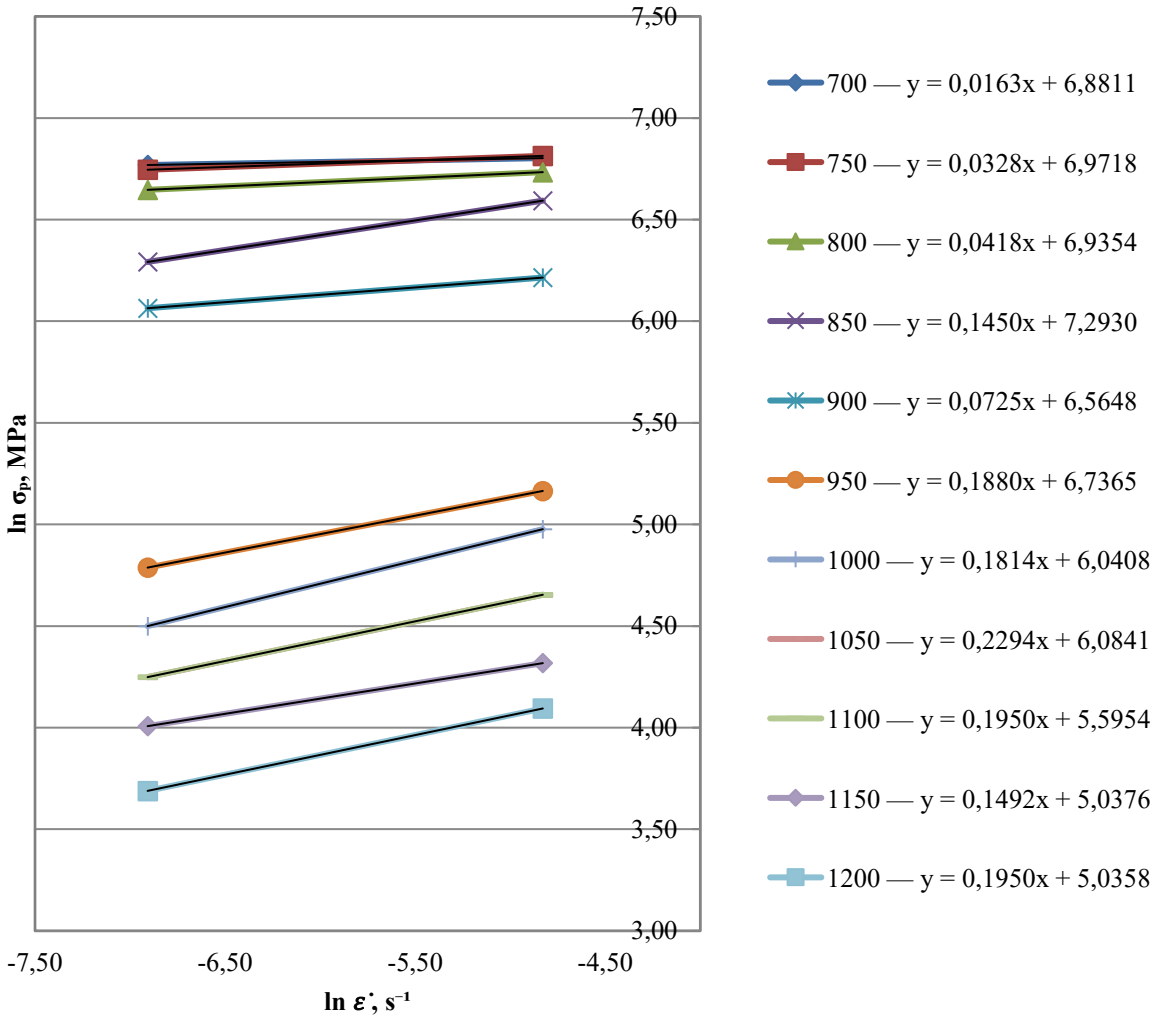
Przeprowadzone jednoosiowe próby ściskania umożliwiły wyznaczenie krzywych płynięcia materiału, na podstawie których określono wartości naprężenia uplastyczniającego oraz naprężenia maksymalnego dla odpowiedniej temperatury i prędkości odkształcania. Uzyskane wartości (tabela 5) wykorzystano jako dane wejściowe do dalszej analizy kinetyki odkształcenia wysokotemperaturowego, w tym do wyznaczenia energii aktywacji procesu odkształcenia plastycznego. Energia aktywacji Q stanowi jeden z podstawowych parametrów opisujących podatność materiału na odkształcenie w warunkach wysokiej temperatury, określając energię niezbędną do aktywacji mechanizmów odpowiedzialnych za plastyczne płynięcie materiału. W przypadku nadstopów niklu parametr ten związany jest przede wszystkim z ruchem dyslokacji, procesami dyfuzyjnymi, zdrowieniem dynamicznym oraz rekrystalizacją dynamiczną, a jego wartość pozostaje silnie zależna od stanu mikrostruktury materiału, obecności faz umacniających oraz parametrów obróbki cieplnej. Wysoka energia aktywacji może wskazywać na silne oddziaływanie dyslokacji z wydzieleniami, co prowadzi do zwiększonej odporności na pełzanie i wysokotemperaturowe odkształcenie. W nadstopach niklu, takich jak Haynes 282, energia aktywacji odkształcenia plastycznego osiąga wartości rzędu 430–540 kJ/mol, co jest znacznie wyższą wartością niż w przypadku czystych metali oraz prostych stopów konstrukcyjnych. Tak wysokie wartości są związane ze złożoną

mikrostrukturą stopu, w szczególności z obecnością wydzieleń fazy γ′, które skutecznie ograniczają ruch dyslokacji i zwiększają opór materiału wobec odkształcenia plastycznego [75]. Energia aktywacji jest obliczana na podstawie zależności pomiędzy prędkością odkształcenia, temperaturą a naprężeniem płynięcia, zazwyczaj przy użyciu równań Arrheniusa. W praktyce inżynierskiej znajomość wartości energii aktywacji jest niezbędna do optymalizacji procesów obróbki plastycznej na gorąco, ponieważ pozwala na określenie zakresu temperatury i prędkości odkształcenia, w których materiał wykazuje największą podatność na kształtowanie plastyczne przy jednoczesnym zachowaniu stabilnej mikrostruktury. W badaniach stopu Haynes 282 wykazano, że w zależności od zastosowanych parametrów odkształcenia możliwe jest przejście od mechanizmu zdrowienia dynamicznego do rekrystalizacji dynamicznej, co znacząco wpływa na właściwości mechaniczne stopu. Im wyższa energia aktywacji, tym większa stabilność mikrostruktury, ale jednocześnie trudniejsza obróbka plastyczna, co wymaga precyzyjnej kontroli parametrów procesu kucia lub walcowania na gorąco. Na podstawie uzyskanych wyników opracowano logarytmiczną zależność maksymalnego oraz uplastyczniającego naprężenia od temperatury i prędkości odkształcenia (rys. 26). Analiza tych zależności umożliwiła określenie parametrów materiałowych wykorzystywanych w równaniach konstytutywnych opisujących wysokotemperaturowe odkształcenie stopu oraz stanowiła podstawę do wyznaczenia energii aktywacji procesu odkształcenia plastycznego.



Rys. 26. Wpływ temperatury odkształcania na naprężenie maksymalne nadstopu Haynes 282 przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1} oraz 0,008 s^{-1}.

W celu wyznaczenia energii aktywacji procesu odkształcania plastycznego określono zależności liniowe dla analizowanych warunków odkształcania (rys. 26). Dla każdej temperatury wyznaczono równanie regresji liniowej, na podstawie którego określono wartość współczynnika kierunkowego. Wartości współczynników kierunkowych wykorzystano następnie do obliczenia energii aktywacji procesu odkształcania plastycznego. Uzyskane wartości energii aktywacji w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia zestawiono w tabeli 6 (rys. 27).



Rys. 27. Wpływ prędkości odkształcenia na naprężenie uplastyczniające nadstopu Haynes 282 w zakresie temperatury odkształcania 700 - 1200 °C.

Do wyznaczenia energii aktywacji procesu odkształcenia plastycznego wykorzystano zależność konstytutywną Arrheniusa, opisującą wpływ temperatury, prędkości odkształcania oraz naprężenia płynięcia na przebieg odkształcania materiału w warunkach wysokiej temperatury:

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \sigma^{n} \cdot \exp(-\frac{Q}{RT})$$

gdzie:

$\dot{\varepsilon}$ – prędkość odkształcenia, s^{-1}
A – stała materiałowa,
σ – naprężenie płynięcia, MPa,
n – wykładnik naprężeniowy,
Q – energia aktywacji procesu odkształcania, J/mol
R – uniwersalna stała gazowa, 8.314 J/mol·K

T – temperatura bezwzględna, K

W celu wyznaczenia wartości energii aktywacji równanie poddano przekształceniom logarytmicznym, umożliwiającym określenie zależności pomiędzy prędkością odkształcenia, temperaturą oraz naprężeniem płynięcia. Na podstawie współczynników kierunkowych wyznaczonych z zależności liniowych obliczono wartości energii aktywacji dla analizowanych warunków odkształcania.

$$\ln(\dot{\varepsilon}) = \ln(A \cdot \sigma^n \cdot e^{-Q/RT}$$

$$\ln(\dot{\varepsilon}) = \ln(A) + nln(\sigma) - \frac{Q}{RT}$$

przy stałym naprężeniu:

$$\ln(\dot{\varepsilon}) = const - \frac{Q}{RT}$$

pochodna względem 1/T:

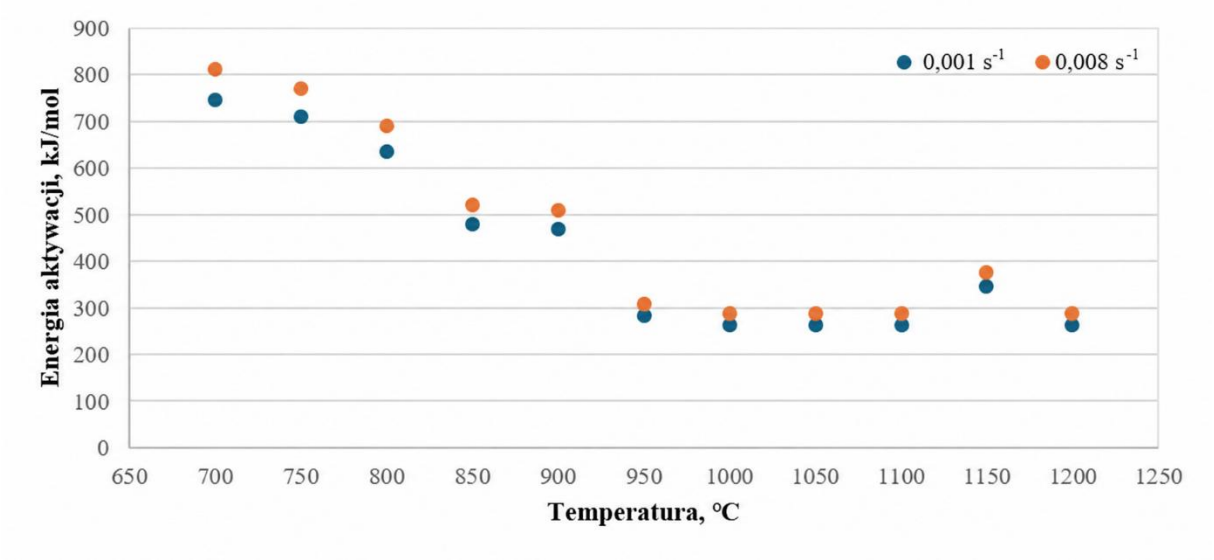
$$\frac{dln(\dot{\varepsilon})}{d(1/T)} = -\frac{Q}{R}$$

wzór końcowy na Q:

$$Q = -R \cdot \frac{dln(\dot{\varepsilon})}{d(1/T)}$$

Tabela 6. Wartość energii aktywacji odkształcenia plastycznego Q stopu Haynes 282 w zakresie temperatury od 700 do 1200 °C, dla dwóch prędkości odkształcenia: 0,001 s^{-1} i 0,008 s^{-1}.

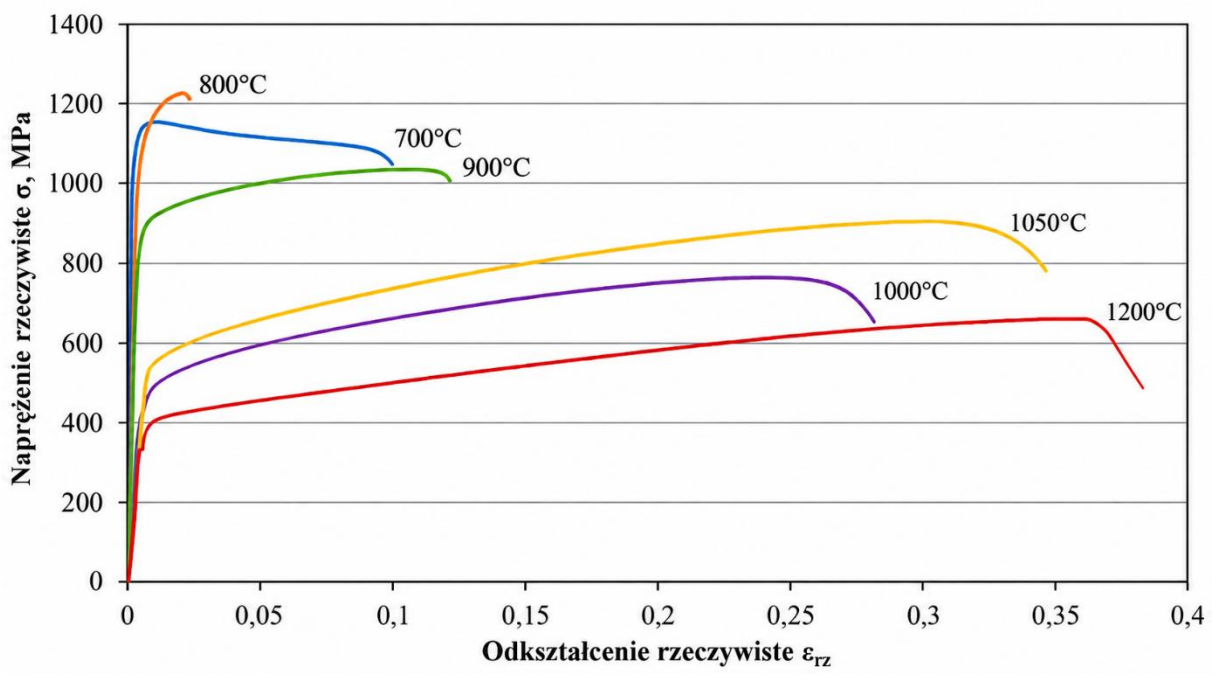
Prędkość odkształcenia ε	**Temperatura odkształcania, °C**										
	700	750	800	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200
	Energia aktywacji Q, kJ/mol										
0,001	747,09	709,94	635,35	479,03	469,41	283,35	263,59	263,59	263,59	344,50	263,59
0,008	812,06	771,69	690,61	520,69	510,23	307,99	286,51	286,51	286,51	374,46	286,51



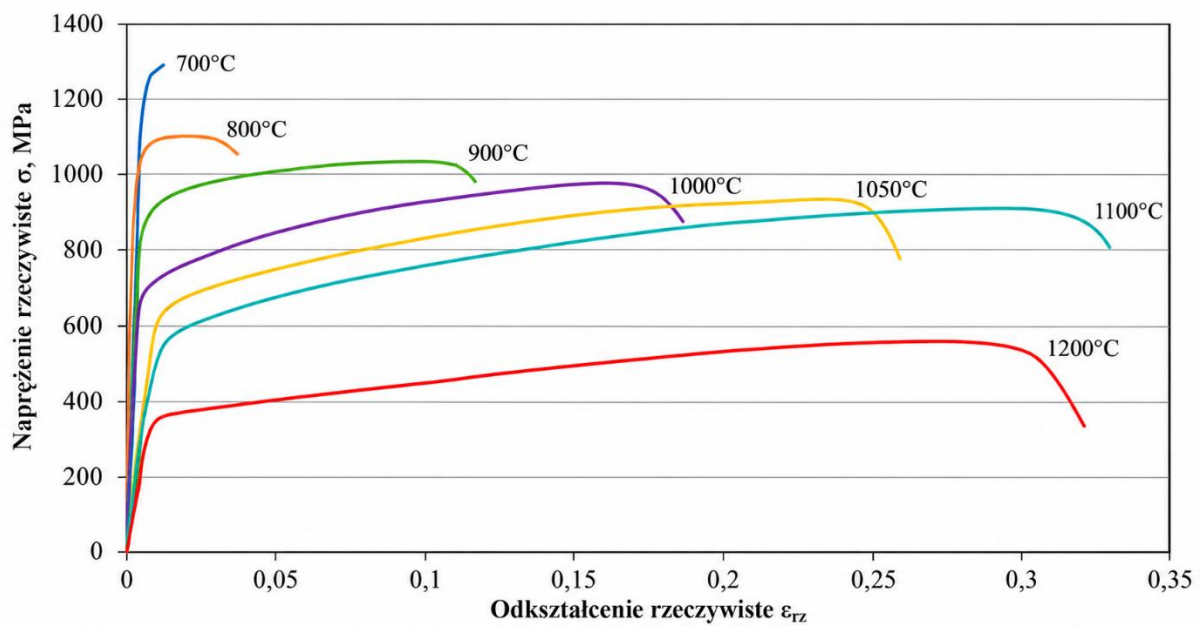
Rys. 28. Wpływ temperatury na energię aktywacji procesu odkształcania nadstopu Haynes 282 przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1} i 0,008 s^{-1}.

Analiza wartości energii aktywacji (rys. 28) wskazuje na wyraźną zależność tego parametru od temperatury odkształcania. Najwyższą wartość energii aktywacji odnotowano w zakresie temperatury 700–800°C, gdzie osiągały one poziom ok. 635 do 812 kJ/mol. Tak wysokie wartości wskazują na znaczący opór materiału wobec odkształcenia plastycznego, wynikający przede wszystkim z intensywnego oddziaływania dyslokacji z wydzieleniami fazy γ′ oraz obecnymi w mikrostrukturze wydzieleniami węglików. W tym zakresie temperatury dominującym mechanizmem kształtującym właściwości stopu jest umocnienie odkształceniowe, co pozostaje zgodne z analizą przebiegu krzywych płynięcia. Wraz ze wzrostem temperatury odkształcania obserwowany jest systematyczny spadek wartości energii aktywacji, szczególnie wyraźny w zakresie 800–950°C, gdzie wartości Q obniżają się do poziomu ok. 650 do 300 kJ/mol, co wskazuje na stopniowe obniżenie oporu plastycznego materiału oraz wzrost udziału procesów dyfuzyjnych odpowiedzialnych za relaksację energii odkształcenia. W temperaturze powyżej 950°C wartości energii aktywacji wykazują znacznie mniejsze zmiany i utrzymują się na relatywnie stabilnym poziomie. Może to wskazywać na osiągnięcie zakresu temperatury, w którym dominującym mechanizmem odpowiedzialnym za przebieg odkształcenia stają się procesy zdrowienia dynamicznego oraz rekrystalizacji dynamicznej, prowadzące do częściowej stabilizacji przebiegu odkształcenia. Lokalny wzrost wartości energii aktywacji obserwowany w temperaturze ok. 1150°C może być związany ze zmianą udziału poszczególnych mechanizmów odkształcania, intensyfikacją procesów migracji granic ziaren lub lokalnymi zmianami mikrostrukturalnymi zachodzącymi w wysokiej temperaturze. Uzyskane wyniki potwierdzają, że temperatura odkształcania stanowi jeden

z kluczowych parametrów determinujących mechanizmy odkształcania stopu Haynes 282 oraz jego podatność do przeróbki plastycznej w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury Dotychczasowe wyniki umożliwiły ocenę przebiegu procesu odkształcania plastycznego stopu Haynes 282 w różnych warunkach temperatury i prędkości odkształcenia. W kolejnym etapie badań przeanalizowano wpływ zastosowanych parametrów przeróbki cieplno-plastycznej na właściwości mechaniczne materiału po odkształceniu. W tym celu z próbek po jednoosiowym ściskaniu realizowanym na symulatorze Gleeble 3800 wycięto próbki przeznaczone do badań właściwości mechanicznych w próbie rozciągania. Z centralnej części odkształconych próbek cylindrycznych, z wykorzystaniem elektrodrążarki drutowej, wycinano płaskie próbki o grubości około 2 mm, z których następnie przygotowano próbki do prób rozciągania, co zapewniło ocenę właściwości mechanicznych materiału bezpośrednio po przeróbce cieplno-plastycznej oraz ich korelację ze zmianami mikrostrukturalnymi zachodzącymi podczas odkształcenia na gorąco (patrz Metodyka badań – rys. 15 i 16). Próby rozciągania przeprowadzono w temperaturze otoczenia, rejestrując zależność naprężenia od odkształcenia dla materiału wcześniej odkształcanego w różnej temperaturze oraz przy zastosowaniu dwóch prędkości odkształcania: 0,001 s^{-1} oraz 0,008 s^{-1} (rys. 29, 30, tabela 7).



Rys. 29. Krzywe rozciągania nadstopu Haynes 282 wyznaczone w próbie ściskania na termosymulatorze Gleeble z prędkością odkształcania 0,001 s^{-1} w zakresie temperatury od 700 do 1200°C.



Rys. 30. Krzywe rozciągania nadstopu Haynes 282 wyznaczone w próbie ściskania na termosymulatorze Gleeble z prędkością odkształcania 0,008 s^{-1} w zakresie temperatury od 700 do 1200°C.

Tabela 7. Właściwości mechaniczne nadstopu Haynes 282 w stanie po odlaniu oraz po odkształcaniu plastycznym na gorąco w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia.

Stan materiału / Prędkość odkształcenia $\dot{\varepsilon}$, s^{-1}	**Temperatura odkształcania, °C**	**$Rp_{0,2}$, MPa**	**R_m, MPa**	**A, %**
Stan po odlaniu	–	556	822	20,0
$\dot{\varepsilon} = 0{,}001$	700	1106	1153	9,6
	800	1082	1225	2,4
	900	867	1034	11,5
	1000	452	757	29,6
	1050	538	891	38,0
	1200	382	659	47,6
$\dot{\varepsilon} = 0{,}008$	700	–	1274	–
	800	993	1069	3,9
	900	836	1006	12,3
	1000	648	962	21,5
	1050	595	936	32,8
	1200	334	544	38,6

Analiza krzywych rozciągania dla materiału odkształcanego z prędkością 0,001 s^{-1} wskazuje, że najwyższe wartości naprężenia osiągano dla próbek odkształconych w temperaturze od 700 do 900°C, gdzie maksymalne naprężenia w próbie ściskania przekraczały 1000 MPa, osiągając najwyższą wartość dla próbki odkształcanej w temperaturze 800°C. Jednocześnie próbki te charakteryzowały się stosunkowo niewielkim zakresem odkształcenia całkowitego, co może wskazywać na wysoki poziom umocnienia odkształceniowego oraz ograniczoną zdolność do dalszego odkształcania plastycznego. Wraz ze wzrostem temperatury wcześniejszego odkształcania do zakresu 1000–1200°C obserwowano stopniowe obniżenie maksymalnych

wartości naprężenia przy jednoczesnym wzroście zdolności materiału do dalszego odkształcenia plastycznego. Szczególnie dla próbek odkształcanych w temperaturze 1050°C oraz 1200°C widoczny jest znacznie większy zakres odkształcenia całkowitego, co może wskazywać na efektywne procesy odnowy mikrostruktury zachodzące w próbce po ściskaniu na termosymulatorze Gleeble, prowadzące do obniżenia poziomu umocnienia materiału (rys. 29). Podobną tendencję zaobserwowano dla próbek odkształcanych z większą prędkością odkształcania (rys. 30), jednak w tym przypadku różnice pomiędzy poszczególnymi parametrami ściskania (temperaturą) były bardziej wyraźne. W zakresie temperatury odkształcania 700–900°C stop charakteryzował się bardzo wysokimi wartościami naprężenia maksymalnego, nawet powyżej 1200 MPa, przy jednoczesnym ograniczonym zakresie dalszego odkształcenia plastycznego, co wskazuje na intensywny charakter procesu umocnienia wynikający z wyższej prędkości odkształcania oraz ograniczonego udziału procesów zdrowienia dynamicznego i rekrystalizacji dynamicznej w tych warunkach. W temperaturze powyżej 1000°C obserwowano stopniowe obniżenie poziomu naprężeń oraz wydłużenie zakresu odkształcenia plastycznego materiału. Najbardziej stabilny przebieg krzywych uzyskano dla próbek odkształcanych w temperaturze od 1050 do 1100°C, co wskazuje na równowagę pomiędzy procesami umocnienia odkształceniowego, a mechanizmami odnowy mikrostruktury. Uzyskane wyniki potwierdzają, że temperatura oraz prędkość wcześniejszego odkształcania podczas prób ściskania mają bezpośredni wpływ na końcowe właściwości mechaniczne stopu Haynes 282. W niższej temperaturze rozciągania dominuje umocnienie odkształceniowe prowadzące do wzrostu wytrzymałości przy jednoczesnym ograniczeniu plastyczności, natomiast wzrost temperatury sprzyjał aktywacji procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej, prowadząc do obniżenia wytrzymałości oraz poprawy zdolności materiału do dalszego odkształcenia.

Po analizie właściwości wytrzymałościowych nadstopu Haynes 282 po próbach ściskania przeprowadzono również pomiary twardości dla próbek w stanie lanym, po przesycaniu oraz po wcześniejszym odkształceniu plastycznym realizowanym na termosymulatorze Gleeble. Badania miały na celu określenie wpływu temperatury oraz prędkości odkształcania na lokalny stopień umocnienia materiału po procesie przeróbki cieplno-plastycznej. Pomiary wykonano metodą Vickersa, a uzyskane wartości zestawiono w tabeli 8 dla próbek w stanie lanym i po przesycaniu oraz w tabeli 9 dla próbek odkształcanych w zakresie temperatury od 700 do 1200°C przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1} oraz 0,008 s^{-1}.

Materiał w stanie po odlaniu charakteryzował się średnią twardością na poziomie około 330 HV (35 HRC). Relatywnie wysoka wartość twardości była związana z obecnością wydzieleń

powstałych podczas krystalizacji stopu, segregacją dendrytyczną oraz niejednorodnym rozkładem faz umacniających w mikrostrukturze. Po procesie przesycania zaobserwowano wyraźny spadek twardości do poziomu około 259 HV (24 HRC), co było wynikiem częściowego rozpuszczenia wydzieleń wtórnych, ograniczenia efektów segregacji oraz ujednorodnienia składu chemicznego osnowy γ. Spadek twardości po obróbce cieplnej potwierdza skuteczność zastosowanego procesu przesycania i wskazuje na przygotowanie materiału do prób ściskania w warunkach oddziaływania wysokiej temperatury. Uzyskane wartości stanowiły punkt odniesienia do dalszej analizy zmian twardości próbek po procesach ściskania realizowanych na symulatorze Gleeble 3800, gdzie obserwowano zmiany właściwości materiału wynikające z równoczesnego oddziaływania procesów odnowy mikrostruktury w warunkach silnego odkształcenia plastycznego.

Tabela 8. Twardość nadstopu Haynes 282 w stanie po odlewaniu oraz po przesycaniu.

Stan materiału	**HV10**					**SD HV10**	**Twardość HRC**
po odlaniu	331	322	323	334	340	330	35
po przesycaniu	270	262	254	258	251	259	24

Dokonując analizy wyników pomiaru twardości dla obu analizowanych wariantów ściskania stopu Haynes 282, przy zastosowaniu prędkości odkształcania 0,001 oraz 0,008 s-1 zaobserwowano zależność twardości od temperatury wcześniejszego odkształcania. Wraz ze wzrostem temperatury ściskania obserwowano spadek wartości twardości, co pozostaje zgodne z wcześniej analizowanymi zmianami naprężenia płynięcia, energii aktywacji oraz przebiegiem procesów odnowy mikrostruktury. Najwyższe wartości twardości odnotowano dla próbek odkształcanych w temperaturze 700°C, gdzie średnia twardość wynosiła odpowiednio ok. 459 HV dla prędkości 0,001 s^{-1} oraz 462 HV dla prędkości 0,008 s^{-1} (tabela 9). W tym zakresie temperatury dominował efekt umocnienia odkształceniowego związany z wysoką gęstością dyslokacji oraz ograniczonym udziałem procesów odpowiedzialnych za relaksację energii odkształcenia. Wraz ze wzrostem temperatury do ok. 900°C obserwowano stopniowe obniżenie twardości do poziomu ok. 378 HV dla prędkości 0,001 s^{-1} oraz 373 HV dla prędkości 0,008 s^{-1}, co może wskazywać na intensyfikację procesów zdrowienia dynamicznego oraz częściową redukcję efektów umocnienia odkształceniowego. Najniższe wartości twardości uzyskano dla próbek odkształcanych w najwyższej temperaturze. Dla temperatury 1200°C średnia twardość wynosiła ok. 228 HV dla prędkości 0,001 s^{-1} oraz 206 HV dla prędkości 0,008 s^{-1}. Tak znaczący spadek twardości wskazuje na intensywny przebieg procesów odnowy mikrostruktury

prowadzących do obniżenia poziomu umocnienia materiału. Dla temperatury przekraczającej wartość 900°C obserwacje mikrostrukturalne wykonane z wykorzystaniem mikroskopii optycznej oraz skaningowej mikroskopii elektronowej potwierdziły występowanie procesów rekrystalizacji dynamicznej (rys. 31-33). Widoczne są wyraźne efekty odnowy odkształconej wcześniej mikrostruktury, obejmujące tworzenie nowych ziaren o obniżonej gęstości dyslokacji, co jest zgodne z obserwowanym spadkiem twardości oraz wartości naprężeń płynięcia materiału (rys. 33).

Tabela 9. Twardość nadstopu Haynes 282 po próbie rozciągania próbek uprzednio odkształcanych przez ściskanie w temperaturze 700–1200°C z prędkością odkształcania $\dot{\varepsilon} = 0{,}001\ s^{-1}$.

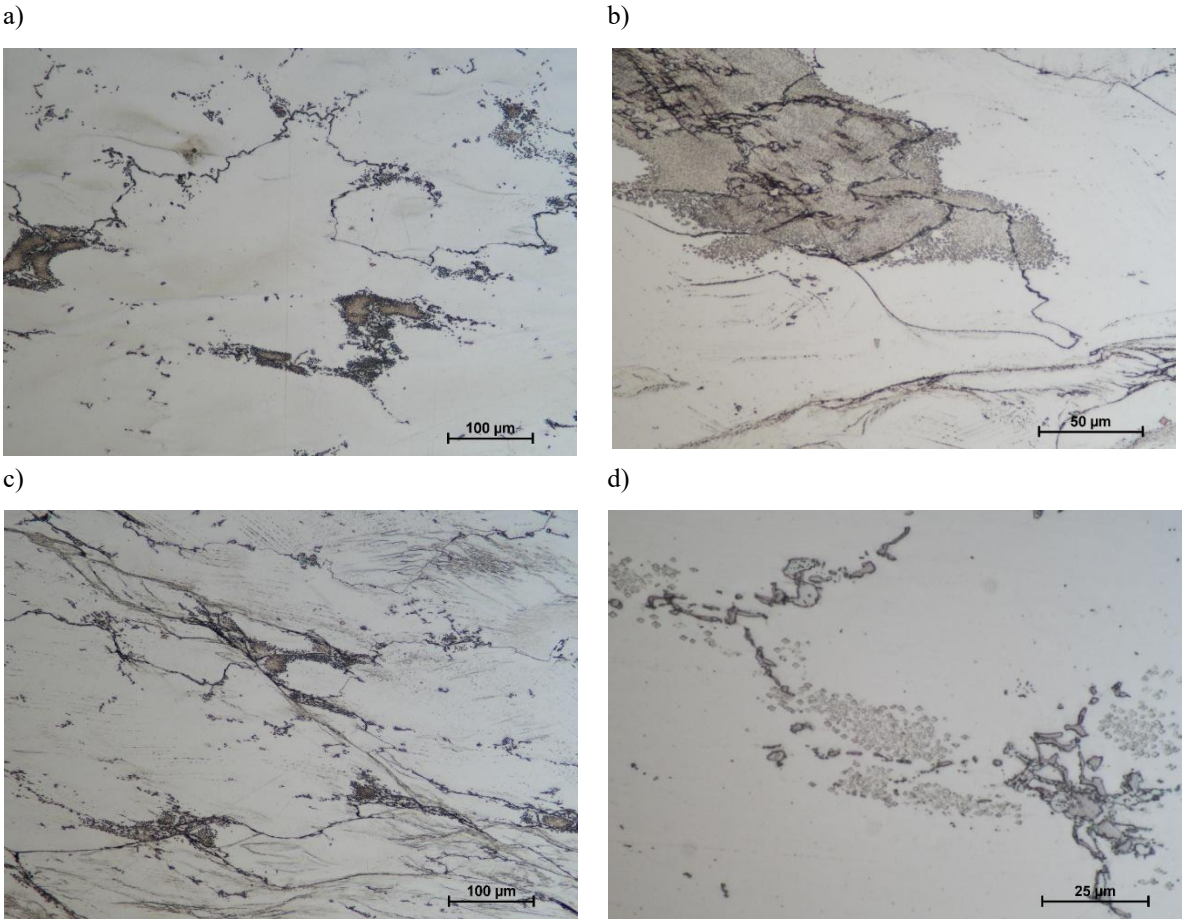
Temperatura odkształcania, °C	**HV10**						**HRC**
	1	**2**	**3**	**4**	**5**	**SD**	
700	462	463	455	454	463	459	**46,5**
750	455	454	465	463	442	456	**46,5**
800	406	402	409	407	418	408	**42,5**
850	404	383	395	392	400	395	**41,0**
900	383	387	387	364	367	378	**39,5**
950	305	325	307	310	319	313	**32,5**
1000	307	337	306	305	300	311	**32,0**
1050	277	272	256	252	273	266	**25,5**
1100	252	253	252	257	249	253	**23,5**
1150	248	247	235	234	233	239	**21,0**
1200	226	233	226	223	231	228	**19,0**

Dla każdej temperatury odkształcania wykonano pięć pomiarów twardości metodą Vickersa (HV10), na podstawie których wyznaczono średnią wartość twardości oraz odpowiadającą jej twardość w skali Rockwella (HRC).

Tabela 10. Twardość nadstopu Haynes 282 po próbie rozciągania próbek uprzednio odkształcanych przez ściskanie w temperaturze 700-1200°C z prędkością odkształcania $\dot{\varepsilon} = 0{,}008\ s^{-1}$.

Temperatura odkształcania, °C	**HV10**						**HRC**
	1	**2**	**3**	**4**	**5**	**SD**	
700	461	470	458	463	456	462	**46,5**
750	420	463	485	454	474	459	**46,5**
800	489	441	419	466	389	441	**45,0**
850	395	371	390	370	419	389	**40,5**
900	363	375	375	373	379	373	**39,0**
950	366	338	334	342	351	346	**36,0**
1000	295	326	299	310	305	307	**32,0**
1050	271	284	285	269	289	280	**28,0**
1100	268	275	268	261	257	266	**25,5**
1150	245	240	232	229	245	238	**20,5**
1200	202	210	200	217	202	206	**14,0**

Dla każdej temperatury odkształcania wykonano pięć pomiarów twardości metodą Vickersa (HV10), na podstawie których wyznaczono średnią wartość twardości oraz odpowiadającą jej twardość w skali Rockwella (HRC).

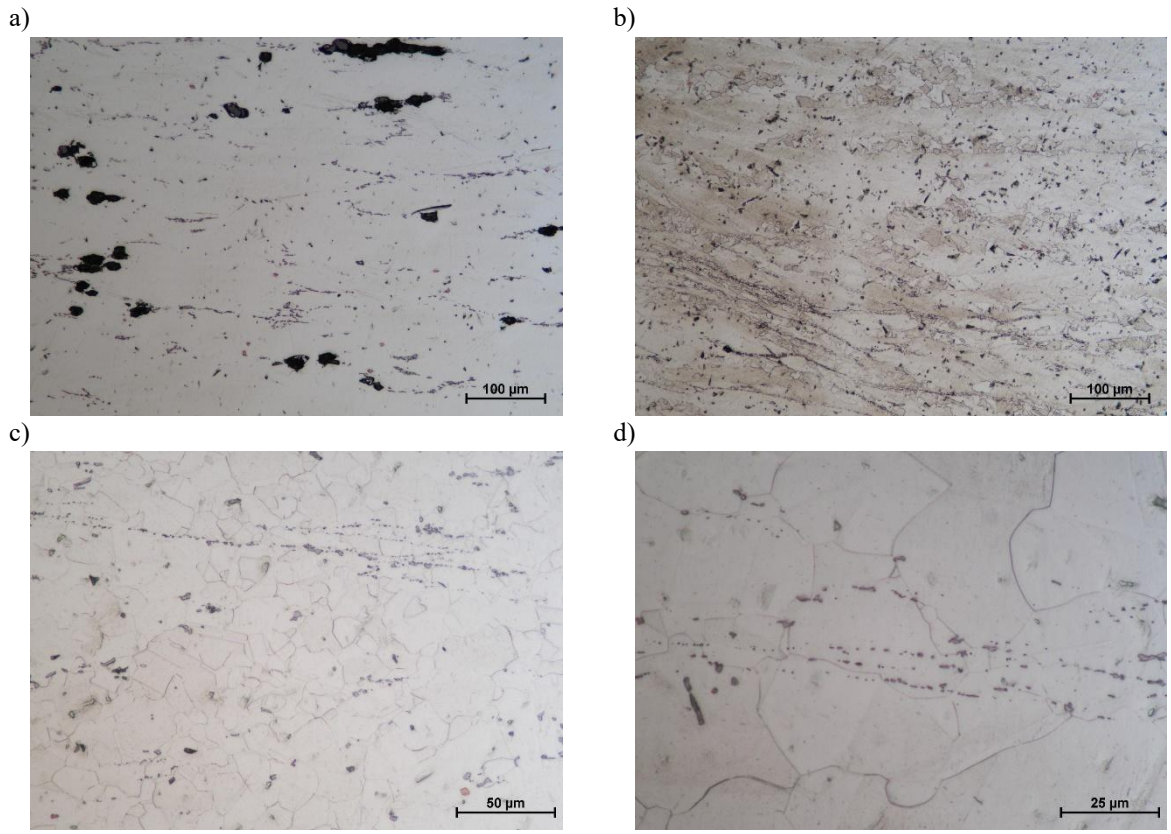


Rys. 31. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 700, b) 750, c) 800, d) 850°C, z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,001s^{-1} w temperaturze 700-800°C charakteryzuje się występowanie silnie odkształconych ziarn pierwotnych (rys. 31). Widoczne są wydłużone obszary ziaren o nieregularnym przebiegu granic, wskazujące na dominację mechanizmów umocnienia odkształceniowego przy ograniczonym udziale procesów odnowy mikrostruktury. W obszarze granic ziaren obserwuje się ciemne wydzielenia, występujące głównie w postaci skupisk rozmieszczonych lokalnie na granicach ziarn (rys. 31 a-c). Mogą one odpowiadać wydzieleniom węglikowym typu $M_{23}C_6/M_6C$ lub lokalnym skupiskom faz wtórnych powstałych w wyniku wcześniejszych procesów cieplnych oraz odkształcania w podwyższonej temperaturze. Ich obecność dodatkowo ogranicza migrację granic ziaren oraz utrudnia aktywację procesów rekrystalizacji dynamicznej. W mikrostrukturze stopu widoczne są również liczne pasma poślizgu oraz lokalne linie odkształcenia wewnątrz ziaren, świadczące o wysokiej akumulacji dyslokacji i intensywnym przebiegu odkształcania plastycznego (rys. 31 a-c). Brak wyraźnie

uformowanych drobnych, równoosiowych ziaren wskazuje, że w temperaturze 750°C proces dynamicznej rekrystalizacji nie był jeszcze dominującym mechanizmem odnowy mikrostruktury (rys. 31 a). Uzyskany obraz mikrostruktury pozostaje zgodny z wcześniej analizowanymi wynikami badań właściwości mechanicznych, dla których w tym zakresie temperatury obserwowano wysokie wartości naprężeń płynięcia, energii aktywacji oraz podwyższoną twardość materiału, charakterystyczne dla dominacji umocnienia odkształceniowego nad procesami zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej.
W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia $0{,}001 s^{-1}$ w temperaturze 850°C obserwuje się liczne wydzielenia wtórne zlokalizowane w obszarach granic ziaren oraz w ich bezpośrednim sąsiedztwie (rys. 31 d). Wydzielenia te występują w postaci skupisk drobnych, globularnych cząstek oraz bardziej rozwiniętych, nieregularnych wydzieleń o morfologii siatkowej. Tego typu morfologia jest charakterystyczna dla wydzieleń węglikowych powstających w nadstopach niklu, najczęściej identyfikowanych jako węgliki typu $M_{23}C_6$ wydzielające się na granicach ziaren oraz lokalnie bardziej stabilne węgliki pierwotne typu MC/M_6C obecne w obszarach międzydendrytycznych. Widoczna obecność licznych wydzieleń na granicach ziaren wskazuje, że temperatura 850°C sprzyjała ich dalszemu wydzielaniu lub rozrostowi w trakcie wcześniejszych etapów obróbki cieplnej oraz odkształcania (rys. 31 d). Obecność tych faz może prowadzić do lokalnego blokowania migracji granic ziaren, ograniczając rozwój dynamicznej rekrystalizacji oraz wpływając na lokalną koncentrację naprężeń. Jednocześnie brak wyraźnie rozwiniętej drobnoziarnistej mikrostruktury nowych, nieodkształconych ziarn sugeruje, że w analizowanych warunkach procesy zdrowienia dynamicznego były już częściowo aktywowane, a rekrystalizacja dynamiczna nie stanowiła jeszcze dominującego mechanizmu odnowy mikrostruktury. Obserwacje te pozostają zgodne z wynikami badań właściwości mechanicznych, dla których w temperaturze 850°C nadal rejestrowano relatywnie wysokie wartości naprężeń płynięcia, energii aktywacji oraz twardości materiału.
Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w próbie ściskania z prędkością odkształcenia $0{,}001 s^{-1}$ w temperaturze 900 oraz 950°C wykazuje odmienne cechy w porównaniu do próbek po ściskaniu w niższej temperaturze (rys. 32 a i b). W temperaturze 750–850°C dominowała silnie odkształcona mikrostruktura ziaren z licznymi wydzieleniami zlokalizowanymi na granicach ziaren, a w zakresie temperatury powyżej 900°C obserwuje się początki intensywnej odnowy mikrostruktury. W próbce odkształcanej w temperaturze 900°C nadal widoczne są wydłużone obszary odkształconych ziaren pierwotnych (rys. 32 a) oraz pasma zlokalizowanego odkształcenia, jednak pojawiają się już liczne drobne, równoosiowe

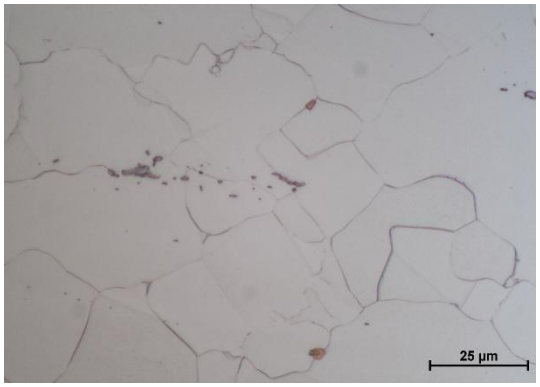
ziarna zlokalizowane głównie w sąsiedztwie granic ziaren pierwotnych oraz w obszarach charakteryzujących się wysoką koncentracją defektów. Mikrostruktura ta wskazuje na inicjację procesu dynamicznej rekrystalizacji, zachodzącej w miejscach lokalnej akumulacji energii odkształcenia. Nadal obserwowane są wydzielenia wtórne oraz lokalne skupiska cząstek, które mogą odpowiadać wydzieleniom węglikowym ograniczającym migrację granic ziaren (rys. 32 a). W przypadku próbki odkształcanej w temperaturze 950°C udział drobnoziarnistej mikrostruktury po rekrystalizacji jest już znacznie większy, bo widoczne są drobne, równoosiowe ziarna rozmieszczone wzdłuż wcześniejszych pasm odkształcenia oraz granic ziaren pierwotnych, co wskazuje na bardziej zaawansowany etap dynamicznej rekrystalizacji (rys. 32 b). Jednocześnie zmniejsza się udział silnie odkształconych obszarów charakterystycznych dla niższej temperatury odkształcania. Ewolucja mikrostruktury pozostaje zgodna z wynikami badań właściwości mechanicznych, w których dla temperatury 900–950°C stwierdzono wyraźny spadek naprężenia płynięcia, obniżenie energii aktywacji procesu odkształcenia oraz spadek twardości materiału. Wyniki te potwierdzają, że analizowany zakres temperatury stanowi obszar przejściowy pomiędzy dominacją umocnienia odkształceniowego, a intensywnym rozwojem procesów zdrowienia i dynamicznej rekrystalizacji.



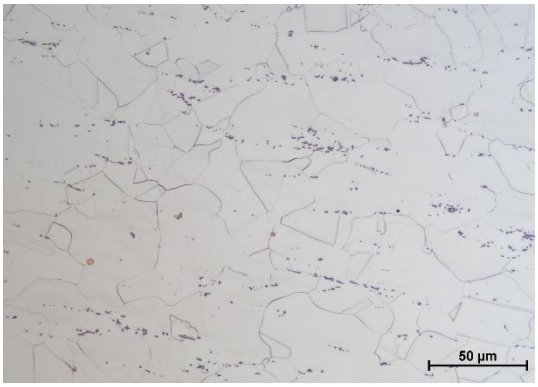
Rys. 32. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 900, b) 950, c) 1000, d) 1050°C, z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} w temperaturze 1000 oraz 1050°C wskazuje na bardziej intensywny rozwój procesów odnowy odkształcanej mikrostruktury w porównaniu do próbek odkształcanych w niższej temperaturze, z uwagi na obecności zwiększonego udziału ziaren zrekrystalizowanych oraz stopniową eliminację silnie odkształconych obszarów struktury pierwotnej (rys. 32 c i d). W próbce odkształcanej w temperaturze 1000°C (rys. 32 c) widoczna jest drobnoziarnista, jednorodna mikrostruktura złożona z licznych równoosiowych zrekrystalizowanych ziaren, co wskazuje na intensywny przebieg rekrystalizacji dynamicznej. Jednocześnie w mikrostrukturze nadal obecne są drobne wydzielenia wtórne oraz lokalne pozostałości pasm odkształcenia, jednak ich udział jest wyraźnie mniejszy niż w mikrostrukturze próbek odkształcanych w niższej temperaturze. Mikrostruktura ta wskazuje na osiągnięcie warunków sprzyjających intensywnemu zarodkowaniu nowych ziaren przy jednoczesnym ograniczeniu ich nadmiernego rozrostu. W przypadku próbki odkształcanej w temperaturze 1050°C (rys. 32 d) obserwuje się dalszą ewolucję mikrostruktury, polegającą na wzroście nowych, nieodkształconych ziaren. Mikrostruktura jest bardziej gruboziarnista, a udział drobnych ziaren obserwowanych w temperaturze 1000°C ulega zmniejszeniu, co wskazuje na zaawansowany etap procesu rekrystalizacji oraz rozpoczęcie wzrostu ziaren po zakończeniu intensywnego etapu zarodkowania. W mikrostrukturze obu próbek nadal obserwowane są pojedyncze wydzielenia zlokalizowane głównie na granicach ziaren, jednak ich wpływ na ograniczenie migracji granic wydaje się znacznie mniejszy niż w niższej temperaturze odkształcania. Obserwacje mikrostruktury wskazują, że temperatura 1000°C odpowiada zakresowi intensywnego zarodkowania nowych ziaren podczas dynamicznej rekrystalizacji, prowadząc do powstania drobnoziarnistej mikrostruktury. Dalszy wzrost temperatury do 1050°C sprzyja natomiast zwiększeniu mobilności granic ziaren, czego efektem jest rozrost wcześniej utworzonych ziaren oraz ustabilizowanie się procesów odnowy odkształconej mikrostruktury.

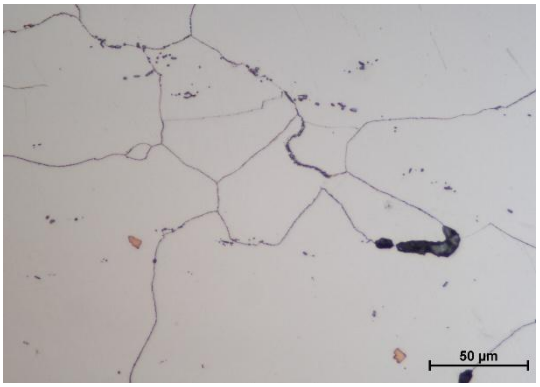
a)



b)



c)

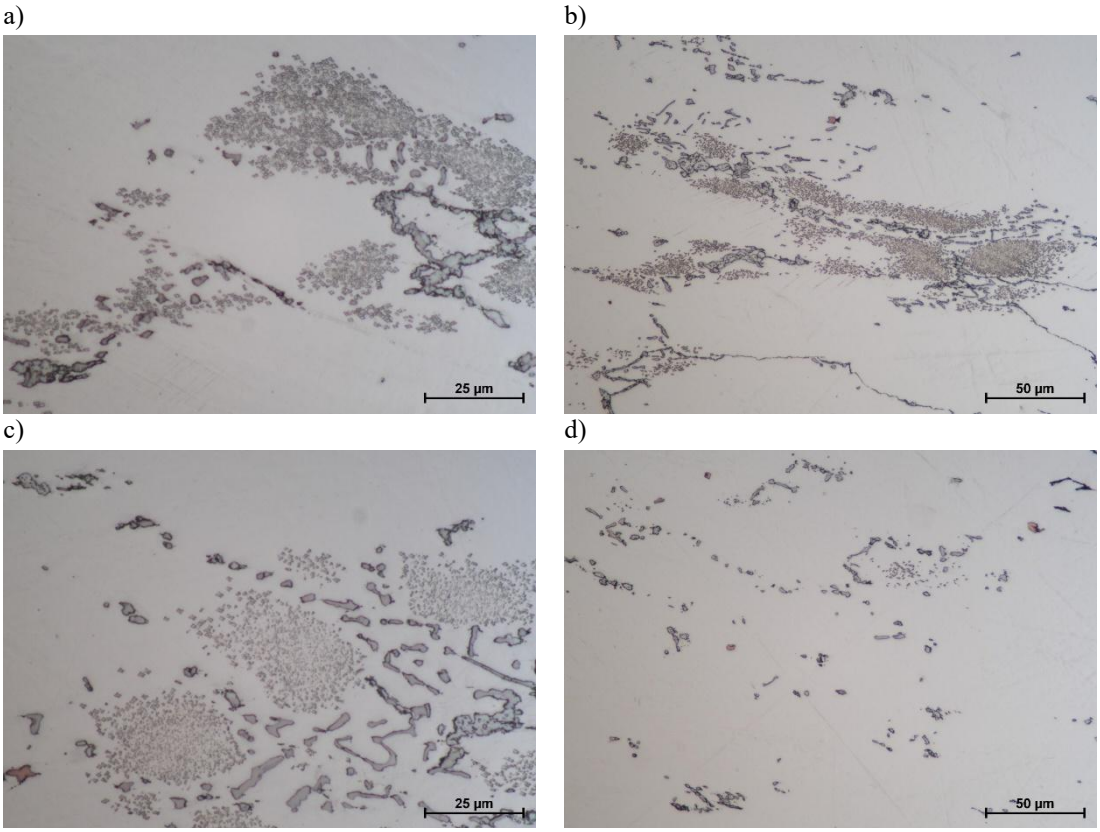


Rys. 33. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 1100, b) 1150, c) 1200°C z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po ściskaniu z prędkością odkształcenia 0,001s^{-1} w temperaturze 1100-1200°C wskazuje na wpływ procesu rekrystalizacji dynamicznej na ewolucję mikrostruktury związaną ze wzrostem ziaren w trakcie dalszego odkształcania w wysokiej temperaturze (rys. 33). W analizowanych próbkach obserwowano całkowicie zrekrystalizowaną mikrostrukturę, złożoną z dużych, równoosiowych ziaren o wyraźnie rozwiniętych granicach. W porównaniu do próbek odkształcanych w temperaturze 1000–1050°C (rys. 32), udział drobnych nowych, nieodkształconych ziaren wyraźnie maleje, a mikrostruktura jest bardziej gruboziarnista. Świadczy to o tym, że proces zarodkowania nowych ziaren został w dużym stopniu zakończony, natomiast dominującym mechanizmem relaksacji naprężeń stał się wzrost wcześniej zrekrystalizowanych ziaren. Widoczna niejednorodność wielkości ziaren wskazuje jednak, że proces ten nadal zachodzi podczas dalszego odkształcania materiału. Obok dużych ziaren obserwowane są również lokalnie mniejsze obszary ziarn, co może świadczyć o nierównomiernej migracji granic oraz lokalnych różnicach w poziomie energii zmagazynowanej w materiale (rys. 33). Tego typu zjawisko jest charakterystyczne dla wysokotemperaturowego odkształcania, gdy szybkość wzrostu ziaren

zaczyna przewyższać szybkość powstawania nowych zarodków rekrystalizacji. W mikrostrukturze nadal widoczne są pojedyncze wydzielenia wtórne oraz niewielkie obszary porowatości, zlokalizowane głównie na granicach ziaren. Ich udział jest jednak zdecydowanie mniejszy niż w próbkach odkształcanych w niższej temperaturze, co dodatkowo potwierdza zaawansowany stopień odnowy odkształcanej mikrostruktury. Uzyskana mikrostruktura wskazuje, że w temperaturze 1100–1200°C dominującym mechanizmem staje się stabilizacja mikrostruktury poprzez rozrost ziaren, co jest konsekwencją wysokiej ruchliwości granic oraz znaczącego obniżenia energii zmagazynowanej w materiale podczas wcześniejszych etapów odkształcenia (rys. 33).

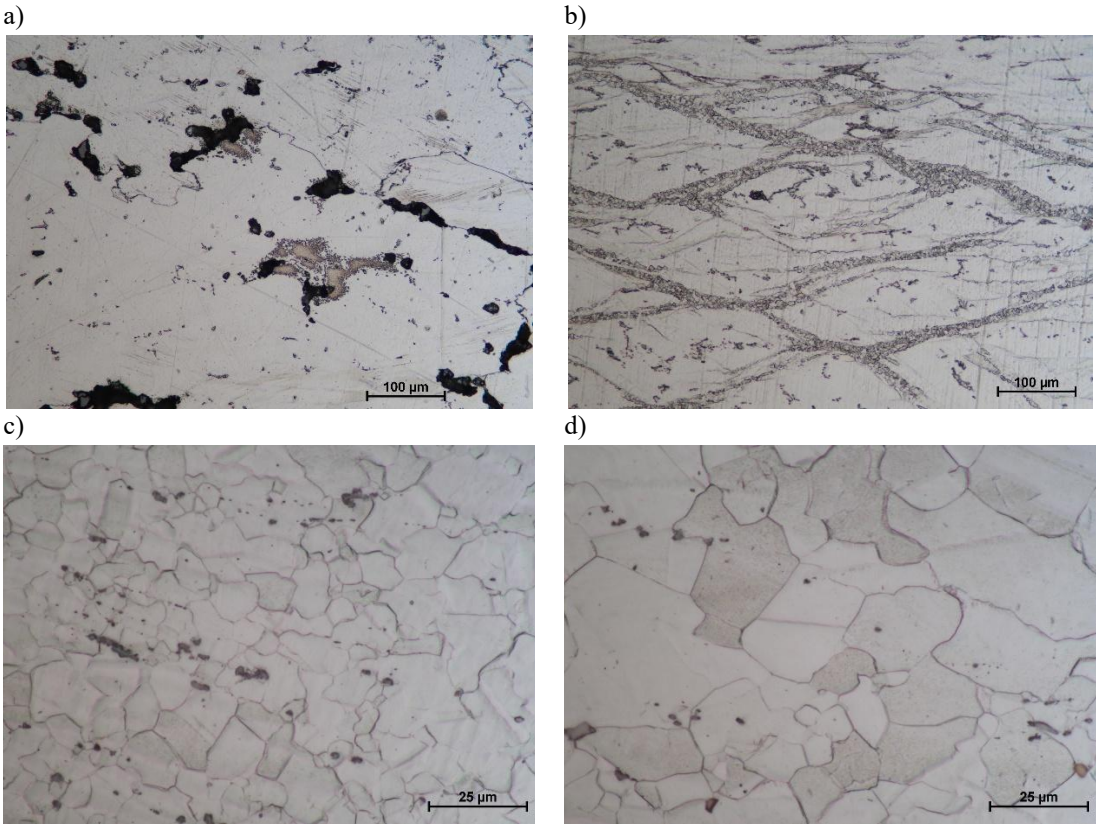
Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po ściskaniu z prędkością odkształcenia $0{,}008s^{-1}$ w temperaturze 600-800°C wykazuje cechy charakterystyczne dla odkształcania realizowanego przy wysokiej prędkości odkształcenia, w warunkach ograniczonej aktywności procesów odnowy mikrostruktury (rys. 34 a-c). W próbce odkształcanej w temperaturze 700°C obserwuje się silnie odkształconą mikrostrukturę z wyraźnie wydłużonymi obszarami materiału zgodnymi z kierunkiem płynięcia (rys. 34 a). Widoczne są liczne skupiska wydzieleń, zlokalizowanych głównie w obszarach granic ziaren oraz pasm odkształcenia. Mikrostruktura charakteryzuje się wysokim stopniem lokalizacji odkształcenia, a obecność wydłużonych pasm poślizgu wskazuje na dominację umocnienia odkształceniowego (rys. 34 a). W analizowanej temperaturze nie obserwowano w mikrostrukturze wyraźnych oznak rekrystalizacji dynamicznej, co potwierdza, że energia zmagazynowana w materiale była akumulowana szybciej niż mogły zachodzić procesy jej relaksacji. W próbce odkształcanej w temperaturze 800°C stopień lokalizacji odkształcenia jest jeszcze bardziej widoczny (rys. 34 c). Obserwowane są liczne nieciągłości materiału oraz obszary inicjacji i propagacji pęknięć rozwijających się wzdłuż silnie odkształconych pasm ścinania. Występują również rozbudowane skupiska wydzieleń oraz porów, które mogły stanowić miejsca koncentracji naprężeń. Widoczne pęknięcia wskazują, że przy tej prędkości odkształcenia tempo generowania defektów mikrostrukturalnych oraz wzrost lokalnych naprężeń przewyższały zdolność materiału do aktywacji procesów zdrowienia oraz rekrystalizacji dynamicznej. Otrzymane obrazy mikrostruktury wskazują, że przy prędkości odkształcenia $0{,}008s^{-1}$ i temperaturze 700–800°C mechanizmy odnowy mikrostruktury nie nadążały za intensywnością odkształcenia, co prowadziło do silnej lokalizacji odkształcenia oraz inicjacji uszkodzeń materiału jeszcze przed aktywacją bardziej efektywnych procesów rekrystalizacji dynamicznej (rys. 34).



Rys. 34. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 700, b) 750, c) 800, d) 850°C, z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008s^{-1} w temperaturze 850 oraz 900°C wskazuje na zmianę dominujących mechanizmów odnowy odkształcanej mikrostruktury (rys. 34 d i rys. 35a). W próbce odkształcanej w temperaturze 850°C nadal widoczne są silnie wydłużone ziarna austenitu, których orientacja odpowiada kierunkowi płynięcia materiału podczas ściskania (rys. 34 d). Charakterystyczną cechą tej mikrostruktury jest obecność wyraźnej siatki drobnych, nowo utworzonych ziaren zlokalizowanych głównie wzdłuż granic silnie odkształconych ziaren pierwotnych. Mikrostruktura ta wskazuje na inicjację dynamicznej rekrystalizacji w obszarach o najwyższej koncentracji energii odkształcenia, przede wszystkim na granicach ziaren oraz w pasmach zlokalizowanego odkształcenia. W centralnych obszarach większych ziaren nadal obserwowane są cechy silnego odkształcenia, co sugeruje niepełny charakter procesu odnowy mikrostruktury (rys. 34 d). W temperaturze 900°C udział drobnych ziaren rekrystalizowanych wyraźnie wzrasta, a mikrostruktura jest bardziej jednorodna. Widoczne są liczne równoosiowe ziarna w całej objętości materiału (rys. 35 a). Jednocześnie udział silnie wydłużonych obszarów mikrostruktury pierwotnej uległ znacznemu ograniczeniu. Oznacza to, że przy tej temperaturze proces rekrystalizacji dynamicznej przebiega już znacznie intensywniej niż w temperaturze

850°C, prowadząc do skuteczniejszej odnowy mikrostruktury materiału. Zaobserwowane zmiany wskazują, że dla wyższej prędkości odkształcenia wartość odkształcenia krytycznego niezbędnego do inicjacji rekrystalizacji dynamicznej została osiągnięta przy wyższej temperaturze niż w przypadku prób realizowanych z prędkością 0,001 s^{-1}, co wynika z szybszej akumulacji energii odkształcenia oraz ograniczonego czasu aktywacji procesów zdrowienia dynamicznego.

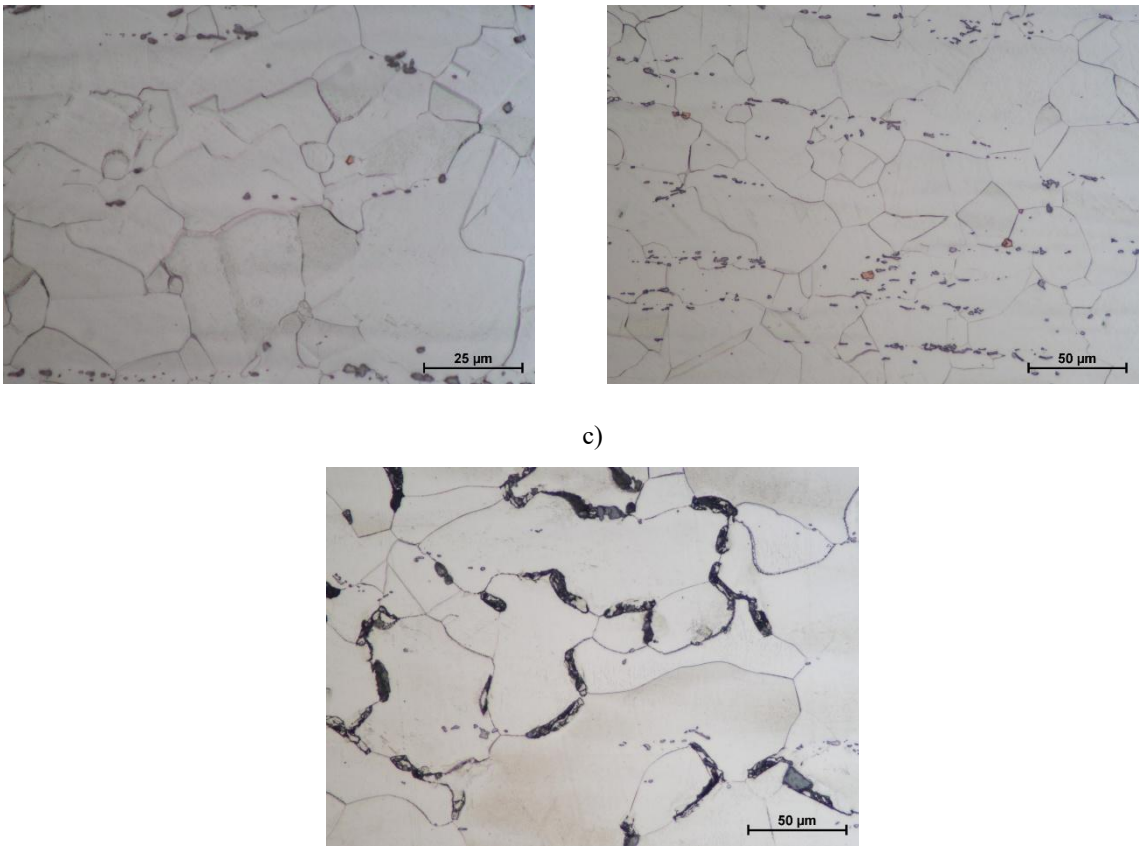


Rys. 35. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 900, b) 950, c) 1000, d) 1050°C, z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 1000 (rys. 35 c), 1050 (rys. 35 d) oraz 1100-1200°C (rys. 36) wskazuje na dalszą intensyfikację procesów rekrystalizacji dynamicznej oraz późniejszy rozrost ziaren w najwyższej temperaturze odkształcania. W próbce odkształcanej w temperaturze 1000°C obserwowana jest niemal całkowicie zrekrystalizowana mikrostruktura złożona z drobnych, równoosiowych ziaren o stosunkowo jednorodnym rozmiarze (rys. 35 c). Granice ziaren są równe, a udział silnie odkształconych obszarów mikrostruktury pierwotnej jest już znikomy. Lokalnie widoczne są pojedyncze wydzielenia na granicach ziaren, jednak nie ograniczają one w istotny sposób migracji granic. Mikrostruktura stopu odkształconego w tych warunkach

wskazuje na dominację intensywnego zarodkowania nowych ziaren oraz efektywny przebieg rekrystalizacji dynamicznej. W temperaturze 1050°C mikrostruktura charakteryzuje się również występowaniem zrekrystalizowanych ziaren w całej objętości, jednak w porównaniu do niższej temperatury odkształcania, w tym przypadku widoczny jest wzrost wielkości ziaren (rys. 35 d). Mikrostruktura jest jednorodna, choć lokalnie obserwowane są obszary zawierające większe ziarna, co wskazuje na zwiększoną ruchliwość granic ziaren i rozpoczęcie procesu ich wzrostu. W porównaniu do temperatury 1000°C udział bardzo drobnych ziaren ulega ograniczeniu, a mikrostruktura staje się bardziej jednorodna. Próbki odkształcone w temperaturze 1100-1200°C (rys. 36) charakteryzują się mikrostrukturą, w której dominują duże, równoosiowe ziarna, których rozmiar jest istotnie większy niż w próbkach odkształconych w temperaturze 1000 i 1050°C. Widoczne są również wydzielenia zlokalizowane głównie na granicach ziaren, które mogą stanowić efekt koagulacji węglików w warunkach wysokiej temperatury i dłuższego oddziaływania dyfuzji (rys. 36). Obserwowane zmiany mikrostruktury wskazują, że w zakresie 1000–1050°C dominującym mechanizmem było intensywne zarodkowanie oraz powstawanie drobnoziarnistej mikrostruktury ziarn powstałych w wyniku rekrystalizacji, natomiast dalszy wzrost temperatury do 1200°C prowadził już głównie do rozrostu wcześniej utworzonych ziaren oraz stopniowej stabilizacji wielkości ziarn.

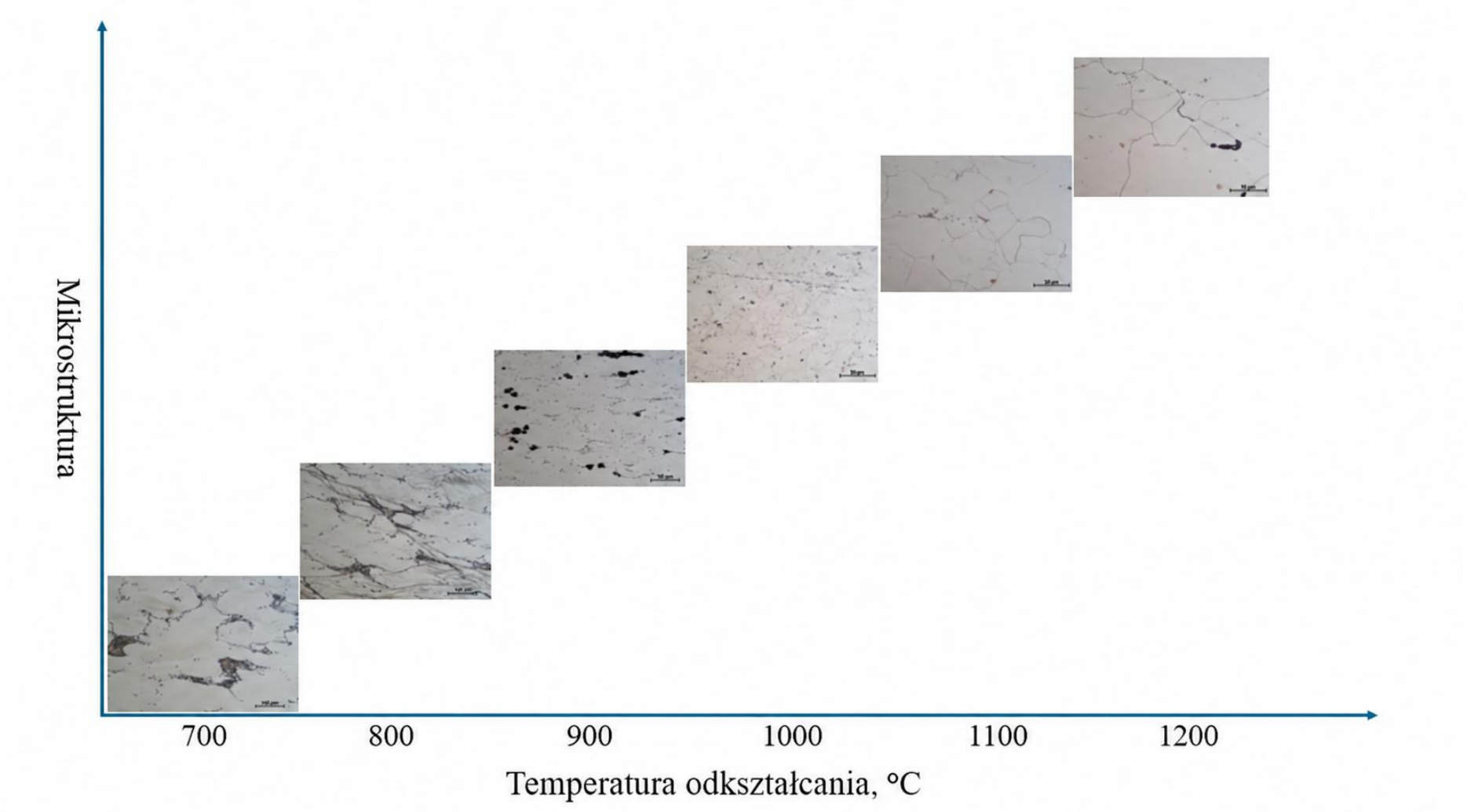
a) b)



Rys. 36. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze a) 1100, b) 1150, c) 1200°C z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1}, ε=0,5 (LM).

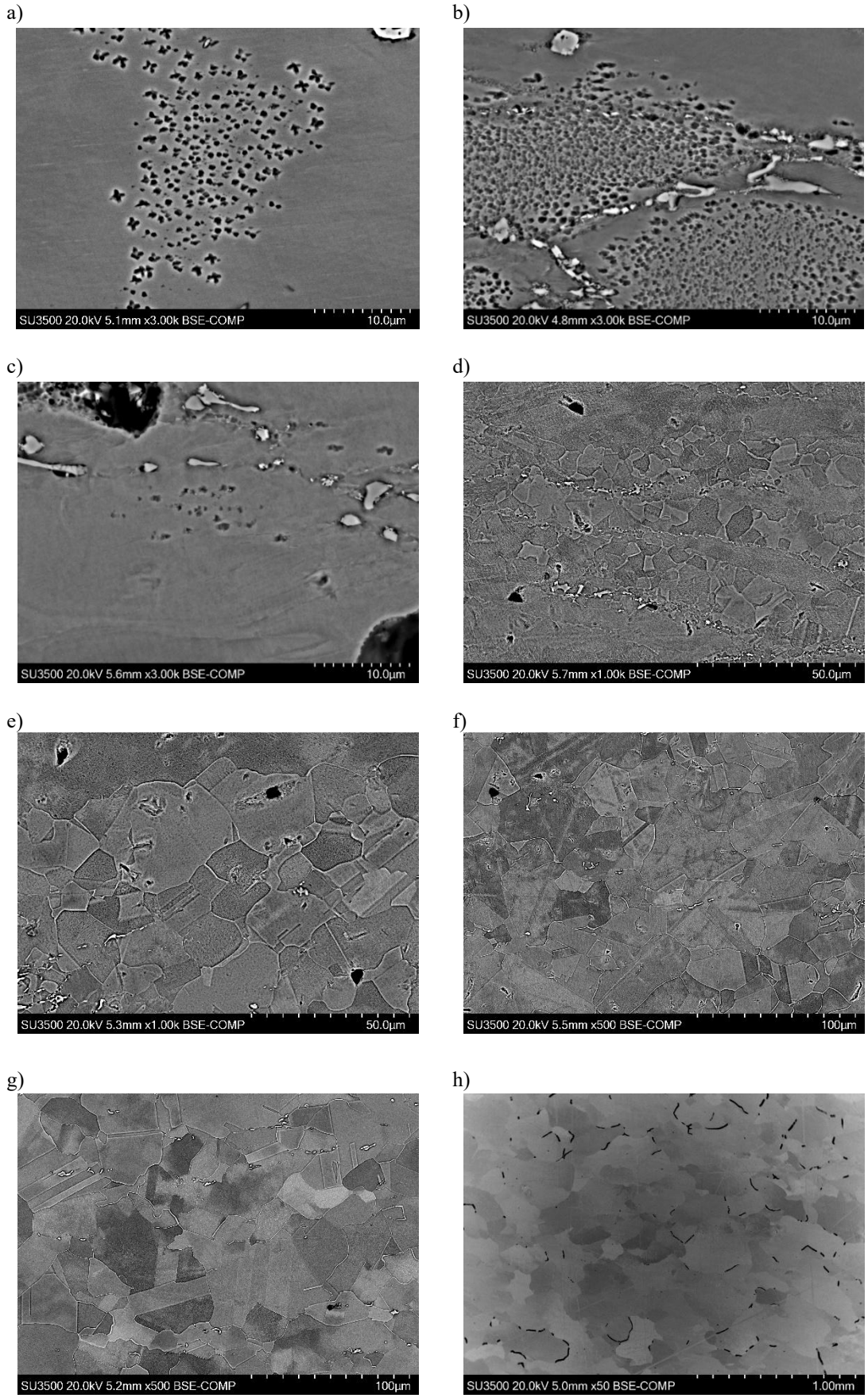
Na podstawie zbiorczego zestawienia zmian mikrostrukturalnych nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością 0,001 s^{-1} można wyróżnić kolejne etapy ewolucji mikrostruktury wraz ze wzrostem temperatury procesu (rys. 37). W najniższej temperaturze odkształcania (700–800°C) mikrostruktura charakteryzuje się wydłużonymi ziarnami zgodnie z kierunkiem płynięcia materiału oraz wyraźną lokalizacją odkształcenia. Widoczne są liczne pasma odkształcenia, skupiska wydzieleń węglików oraz lokalne nieciągłości materiału. W temperaturze 800°C obserwowano dodatkowo inicjację mikropęknięć, co wskazuje, że tempo akumulacji defektów sieciowych oraz wzrost lokalnych naprężeń przewyższały zdolność materiału do efektywnej relaksacji energii odkształcenia poprzez procesy zdrowienia dynamicznego. Temperatura 900°C stanowi obszar przejściowy pomiędzy dominacją umocnienia odkształceniowego, a aktywacją procesów odnowy mikrostruktury. W mikrostrukturze nadal obecne są wydłużone ziarna pierwotne, jednak na ich granicach obserwuje się intensywne zarodkowanie drobnych ziaren w wyniku działania procesu rekrystalizacji dynamicznej. Tworzą się charakterystyczne obszary mikrostruktury

drobnoziarnistej zlokalizowane głównie w miejscach największej koncentracji energii odkształcenia. W temperaturze 1000°C proces rekrystalizacji dynamicznej przebiega najintensywniej, prowadząc do powstania drobnoziarnistej, stosunkowo jednorodnej mikrostruktury. Widoczny jest największy udział nowych, równoosiowych ziaren, co wskazuje na dominację procesów zarodkowania nad rozrostem ziaren. Dalszy wzrost temperatury do 1100°C prowadzi do stopniowego zwiększania ruchliwości granic ziaren oraz rozpoczęcia procesu ich rozrostu. Mikrostruktura pozostaje w pełni zrekrystalizowana, jednak udział drobnych ziaren zaczyna się zmniejszać na rzecz większych, bardziej stabilnych pod względem wymiaru. W najwyższej temperaturze odkształcania, tj. 1200°C obserwuje się już wyraźnie rozwiniętą mikrostrukturę gruboziarnistą, będącą efektem intensywnego wzrostu wcześniej utworzonych ziarn zrekrystalizowanych. Proces zarodkowania nowych ziaren praktycznie zanika, a dominującym mechanizmem staje się rozrost ziaren prowadzący do stabilizacji mikrostruktury. Przedstawione zestawienie jednoznacznie wskazuje, że temperatura odkształcania stanowi kluczowy parametr determinujący mechanizmy ewolucji mikrostruktury nadstopu Haynes 282 (rys. 37). Wraz ze wzrostem temperatury obserwowane jest przejście od dominacji umocnienia odkształceniowego, przez intensywną rekrystalizację dynamiczną, aż do rozrostu ziaren w najwyższej temperaturze ściskania.



Rys. 37. Ewolucja mikrostruktury nadstopu Haynes 282 w funkcji temperatury odkształcania przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1}.

Analiza mikrostruktury próbki odkształcanej z prędkością 0,001s^{-1} w temperaturze 700°C, przeprowadzona z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM), ujawniła obecność bardzo drobnych, równomiernie rozmieszczonych wydzieleń w osnowie γ. Dyspersyjne wydzielenia charakteryzują się sześcienną morfologią i najprawdopodobniej odpowiadają drobnym cząstkom fazy umacniającej γ′ (rys. 38 a). Widoczny obszar granicy ziarna, w którym obserwuje się lokalne zmniejszenie gęstości drobnych wydzieleń w bezpośrednim sąsiedztwie granicy może wskazywać na częściowe rozpuszczanie fazy γ′ lub jej lokalną koagulację w obszarach koncentracji naprężeń oraz intensywnej aktywności dyslokacji w obszarze zlokalizowanego odkształcenia. (rys. 38 b). Na granicach ziaren widoczne są również większe, nieregularne wydzielenia, które mogą odpowiadać wydzieleniom węglikowym typu $M_{23}C_6$ lub M_6C. Tak wysoka gęstość drobnych wydzieleń γ′ skutecznie ogranicza ruch dyslokacji, co tłumaczy wcześniej obserwowane wysokie wartości naprężeń płynięcia, wysoką twardość oraz ograniczoną zdolność materiału do aktywacji procesów rekrystalizacji dynamicznej w temperaturze 700-800°C. Mikrostruktura obserwowana metodą SEM potwierdza zatem, że w tym zakresie temperatury dominującym mechanizmem jest umocnienie wydzieleniowe oraz akumulacja defektów odkształcenia, przy ograniczonym udziale procesów odnowy odkształcanej mikrostruktury.



Rys. 38. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} w temperaturze a) 700, b) 800, c) 900, d) 950, e) 1000, f) 1050 , g) 1100, h) 1200 °C (SEM).

W temperaturze 800°C nadal obserwuje się wysoką gęstość drobnych wydzieleń fazy γ′ w osnowie, jednak ich rozkład staje się mniej jednorodny (rys. 38 b). W obszarach pasm odkształcenia oraz w pobliżu granic ziaren widoczne są lokalne obszary o obniżonej gęstości wydzieleń, co wskazuje na ich częściowe rozpuszczanie lub przemieszczenie do miejsc zlokalizowanego odkształcenia w wyniku intensywnej interakcji z dyslokacjami. Jednocześnie wzdłuż granic ziaren pojawiają się większe, nieregularne wydzielenia, prawdopodobnie węgliki, które stanowią bariery dla ruchu granic ziaren. W temperaturze powyżej 800°C zjawiska te ulegają dalszej intensyfikacji. Obserwuje się wyraźną koncentrację wydzieleń oraz cząstek wtórnych wzdłuż granic ziaren oraz w obszarach intensywnego odkształcenia, co świadczy o postępującej przebudowie mikrostruktury (rys. 38 c). Wydzielenia γ′ w osnowie wykazują tendencję do koagulacji i częściowego zaniku w obszarach o podwyższonej energii odkształcenia, natomiast wzdłuż granic ziaren tworzą się ciągłe skupiska cząstek wtórnych. Taki obraz mikrostruktury wskazuje, że w tym zakresie temperatury zaczynają współdziałać dwa procesy, tj. istotne umocnienie wydzieleniowe w osnowie oraz rosnąca aktywność procesów odnowy mikrostruktury, inicjowanych w obszarach lokalizacji odkształcenia. Jednocześnie obecność licznych wydzieleń na granicach ziaren może ograniczać ich migrację, co opóźnia efekty rekrystalizacji dynamicznej i sprzyja utrzymaniu niejednorodnej formy odkształcenia.

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 odkształcanego w temperaturach 900°C oraz 1000°C przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1} charakteryzuje się wyraźnym rozwojem procesów dynamicznej rekrystalizacji (rys. 38 c, d i e). W mikrostrukturze stopu obserwuje się drobne zrekrystalizowane ziarna o regularnym kształcie oraz pasma zlokalizowanego odkształcenia, w których wykazano obecność zarówno efektów odkształcenia oraz efektów odnowy odkształcanej mikrostruktury. Mikrostruktura odkształcanego stopu kształtuje się głównie wzdłuż pierwotnych granic ziaren austenitu oraz w pasmach zlokalizowanego odkształcenia, gdzie energia odkształcenia była najwyższa. Widoczny jest charakterystyczny układ drobnych ziaren w obszarze osnowy zachowującej częściowo cechy wcześniejszego odkształcenia, co wskazuje, że proces odnowy mikrostruktury nie objął jeszcze całej objętości materiału. W temperaturze powyżej 900°C proces rekrystalizacji dynamicznej ma charakter bardziej lokalny, bo drobne ziarna pojawiają się głównie w pasmach odkształcenia, natomiast pomiędzy nimi nadal widoczne są obszary o wyższej gęstości defektów sieci krystalicznej. Świadczy to o współdziałaniu procesów zdrowienia oraz dynamicznej rekrystalizacji. W temperaturze 1000°C udział objętościowy zrekrystalizowanych ziarn wyraźnie wzrasta (rys. 38 e). Drobnoziarnista mikrostruktura jest bardziej jednorodna, a granice nowo utworzonych ziaren

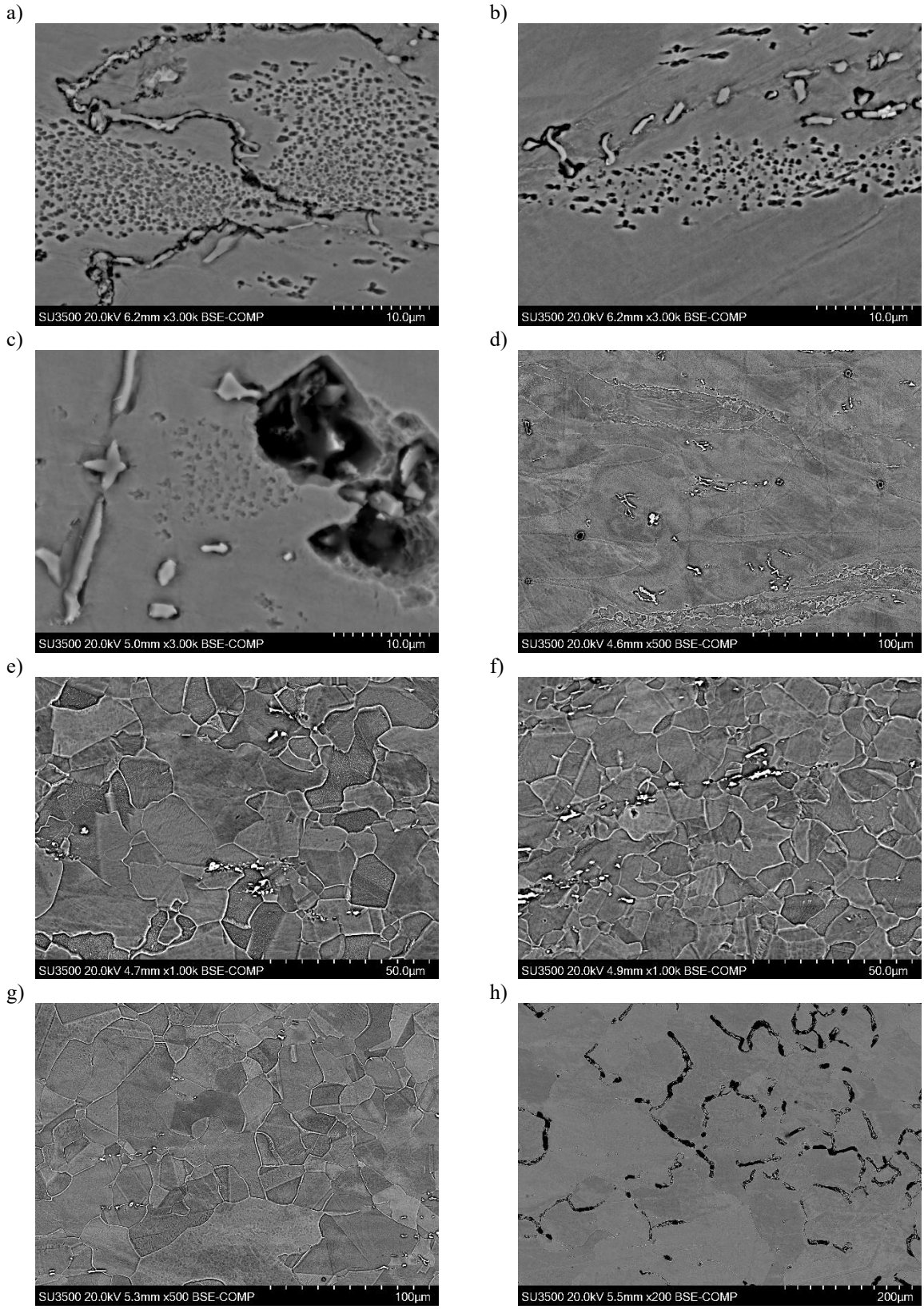
są bardziej regularne. Jednocześnie obserwowane wydzielenia węglików nadal lokalizują się głównie wzdłuż granic ziaren, ograniczając ich migrację i częściowo stabilizując rozmiar nowo powstałych ziaren. Obserwowana ewolucja mikrostruktury dobrze koresponduje z obserwowanym na krzywych ściskania (rys. 24, 25), spadkiem naprężeń płynięcia, obniżeniem twardości (tabela 9) oraz zmniejszeniem wartości energii aktywacji (tabela 6), wskazując na przejście od dominującego umocnienia odkształceniowego do warunków, w których procesy odnowy mikrostruktury zaczynają minimalizować efekt odkształcenia plastycznego.

Dla temperatury 1050, 1100 oraz 1200°C i prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1} obserwowana mikrostruktura wskazuje na dalszy rozwój procesów odnowy mikrostruktury oraz stopniowe przejście od drobnoziarnistej zrekrystalizowanej mikrostruktury do mikrostruktury charakteryzującej się wzrostem ziaren po zakończonym procesie rekrystalizacji dynamicznej (rys. 38 f-h). W temperaturze 1050°C mikrostruktura składa się głównie z równoosiowych, zrekrystalizowanych ziaren o jednorodnym wymiarze (rys. 38 f). Widoczne są dobrze liniowe granice ziaren, natomiast udział obszarów zachowujących cechy wcześniejszego odkształcenia jest już w tym przypadku ograniczony. Oznacza to, że proces rekrystalizacji dynamicznej objął znaczną część objętości materiału. Lokalnie obserwowane wydzielenia wtórne oraz pojedyncze mikropory pozostają głównie na granicach ziaren. W temperaturze 1100°C wpływ efektu procesu odnowy odkształcanej mikrostruktury jest jeszcze większy, a ziarna wykazują tendencję do dalszego wzrostu (rys. 38 g). Mikrostruktura jest bardziej jednorodna, a granice ziaren przyjmują bardziej regularny charakter. Widoczne jest ograniczenie liczby drobnych ziaren charakterystycznych dla wcześniejszego etapu rekrystalizacji, co wskazuje na rozpoczęcie procesów wzrostu ziaren po zakończonej odnowie mikrostruktury. W temperaturze 1200°C obserwuje się mikrostrukturę złożoną z dużych, równoosiowych ziaren (rys. 38 h). Proces rekrystalizacji dynamicznej jest zakończony, natomiast dominującym efektem oddziaływania odkształcenia jest dalsza migracja granic ziaren i ich rozrost. Na granicach ziaren nadal obecne są wydzielenia węglików, jednak ich zdolność do skutecznego ograniczania migracji granic jest wyraźnie obniżona w warunkach wysokiej temperatury odkształcania. Dodatkowo lokalnie obserwowane nieciągłości oraz pustki mogą wskazywać na intensyfikację procesów koalescencji porów lub lokalnej degradacji granic ziaren. Uzyskane wyniki wskazują, że zakres temperatury odkształcania od 1050 do 1200°C odpowiada warunkom, w których mechanizmy umocnienia odkształceniowego nie są już dominujące w czasie realizowanej próby ściskania, a przebieg odkształcenia kontrolowany jest głównie przez rekrystalizację dynamiczną oraz wzrost ziaren. Zjawiska te pozostają zgodne z wcześniej

obserwowanym spadkiem naprężeń uplastyczniających (rys 23), obniżeniem twardości materiału (tabela 9) oraz stabilizacją wartości energii aktywacji w zakresie wysokiej temperatury (tabela 6).

W przypadku większej prędkości odkształcenia, wynoszącej 0,008 s^{-1}, zmiany mikrostruktury wraz ze wzrostem temperatury wykazują podobną tendencję jak dla prędkości 0,001 s^{-1}, jednak większa szybkość akumulacji odkształcenia wpływa na stopień niejednorodności mikrostruktury oraz przebieg procesów jej odnowy (rys. 39). W temperaturze 700°C mikrostruktura wykazuje wyraźne cechy materiału silnie odkształconego (rys. 39a). Obserwowane są wydłużone ziarna osnowy oraz liczne drobne wydzielenia rozmieszczone pasmowo, których układ odzwierciedla niejednorodność mikrostruktury odziedziczoną po wcześniejszych etapach wytwarzania i odkształcania. Nie obserwuje się przy tym wyraźnych cech wskazujących na zaawansowany przebieg rekrystalizacji dynamicznej. Wzrost temperatury do 800°C nie powoduje jeszcze istotnej odnowy odkształcanej mikrostruktury (rys. 39b). Nadal widoczne są wydłużone obszary o zróżnicowanym kontraście oraz pasmowe rozmieszczenie drobnych wydzieleń. Lokalnie obserwowano zmiany morfologii obszarów odkształconych, które wykazują wstępny etap przebudowy mikrostruktury związanej ze wzrostem udziału procesów odnowy. W temperaturze 900°C mikrostruktura nadal wykazuje niejednorodny charakter (rys. 39c). Obok obszarów silnie odkształconych występują obszary, w których zachodzi przebudowa mikrostruktury związana ze zdrowieniem oraz inicjacją rekrystalizacji dynamicznej. Procesy odnowy nie obejmują jeszcze całej objętości materiału, a zachowane obszary silnie odkształcone wskazują na nadal istotny udział umocnienia odkształceniowego. W temperaturze 950°C mikrostruktura odkształcanego z wyższą prędkością odkształcania nadstopu Haynes 282 nadal wykazuje niejednorodność wynikającą z różnego stopnia zaawansowania procesów odnowy (rys. 39d). Obok silnie odkształconych ziaren obserwowane są drobne ziarna równoosiowe, których obecność wskazuje na rozwój rekrystalizacji dynamicznej. Proces ten obejmuje coraz większą objętość materiału, prowadząc do zmniejszenia udziału ziaren odkształconych i kształtowania mikrostruktury zrekrystalizowanej. Po odkształcaniu w temperaturze 1000°C mikrostruktura składa się głównie z drobnych, równoosiowych ziaren (rys. 39e). Udział ziaren wykazujących cechy odkształcenia jest niewielki, co wskazuje na znaczne zaawansowanie procesu odnowy odkształconej mikrostruktury stopu Haynes 282, tj. rekrystalizacji dynamicznej. W mikrostrukturze obecne są również większe wydzielenia, zlokalizowane przede wszystkim na granicach ziaren. Ich obecność może ograniczać migrację granic i tym samym wpływać na wielkość ziaren powstających podczas rekrystalizacji dynamicznej.

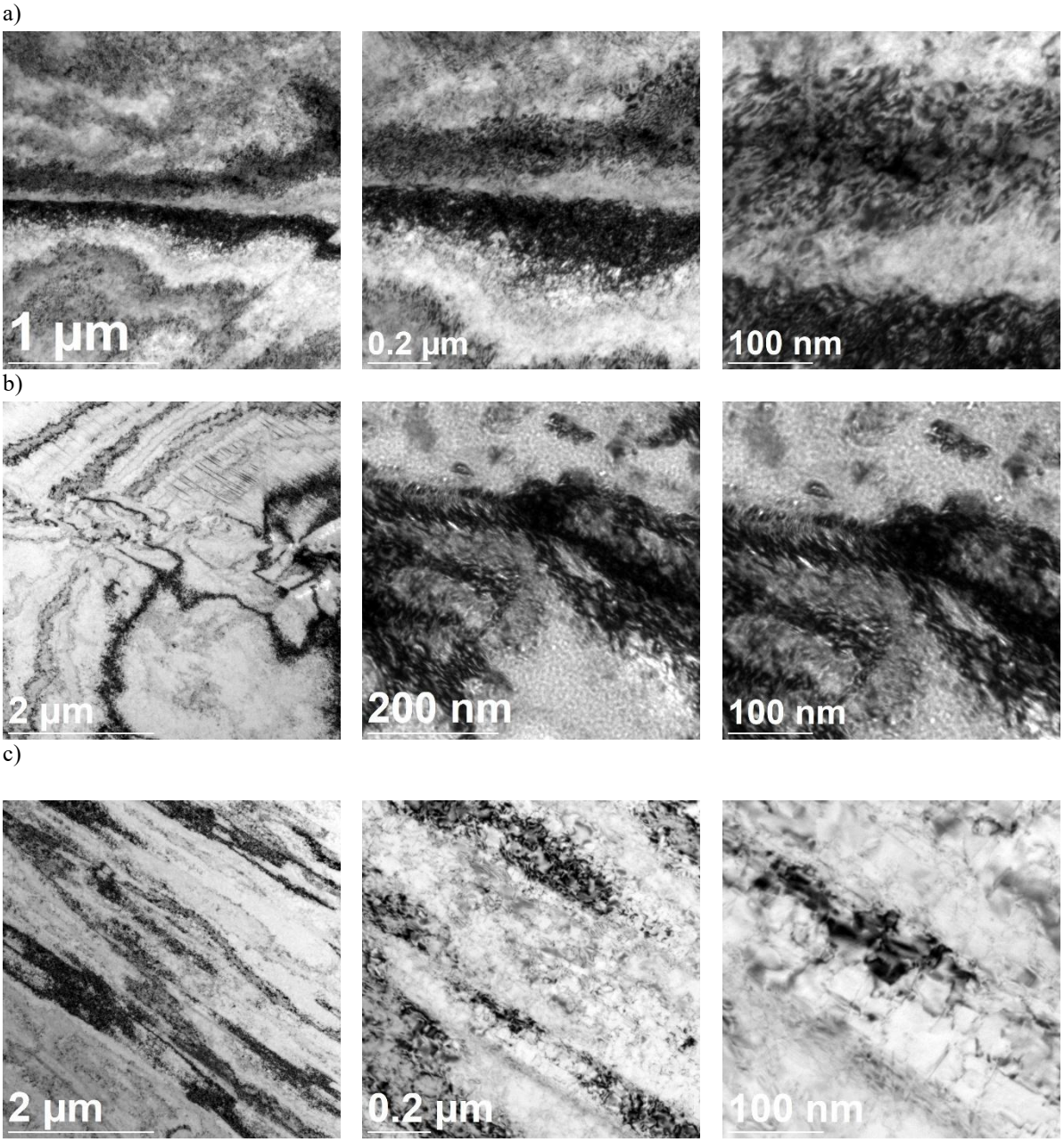
Po odkształcaniu w temperaturze 1050°C mikrostruktura składa się głównie z równoosiowych ziaren zrekrystalizowanych (rys. 39f). W porównaniu z temperaturą 1000°C ziarna są większe, a ich wielkość bardziej zróżnicowana. Świadczy to o postępującej migracji granic ziaren i rozpoczęciu ich wzrostu po rekrystalizacji dynamicznej. Na granicach ziaren występują również wydzielenia faz wtórnych, miejscami tworzące większe obszary o nieregularnej morfologii. W temperaturze 1100°C mikrostruktura zachowuje równoosiowy charakter, przy dalszym zwiększeniu średniej wielkości ziaren (rys. 39g). Jednocześnie zmniejsza się liczba ziaren o najmniejszych wymiarach, charakterystycznych dla mikrostruktury powstającej we wcześniejszym stadium rekrystalizacji dynamicznej. W mikrostrukturze dominują zatem ziarna zrekrystalizowane, których dalszy wzrost jest związany z migracją granic ziaren ułatwioną w warunkach wysokiej temperatury. Po odkształcaniu w temperaturze 1200°C mikrostruktura charakteryzuje się znacznym wzrostem wielkości ziaren oraz większym zróżnicowaniem ich wymiarów (rys. 39h). Drobne ziarna zrekrystalizowane, charakterystyczne dla niższej temperatury odkształcania, występują już w znacznie mniejszej liczbie. Na granicach ziaren widoczne są również wydzielenia faz wtórnych o zróżnicowanej morfologii. Uzyskana mikrostruktura wskazuje, że w temperaturze 1200°C, po zaawansowanej rekrystalizacji dynamicznej, intensywnie przebiega migracja granic prowadząca do rozrostu ziaren. Oznacza to, że wzrost temperatury odkształcania do 1200°C nie prowadzi już do dalszego rozdrobnienia mikrostruktury, lecz sprzyja jej wyraźnemu wzrostowi. Porównanie mikrostruktury stopu Haynes 282 uzyskanych przy prędkości odkształcenia 0,008 s^{-1} wskazuje na wyraźną zmianę mechanizmów kształtujących mikrostrukturę wraz ze wzrostem temperatury. W zakresie 700–800°C dominują cechy związane z akumulacją odkształcenia, natomiast w temperaturze 900–950°C zwiększa się udział procesów odnowy mikrostruktury i pojawiają się pierwsze wyraźne efekty rekrystalizacji dynamicznej. W zakresie 1000–1100°C rekrystalizacja dynamiczna prowadzi do powstania mikrostruktury zdominowanej przez ziarna równoosiowe, podczas gdy w temperaturze 1200°C coraz większe znaczenie ma ich wzrost. Wyniki te są zgodne ze zmianami przebiegu krzywych płynięcia oraz właściwości mechanicznych badanego nadstopu i potwierdzają istotny wpływ zarówno temperatury, jak i prędkości odkształcenia na przebieg procesów odnowy mikrostruktury Haynes 282.



Rys. 39. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze a) 700, b) 800, c) 900, d) 950, e) 1000, f) 1050, g) 1100, h) 1200 °C (SEM).

Badania mikrostruktury stopu Haynes 282 po próbie ściskania w zakresie temperatury od 700 do 1200°C z prędkością odkształcania 0,001 oraz 0,008s^{-1} z użyciem transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM.

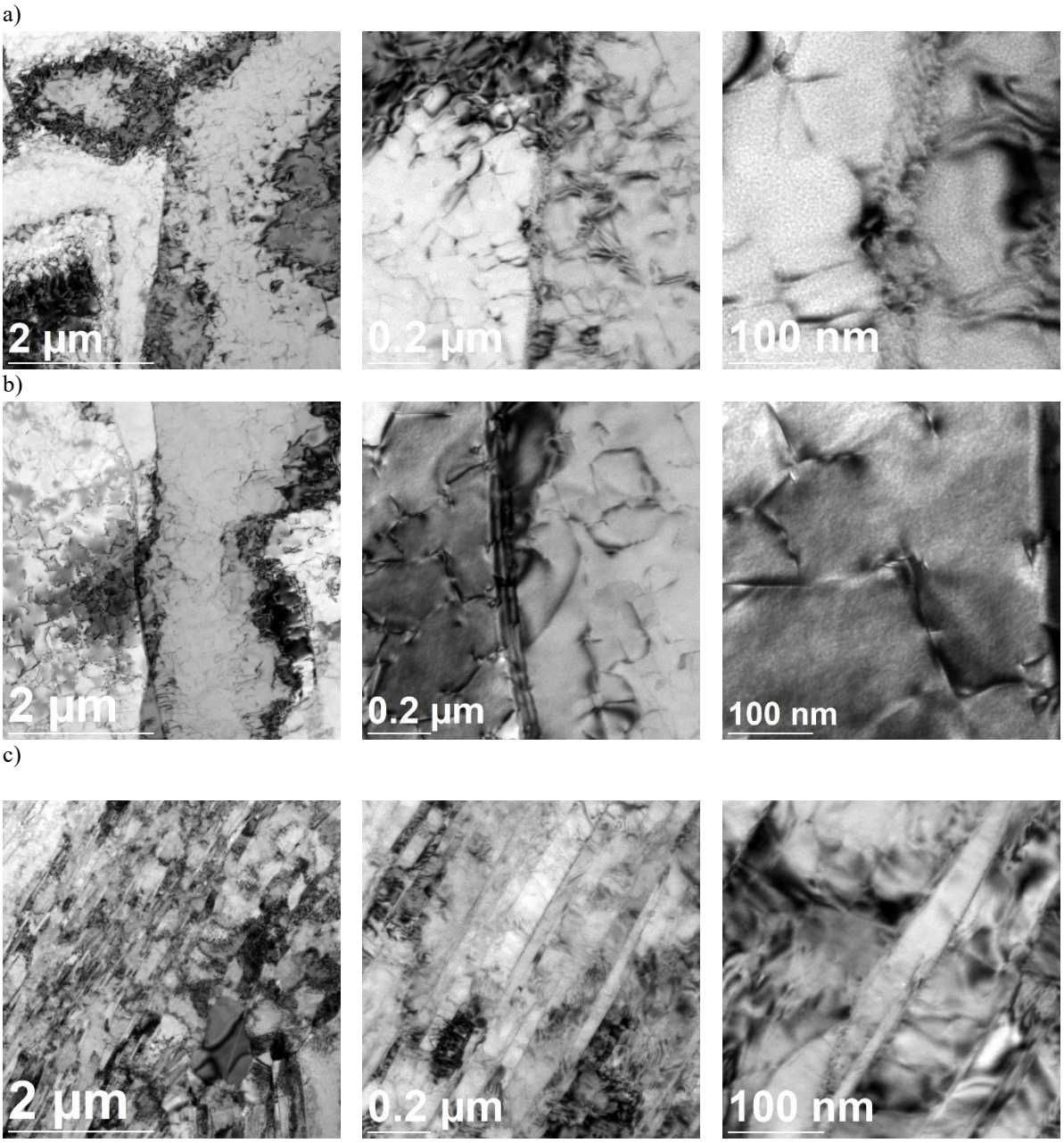
Obserwacje transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) próbek odkształcanych z prędkością 0,001 s^{-1} w temperaturze 700 oraz 900°C umożliwiły szczegółową analizę zmian podstruktury materiału, w szczególności w zakresie ewolucji układów dyslokacyjnych oraz inicjacji procesów odnowy odkształcanej mikrostruktury. W temperaturze 700°C mikrostruktura charakteryzuje się wysoką gęstością dyslokacji oraz znacznym stopniem lokalizacji odkształcenia (rys. 40). Obserwowano liczne pasma poślizgu, układy dyslokacyjne oraz obszary intensywnej akumulacji defektów sieci krystalicznej. Ciemniejsze obszary widoczne na obrazach mikrostruktury TEM odpowiadają miejscom koncentracji naprężeń wewnętrznych oraz wysokiej energii odkształcenia. Taki charakter podstruktury wskazuje, że w próbce odkształcanej w temperaturze 700°C dominującym mechanizmem kształtującym mikrostrukturę jest umocnienie odkształceniowe, natomiast proces zdrowienia dynamicznego ma ograniczony wpływ na właściwości odkształcanego nadstopu Haynes 282.



Rys. 40. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} w temperaturze 700°C – a) obszar 1, b) obszar 2, c) obszar 3 (BF-TEM).

W analizowanym obszarze nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} w temperaturze 700°C widoczne są liczne równoległe pasma poślizgu przecinające osnowę materiału oraz rozbudowane układy dyslokacyjne zorganizowane w wydłużone obszary gdzie widoczne jest silnie zlokalizowane odkształcenie. Wraz ze wzrostem powiększenia (rys. 40 b i c) widoczne pasma zbudowane są z bardzo dużej liczby wzajemnie oddziałujących dyslokacji, tworzących gęste skupiska oraz lokalne wydłużone bloki dyslokacyjne. Struktura taka jest charakterystyczna dla materiałów odkształcanych w warunkach ograniczonej aktywności procesów zdrowienia dynamicznego, gdy generowane podczas odkształcania dyslokacje nie ulegają skutecznej anihilacji. Widoczne na obrazach TEM wydłużone strefy o podwyższonym kontraście odpowiadają obszarom intensywnej koncentracji defektów sieci krystalicznej oraz wysokiej energii odkształcenia zgromadzonej w materiale. Jednocześnie nie obserwuje się jeszcze wyraźnie wykształconych podziaren ani nowych zrekrystalizowanych ziaren, co wskazuje, że w temperaturze 700°C proces dynamicznej rekrystalizacji nie został jeszcze aktywowany. Mikrostruktura pozostaje zdominowana przez mechanizmy umocnienia odkształceniowego związane z ciągłą akumulacją dyslokacji i wzrostem ich wzajemnych oddziaływań. Uzyskane obserwacje pozostają w zgodności z wynikami prób ściskania, dla których w temperaturze 700°C odnotowano najwyższe wartości naprężenia uplastyczniającego oraz maksymalnego, a także z wysokimi wartościami energii aktywacji procesu odkształcenia. Świadczy to o tym, że w tym zakresie temperatury odkształcenie materiału przebiega głównie poprzez ruch i akumulację dyslokacji, natomiast procesy odpowiedzialne za obniżenie energii odkształcenia mikrostruktury pozostają jeszcze mało efektywne.

W temperaturze 900°C (prędkość odkształcenia 0,001 s^{-1}) obserwuje się wyraźną zmianę charakteru mikrostruktury odkształconego nadstopu (rys. 41). Gęstość dyslokacji ulega obniżeniu, a ich układ w obszarze obserwacji jest bardziej uporządkowany. Widoczne są granice podziaren oraz obszary o niższym stopniu odkształcenia, co wskazuje na intensyfikację procesów zdrowienia dynamicznego (rys. 41). Obserwowane są również lokalnie obszary mogące odpowiadać początkowym etapom dynamicznej rekrystalizacji, szczególnie w strefach koncentracji naprężeń, w formie zlokalizowanego odkształcenia. Wyniki obserwacji TEM potwierdzają, że wzrost temperatury odkształcania prowadzi do stopniowego przejścia od mikrostruktury zdominowanej przez akumulację defektów sieci krystalicznej do mikrostruktury, w której coraz większy udział mają procesy prowadzące do obniżenia energii odkształcenia i stabilizacji mikrostruktury materiału.



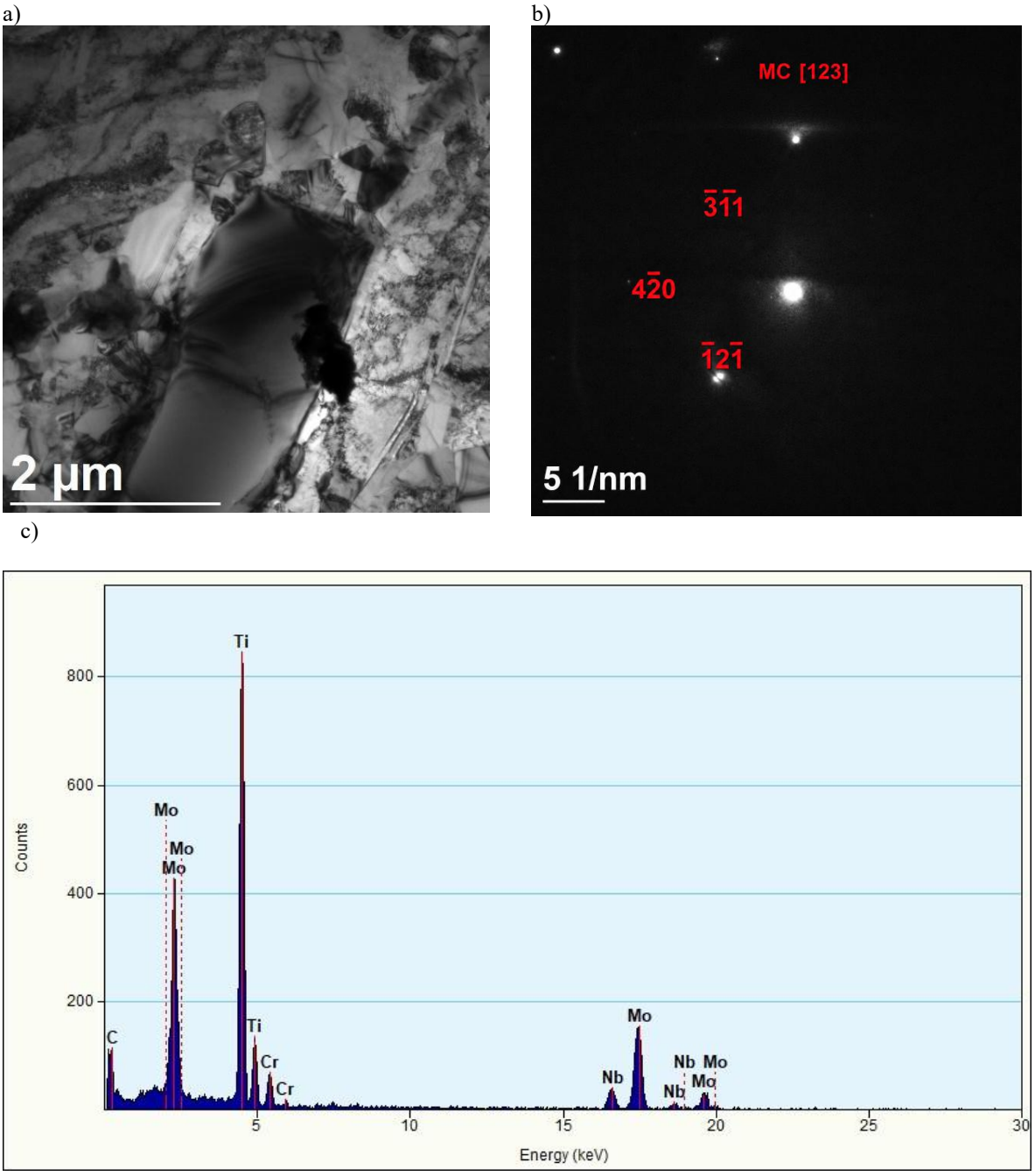
Rys. 41. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} w temperaturze 900°C – a) obszar 1, b) obszar 2, c) obszar 3 (BF-TEM).

W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu w temperaturze 900°C z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} widoczne są obszary charakteryzujące się dobrze rozwiniętą strukturą podziarnową (rys. 41). Obserwuje się liczne granice niskokątowe powstałe w wyniku reorganizacji dyslokacji oraz tworzenia stabilniejszych konfiguracji defektów sieci krystalicznej. W porównaniu do mikrostruktury obserwowanej dla temperatury 700°C znacznemu ograniczeniu uległa liczba statystycznie rozmieszczonych dyslokacji, a ich układ przyjmuje formę bardziej uporządkowanych struktur komórkowych i podziarnowych.

Świadczy to o zaawansowanym przebiegu procesów zdrowienia dynamicznego prowadzących do stopniowego obniżania energii zgromadzonej w materiale.

Jeszcze bardziej zaawansowany etap przebudowy mikrostruktury widoczny jest na rys. 41 c. W analizowanym obszarze obserwuje się wyraźnie wydzielone strefy o odmiennej orientacji krystalograficznej rozdzielone granicami podziaren oraz lokalne obszary praktycznie pozbawione gęstych skupisk dyslokacji. Jednocześnie w sąsiedztwie tych obszarów nadal występują fragmenty mikrostruktury zawierające podwyższoną koncentrację defektów, co wskazuje na niejednorodny przebieg procesów odnowy. Taki obraz mikrostruktury jest charakterystyczny dla stadium przejściowego pomiędzy zdrowieniem dynamicznym a dynamiczną rekrystalizacją, w którym część materiału uległa już znacznemu uporządkowaniu, podczas gdy w innych obszarach nadal zachowane są ślady wcześniejszego odkształcenia plastycznego. Wyniki obserwacji TEM potwierdzają, że wzrost temperatury odkształcania do 900°C prowadzi do stopniowego przejścia od mikrostruktury zdominowanej przez akumulację dyslokacji do struktury kontrolowanej przez procesy zdrowienia dynamicznego i inicjacji rekrystalizacji dynamicznej. Proces ten skutkuje obniżeniem energii odkształcenia materiału, co pozostaje w zgodności z obserwowanym spadkiem naprężeń płynięcia oraz energii aktywacji wyznaczonej na podstawie prób ściskania.

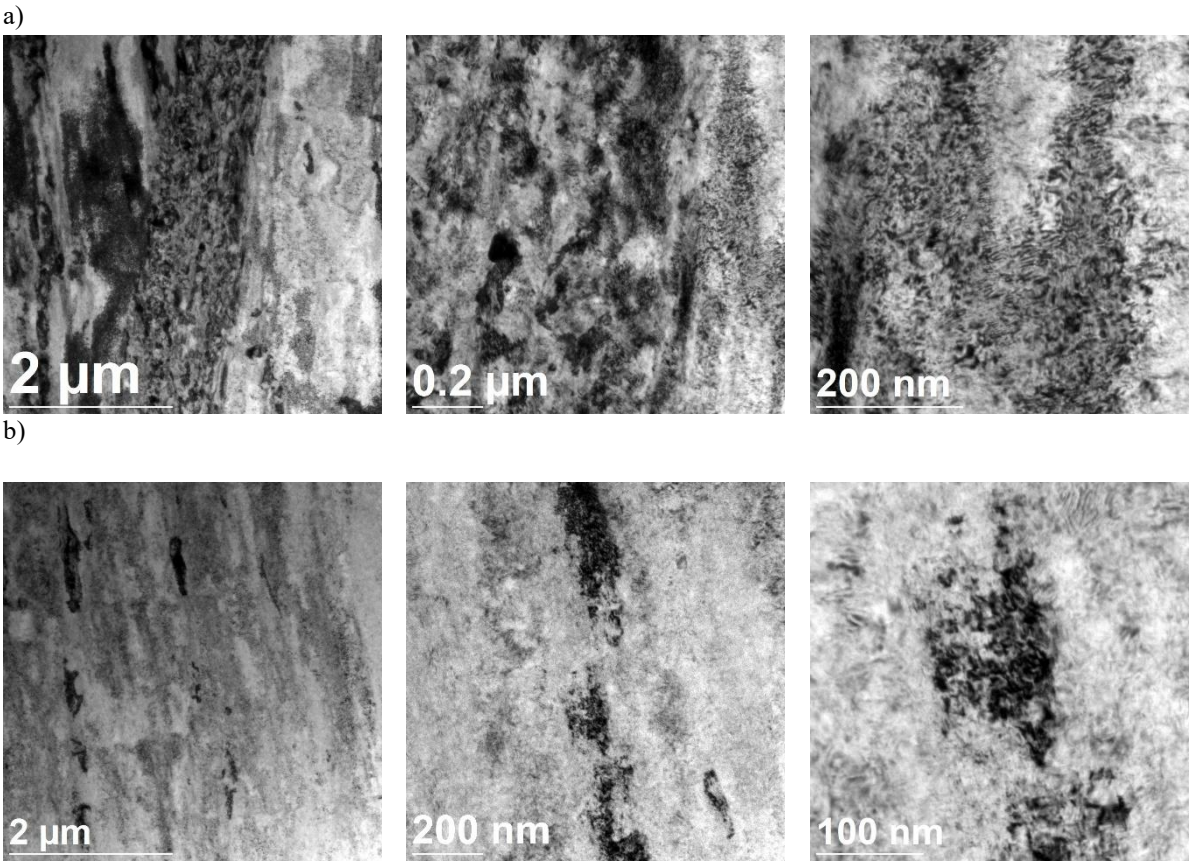
W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po odkształceniu w temperaturze 900°C z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1} (rys. 42 a) widoczne są wydzielenia o regularnej, wydłużonej geometrii występujące w osnowie stopu. Przeprowadzona analiza dyfrakcyjna SAED wykazała, że badane wydzielenie posiada strukturę charakterystyczną dla pierwotnych węglików typu MC (rys. 42 b). Dodatkowo analiza składu chemicznego metodą STEM-EDS potwierdziła wzbogacenie wydzielenia przede wszystkim w tytan, molibden oraz węgiel, przy jednoczesnej obecności chromu i niobu. Uzyskane wyniki wskazują, że obserwowana faza odpowiada pierwotnym węglikom typu (Ti, Mo, Nb)C, typowo występującym w mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 (rys. 42 c). W bezpośrednim sąsiedztwie wydzielenia obserwowane są lokalne zaburzenia układu dyslokacyjnego oraz zmiany kontrastu dyfrakcyjnego świadczące o oddziaływaniu cząstki z przemieszczającymi się dyslokacjami. Węgliki MC stanowią skuteczne bariery dla ruchu dyslokacji oraz migracji granic ziaren, wpływając na stabilizację mikrostruktury podczas odkształcania w podwyższonej temperaturze. Obecność tych wydzieleń może przyczyniać się do zwiększenia odporności materiału na pełzanie oraz ograniczania rozrostu ziaren w trakcie procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej.



Rys. 42. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształceniu w temperaturze 900°C z prędkością odkształcenia 0,001 s^{-1}: a) obraz BF-TEM przedstawiający wydzielenie, b) obraz dyfrakcyjny SAED wykonany z obszaru wydzielenia, c) widmo EDS zarejestrowane dla analizowanego wydzielenia.

Dla próbek odkształcanych z wyższą prędkością odkształcenia 0,008s^{-1} w temperaturze 700°C obserwacje TEM wskazują na znacznie wyższy stopień lokalizacji odkształcenia w porównaniu do próbek odkształcanych z prędkością 0,001 s^{-1} (rys. 43). Krótszy czas oddziaływania temperatury oraz większa intensywność odkształcenia ograniczają możliwość aktywacji procesów odnowy mikrostruktury, co prowadzi do dalszej akumulacji defektów sieci krystalicznej. W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością

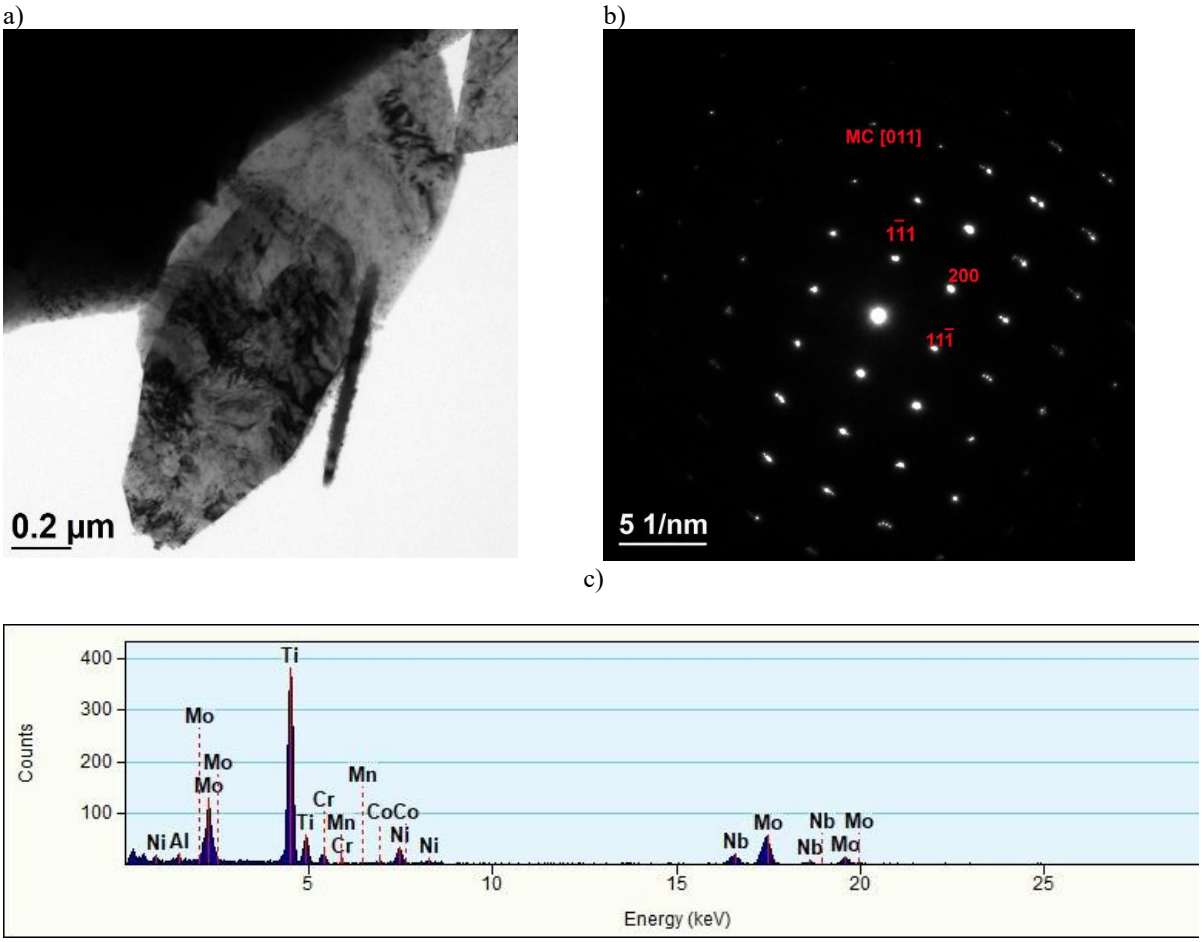
odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 700°C widoczne są silnie wydłużone pasma odkształcenia o równoległym przebiegu, odpowiadające obszarom intensywnego odkształcania stopu poprzez poślizg. Mikrostruktura charakteryzuje się znaczną niejednorodnością, a lokalna koncentracja odkształcenia wskazuje na dominację mechanizmów umocnienia odkształceniowego. W analizowanym obszarze nie obserwuje się wyraźnych cech świadczących o efektywnej odnowie odkształcanej podstruktury.



Rys. 43. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 700°C – a) obszar 1, b) obszar 2 (BF-TEM).

Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po ściskaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 700°C wykazuje silnie odkształcone obszary, w których dochodzi do koncentracji defektów w postaci gęstych pasm poślizgu oraz lokalnych obszarów o bardzo wysokiej gęstości dyslokacji (rys. 43). Taki obraz mikrostruktury wskazuje na dalszy wzrost energii odkształcenia magazynowanej w materiale oraz rozwój lokalnych obszarów charakteryzujących się niestabilnością mikrostrukturalną. Obserwowane w mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 wydzielenia wtórne o regularnej, blokowej morfologii, zidentyfikowano jako węgliki (rys. 44). Cząstki te stanowią dodatkowe bariery dla ruchu dyslokacji, intensyfikując lokalne umocnienie materiału oraz sprzyjając koncentracji naprężeń w ich

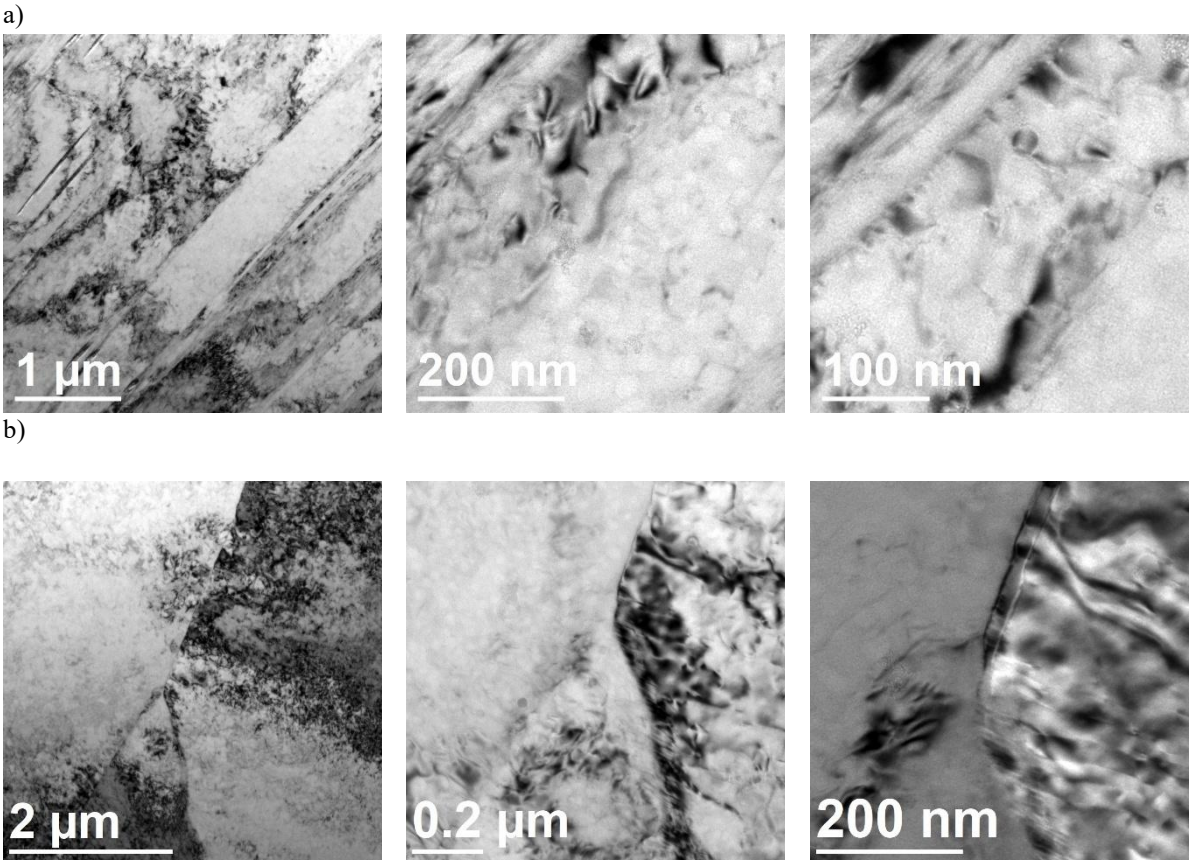
bezpośrednim otoczeniu. W celu identyfikacji fazowej przeprowadzono analizę dyfrakcyjną SAED oraz lokalną analizę składu chemicznego metodą EDS. Uzyskany obraz dyfrakcyjny (rys. 44 b) został zindeksowany jako struktura węglika typu MC obserwowana w osi [011]. Jednocześnie analiza EDS (rys. 44 c) wykazała wyraźne wzbogacenie analizowanego wydzielenia w tytan oraz molibden przy jednoczesnej obecności niobu, chromu i węgla. Wyniki te wskazują, że obserwowane wydzielenie odpowiada pierwotnemu węglikowi typu MC o składzie zbliżonym do (Ti,Mo,Nb)C, typowo występującemu w nadstopie Haynes 282. Obserwowany kontrast dyfrakcyjny wskazuje na lokalne oddziaływanie wydzielenia z przemieszczającymi się dyslokacjami, co potwierdza jego rolę jako skutecznej bariery ograniczającej ruch defektów sieci krystalicznej. Węgliki typu MC mogą również ograniczać migrację granic ziaren oraz granic podziaren, wpływając na stabilność mikrostruktury podczas odkształcania w podwyższonej temperaturze. Obecność tego typu wydzieleń w materiale odkształcanym w temperaturze 700°C wskazuje, że pomimo intensywnego odkształcenia plastycznego zachowują one wysoką stabilność termodynamiczną i nadal uczestniczą w mechanizmach umacniania stopu. Może to częściowo tłumaczyć wysokie wartości naprężenia uplastyczniającego, wysoką energię aktywacji procesu odkształcenia oraz ograniczoną efektywność procesów zdrowienia dynamicznego obserwowanych dla tej temperatury.



Rys. 44. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 700°C: a) obraz wydzielenia BF-TEM, b) obraz dyfrakcyjny SAED wykonany z obszaru wydzielenia, c) widmo EDS zarejestrowane dla analizowanego wydzielenia.

Uzyskane wyniki potwierdzają, że przy prędkości odkształcenia 0,008 s^{-1} i temperaturze 700°C dominującym mechanizmem pozostaje kumulacja defektów sieci krystalicznej oraz silna lokalizacja odkształcenia, natomiast procesy zdrowienia i dynamicznej rekrystalizacji pozostają ograniczone. Jest to zgodne z wcześniej obserwowanymi najwyższymi wartościami naprężeń płynięcia oraz wysoką twardością materiału próbek odkształconych w temperaturze 700°C z prędkością 0,008 s^{-1}. Dla próbek odkształcanych z prędkością 0,008 s^{-1} w temperaturze 900°C obserwacje TEM wskazują na ewolucję mechanizmów odkształcenia w porównaniu do mikrostruktury próbek odkształconych w temperaturze 700°C, jednak mikrostruktura nadal zachowuje cechy silnego wpływu procesu odkształcania w formie zlokalizowanego odkształcenia wynikającego z wysokiej prędkości procesu (rys. 45). W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością 0,008 s^{-1} w temperaturze 900°C widoczne są pasma odkształcenia oraz obszary o silnie niejednorodnej podstrukturze, charakteryzujące się wysoką koncentracją dyslokacji. Obserwowane lokalne zaburzenia

kontrastu wskazują na intensywne nagromadzenie defektów sieci krystalicznej oraz rozwój obszarów o dużej energii odkształcenia (rys. 45 b). W porównaniu do próbek odkształcanych w temperaturze 700°C można jednak zauważyć lokalne obszary częściowego uporządkowania podstruktury, co wskazuje na rozpoczęcie procesów odnowy odkształconej mikrostruktury poprzez zdrowienie dynamiczne. W analizowanym obszarze próbki odkształcanej w temperaturze 900°C z wyższą prędkością odkształcenia widoczne są liczne pasma poślizgu oraz wydłużone strefy lokalizacji odkształcenia, w obrębie których obserwuje się podwyższoną koncentrację dyslokacji. W większych powiększeniach widoczne są fragmenty podstruktury podziarnowej oraz lokalna reorganizacja dyslokacji prowadząca do kształtowania ścian dyslokacyjnych (rys. 45 b). Obserwacje te wskazują, że materiał znajduje się w zaawansowanym stadium zdrowienia dynamicznego, poprzedzającym rozwój pełnej rekrystalizacji dynamicznej.



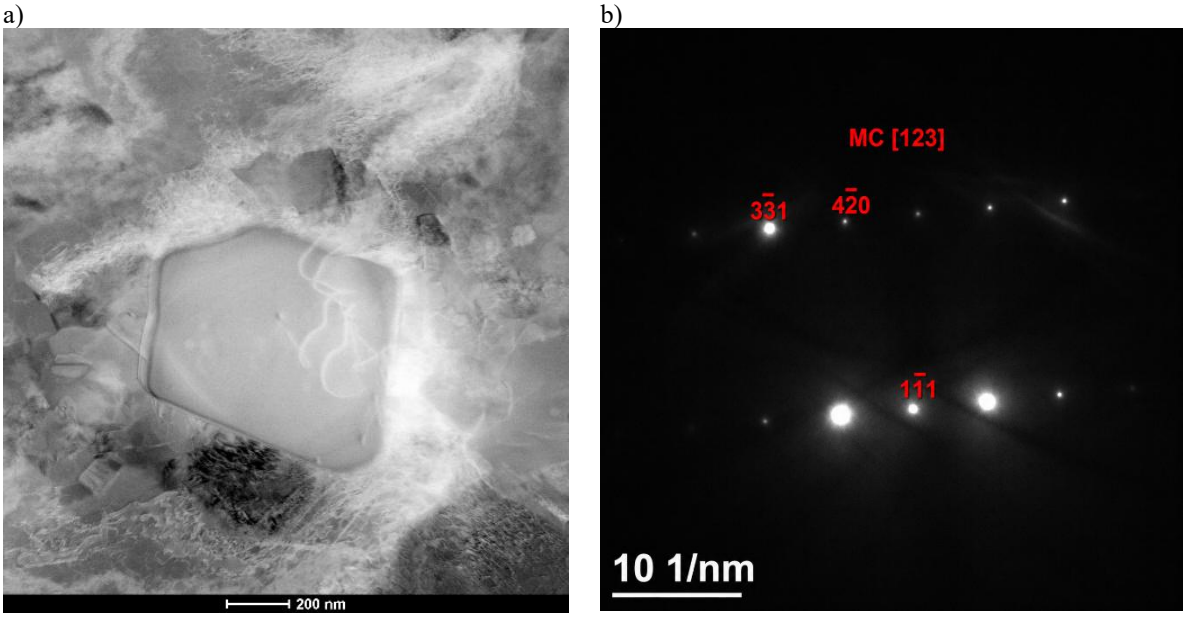
Rys. 45. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 900°C – a) obszar 1, b) obszar 2 (BF-TEM).

W mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 po próbie ściskania z prędkością 0,008 s^{-1} w temperaturze 900°C widoczne są wyraźne granice podziaren oddzielające obszary o zróżnicowanej orientacji krystalograficznej oraz odmiennej gęstości dyslokacji (rys. 45).

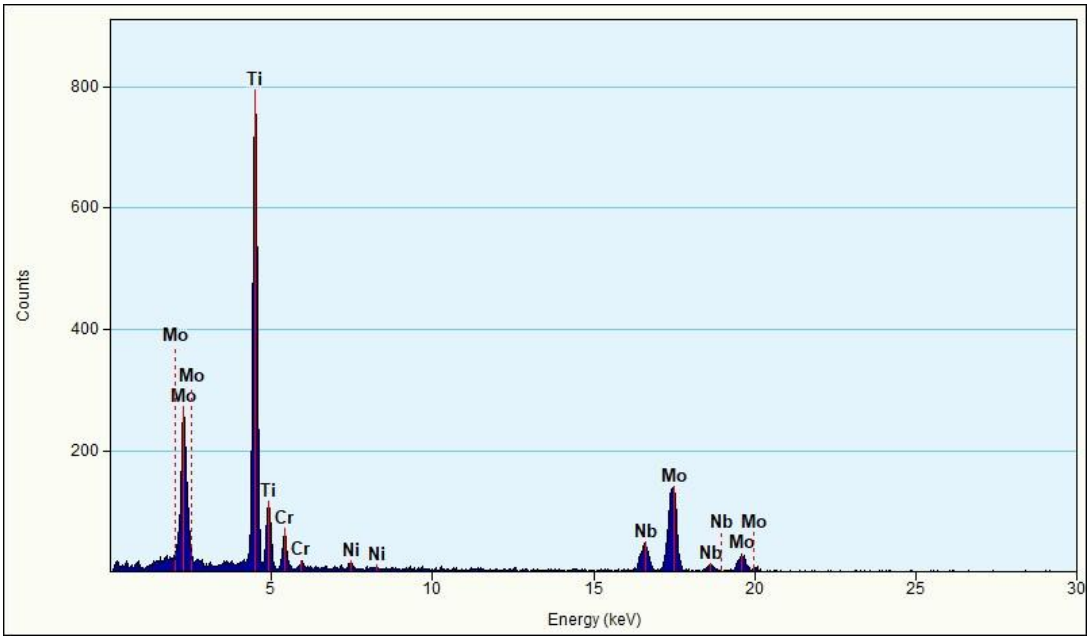
W sąsiedztwie granic obserwuje się lokalne nagromadzenie dyslokacji, natomiast wnętrza części obszarów charakteryzują się znacznie niższą koncentracją defektów. Taki obraz mikrostruktury wskazuje na postępującą anihilację dyslokacji oraz tworzenie stabilniejszych konfiguracji strukturalnych prowadzących do obniżenia energii zgromadzonej w materiale. Lokalnie drobne obszary praktycznie pozbawione gęstych skupisk dyslokacji mogą odpowiadać początkom tworzenia nowych, zrekrystalizowanych ziaren.

Widoczne w analizowanych obszarach większe cząstki węglików typu mogą dodatkowo wpływać na lokalną koncentrację naprężeń oraz ograniczać ruch dyslokacji, co sprzyja niejednorodnemu charakterowi odkształcania (rys. 46 a). Analiza dyfrakcyjna SAED wykonana z obszaru wydzielenia (rys. 46 b) wykazała obecność wyraźnych refleksów charakterystycznych dla fazy o wysokim stopniu uporządkowania struktury krystalicznej. Obraz dyfrakcyjny uzyskano dla osi [123], a zidentyfikowane refleksy odpowiadają płaszczyznom krystalograficznym oznaczonym jako (111), (331) oraz (420). Brak rozmycia refleksów oraz brak pierścieni dyfrakcyjnych wskazuje, że analizowane wydzielenie charakteryzuje się wysokim stopniem uporządkowania struktury krystalicznej. Wyniki dyfrakcji elektronowej, w połączeniu z analizą STEM-EDS (rys. 46 c), potwierdzają obecność wydzielenia bogatego w Ti, Mo i Cr, które najprawdopodobniej stanowi fazę węglikową stabilną w warunkach odkształcania wysokotemperaturowego. Obecność tych pierwiastków wskazuje, że obserwowane wydzielenie stanowi wtórną fazę węglikową powstałą podczas wcześniejszych etapów obróbki cieplnej lub w trakcie odkształcania wysokotemperaturowego. W bezpośrednim sąsiedztwie cząstki obserwuje się lokalne zaburzenia przebiegu pasm poślizgu oraz zwiększoną koncentrację defektów sieci krystalicznej, co potwierdza jej udział w mechanizmie umacniania materiału poprzez blokowanie ruchu dyslokacji. Wydzielenia tego typu mogą również pełnić rolę lokalnych punktów kotwiczenia granic podziaren i granic rekrystalizowanych ziaren, wpływając na kinetykę procesów zdrowienia i dynamicznej rekrystalizacji zachodzących podczas odkształcania stopu Haynes 282.

a) b)



c)



Rys. 46. Mikrostruktura nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu z prędkością odkształcenia 0,008 s^{-1} w temperaturze 900°C: a) obraz BF-TEM przedstawiający wydzielenie, b) obraz dyfrakcyjny SAED wykonany z obszaru wydzielenia, c) widmo EDS zarejestrowane dla analizowanego wydzielenia.

Uzyskane wyniki wskazują, że dla temperatury 900°C oraz prędkości odkształcenia 0,008 s^{-1} materiał charakteryzuje się mikrostrukturą, która wykazuje efekty odnowy odkształcanej podstruktury poprzez procesy zdrowienia dynamicznego, jednak wysoka prędkość odkształcenia nadal ogranicza pełny rozwój rekrystalizacji dynamicznej. Jest to zgodne z wcześniejszymi obserwacjami mikrostruktury w skali LM/SEM, gdzie dla tych parametrów widoczne były pierwsze oznaki odnowy mikrostruktury przy jednoczesnym zachowaniu śladów intensywnego odkształcenia.

7. WNIOSKI

1. Odlewanie precyzyjne umożliwiło wytworzenie z nadstopu Haynes 282 odlewów o prawidłowej geometrii, które mogły stanowić materiał wyjściowy do dalszej obróbki cieplnej i odkształcania plastycznego na gorąco. Stwierdzona lokalnie mikroporowatość i nieciągłości materiału wskazują jednak na konieczność dalszego doboru parametrów procesu odlewania w celu ograniczenia ich występowania. Jest to szczególnie istotne w przypadku materiału przeznaczonego do późniejszej przeróbki plastycznej, ponieważ tego rodzaju nieciągłości mogą sprzyjać lokalizacji odkształcenia i inicjacji pęknięć.
2. Analiza cieplna DTA pozwoliła wyznaczyć charakterystyczne zakresy temperatury przemian zachodzących w nadstopie Haynes 282 podczas nagrzewania. Zarejestrowane efekty cieplne rozpatrywane łącznie z wynikami badań mikrostrukturalnych i fazowych, wykorzystano do doboru parametrów obróbki cieplnej oraz zakresu temperatury odkształcania plastycznego na gorąco.
3. Przesycanie spowodowało zmiany mikrostruktury nadstopu Haynes 282 związane z częściowym rozpuszczeniem składników fazowych obecnych w stanie po odlaniu, czemu towarzyszył spadek średniej twardości z ok. 330 HV (35 HRC) do ok. 259 HV (24 HRC). Uzyskany po przesycaniu stan mikrostruktury przyjęto jako stan wyjściowy do badań wpływu temperatury i prędkości odkształcenia na przebieg odkształcania plastycznego na gorąco.
4. W zakresie temperatury 700–800°C nadstop Haynes 282 charakteryzował się największym oporem odkształcania. Wartość naprężenia maksymalnego wynosiła ok. 1000 MPa przy prędkości odkształcenia 0,001 s^{-1}, natomiast przy 0,008 s^{-1} przekraczała 1100 MPa. Obserwowana mikrostruktura charakteryzowała się silnie odkształconymi ziarnami, lokalnymi obszarami o dużej gęstości dyslokacji i pasmami poślizgu oraz obecnością mikropęknięć. Ograniczony przebieg procesów odnowy mikrostruktury w tym zakresie temperatury wskazuje na dominujący udział umocnienia odkształceniowego. Zjawisko to było szczególnie wyraźne przy większej prędkości odkształcenia, dla której krótszy czas dostępny na przebieg cieplnie aktywowanych procesów reorganizacji i anihilacji dyslokacji sprzyjał lokalizacji odkształcenia i inicjacji pęknięć.
5. Zakres temperatury 850–1000°C sprzyjał rozwojowi rekrystalizacji dynamicznej nadstopu Haynes 282. Jej inicjację obserwowano już w temperaturze 850°C, głównie w obszarach granic pierwotnych ziaren, natomiast wzrost temperatury do 950–1000°C

prowadził do zwiększenia udziału zrekrystalizowanych obszarów w mikrostrukturze. Obserwacje SEM i TEM wykazały powstawanie nowych, równoosiowych ziaren, reorganizację struktury dyslokacyjnej oraz występowanie obszarów o mniejszej gęstości dyslokacji. Zakres ten zapewniał korzystne warunki do przebiegu procesów odnowy mikrostruktury przy jednoczesnym zachowaniu wysokich właściwości mechanicznych materiału.

6. Wzrost temperatury odkształcania powyżej 1050°C prowadził do zaawansowanej rekrystalizacji dynamicznej oraz wzrostu wielkości ziaren nadstopu Haynes 282. W zakresie 1050–1200°C obserwowano stopniowe zmniejszenie gęstości dyslokacji i zanik podstruktury charakterystycznej dla materiału odkształconego, przy jednoczesnym zwiększaniu wielkości zrekrystalizowanych ziaren. W temperaturze 1200°C intensywna migracja granic prowadziła do powstania gruboziarnistej i niejednorodnej mikrostruktury. Towarzyszący tym zmianom spadek twardości do ok. 206 HV wskazuje na zmniejszenie umocnienia materiału w wyniku zaawansowanego przebiegu procesów odnowy mikrostruktury.
7. Wyznaczone wartości energii aktywacji procesu odkształcania wykazywały wyraźną zależność od temperatury. Największe wartości, wynoszące ok. 700–800 kJ/mol, uzyskano w zakresie 700–800°C, odpowiadającym największemu oporowi odkształcania i ograniczonemu przebiegowi procesów odnowy mikrostruktury. Wraz ze wzrostem temperatury wartości energii aktywacji zmniejszały się, osiągając powyżej 950°C poziom ok. 260–350 kJ/mol. Zmiana ta była zbieżna z obserwowanym rozwojem zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej, wskazując na zmianę udziału mechanizmów kontrolujących odkształcanie plastyczne nadstopu Haynes 282.
8. Twardość nadstopu Haynes 282 po odkształcaniu plastycznym zmniejszała się wraz ze wzrostem temperatury procesu. Największe wartości, około 440–460 HV, uzyskano po odkształcaniu w zakresie 700–800°C, w którym obserwowano dużą gęstość dyslokacji i dominujący udział umocnienia odkształceniowego. Wzrost temperatury prowadził do stopniowego obniżenia twardości, czemu towarzyszył rozwój procesów odnowy mikrostruktury, a w najwyższej temperaturze również wzrost wielkości ziaren. Zależność ta była zgodna ze zmianami mikrostruktury obserwowanymi metodami LM, SEM i TEM.
9. Badania SEM i TEM wykazały obecność w mikrostrukturze nadstopu Haynes 282 wydzieleń o zróżnicowanej wielkości i morfologii. Analiza dyfrakcyjna SAED w połączeniu z wynikami EDS umożliwiła identyfikację części obserwowanych cząstek

jako węglików typu MC, wzbogaconych przede wszystkim w Ti, Mo i Nb. Ich obecność w sąsiedztwie granic oraz w obszarach o zwiększonej gęstości dyslokacji wskazuje, że mogą one wpływać na ruch dyslokacji i migrację granic, a tym samym uczestniczyć w kształtowaniu mikrostruktury podczas odkształcania plastycznego na gorąco.

10. Obserwacje TEM wykazały zmianę struktury dyslokacyjnej nadstopu Haynes 282 wraz ze wzrostem temperatury odkształcania. W zakresie 700–800°C dominowały obszary o dużej gęstości dyslokacji oraz pasma poślizgu, charakterystyczne dla intensywnego umocnienia odkształceniowego. W temperaturze 900°C obserwowano postępującą reorganizację dyslokacji i tworzenie podstruktury podziarnowej, wskazujące na rozwój zdrowienia dynamicznego. Dalszy wzrost temperatury sprzyjał powstawaniu nowych ziaren o mniejszej gęstości dyslokacji, co potwierdza zwiększający się udział rekrystalizacji dynamicznej w procesie odnowy mikrostruktury.
11. Obserwacje TEM wykazały lokalne nagromadzenie dyslokacji w sąsiedztwie części wydzieleń, wskazujące na ich oddziaływanie ze strukturą dyslokacyjną i ograniczanie ruchu dyslokacji podczas odkształcania. Analiza obrazów dyfrakcyjnych SAED w połączeniu z wynikami EDS umożliwiła identyfikację analizowanych wydzieleń jako węglików typu MC, bogatych głównie w Ti, Mo i Nb. Obecność tych wydzieleń oraz ich oddziaływanie z dyslokacjami i granicami ziaren mogą wpływać na opór odkształcania oraz przebieg procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej nadstopu Haynes 282.
12. Na podstawie zależności pomiędzy przebiegiem krzywych płynięcia, właściwościami mechanicznymi i zmianami mikrostruktury zakres temperatury 900–1000°C można wskazać jako korzystny dla odkształcania plastycznego badanego nadstopu Haynes 282, gdzie obserwowano rozwój procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej, zmniejszenie oporu odkształcania oraz powstawanie nowych ziaren. Wyniki wskazują jednocześnie, że przebieg tych procesów jest zależny od prędkości odkształcenia, która wraz z temperaturą powinna być uwzględniana przy doborze warunków przeróbki plastycznej na gorąco.
13. Przeprowadzone badania wykazały możliwość kształtowania mikrostruktury i właściwości odlanego nadstopu Haynes 282 poprzez połączenie odlewania precyzyjnego, obróbki cieplnej i odkształcania plastycznego na gorąco. Uzyskane wyniki wskazują, że taka sekwencja procesów może stanowić podstawę do opracowania technologii wytwarzania półwyrobów o mikrostrukturze modyfikowanej w wyniku procesów zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej. Dalsze badania powinny

obejmować dobór parametrów odlewania i obróbki cieplnej, rozszerzenie zakresu prędkości odkształcenia w kierunku warunków stosowanych w procesach przemysłowych oraz ocenę stabilności mikrostruktury i właściwości materiału podczas długotrwałej ekspozycji w podwyższonej temperaturze.

8. LITERATURA

[1] Tuzcu H., Sohret Y., Caliskan H.: Energy, environment and enviroeconomic analyses and assessments of the turbofan engine used in aviation industry. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 40 (2021) 3, e13547.

[2] Wang W., Zuo Z., Liu J.: Miniaturization limitations of rotary internal combustion engines. *Energy Conversion and Management*, 112 (2016), 101–114.

[3] Airbus: Getting to grips with Fuel Economy. Airbus, Toulouse, France.

[4] Wang Z., Xue D., Wu L., Yan R.: A reliable predict-then-optimize approach for minimizing aircraft fuel consumption. *Transportation Research Part D: Transport and Environment*, 142 (2025), 104693.

[5] Huang F., Zhang T., Zhou D.: CO_2 emission change in China's aviation industry: A fleet-wide index decomposition and scenario analysis. *Transportation Research Part D: Transport and Environment*, 119 (2023), 103743.

[6] Nowacki M., Olejniczak D.: Analysis of Boeing 737 MAX 8 Flight, in Terms of the Exhaust Emission for the Selected Flight. *Transportation Research Procedia*, 35 (2018), 158–165.

[7] Felice I.O., Marçal P.R., Shen J., Pizano L.F.L., Xiong W., Schell N., Santos T.G., Oliveira J.P.: Process development and application of hot forging arc-based additive manufacturing on Haynes® 282 for microstructural and mechanical improvements. *Journal of Alloys and Compounds*, 1021 (2025), 179643.

[8] Haynes International: HAYNES® 282® alloy. Haynes International, Kokomo, Indiana, USA 2019.

[9] Yang Y., Thomson R.C., Leese R.M., Roberts S.: Microstructural Evolution in Cast Haynes 282 for Application in Advanced Power Plants. W: Gandy D., Shingledecker J. (eds.): *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants: Proceedings of the Seventh International Conference*, Waikoloa, Hawaii, USA 2013, 143–154.

[10] Polkowska A., Polkowski W., Warmuzek M., Cieśla N., Włoch G., Zasada D., Purgert R.M.: Microstructure and Hardness Evolution in Haynes 282 Nickel-Based Superalloy During Multi-variant Aging Heat Treatment. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28 (2019) 7, 3844–3851.

[11] Shin K.-Y., Kim J.-H., Terner M., Kong B.-O., Hong H.-U.: Effects of heat treatment on the microstructure evolution and the high-temperature tensile properties of Haynes 282 superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 751 (2019), 311–322.

[12] Mukherjee S., Babu S.S., Choudhury A., Gwalani B., Klement U., Kottada R.S.: Temporal evolution of γ′ precipitate in HAYNES 282 during ageing – growth and coarsening kinetics, solute partitioning and lattice misfit. *Materialia*, 26 (2022), 101633.

[13] Zhang P., Yuan Y., Yin H., Gu Y., Zhang Z., Li X., et al.: Tensile Properties and Deformation Mechanisms of Haynes 282 at Various Temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 (2018) 5, 1571–1578.

[14] Alexandratou A., Deligiannis S., Liolios D., Tsakiridis P.: TEM Study of Precipitation Sequences in Haynes 282 Ni Superalloy. *Microscopy and Microanalysis*, 24 (2018) S1, 2200–2201.

[15] Kopec M., Mierzejewska I., Gorniewicz D., Sitek R., Jóźwiak S.: High-temperature oxidation behaviour of additively manufactured and wrought HAYNES 282. *Journal of Materials Science*, 59 (2024) 37, 17647–17665.

[16] Dubiel B.: *Nadstopy niklu wytwarzane w przyrostowym procesie selektywnego spajania warstw proszku wiązką lasera*. Wydawnictwo AGH, Kraków 2023.

[17] Boswell J., Jones J., Barnard N., Clark D., Whittaker M., Lancaster R.: The effects of energy density and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of laser additive manufactured Haynes 282. *Materials & Design*, 205 (2021), 109725.

[18] Kopec M., Liu X., Kukla D., Sitek R., Kowalewski Z.L.: Effect of printing direction on fatigue response and damage development in additive manufactured Haynes 282 nickel superalloy. *International Journal of Damage Mechanics*, 34 (2025) 5, 756–770.

[19] Deshpande A., Deb Nath S., Atre S., Hsu K.: Effect of Post Processing Heat Treatment Routes on Microstructure and Mechanical Property Evolution of Haynes 282 Ni-Based Superalloy Fabricated with Selective Laser Melting (SLM). *Metals*, 10 (2020) 5, 629.

[20] Marchese G., Bassini E., Aversa A., Lombardi M., Ugues D., Fino P., Biamino S.: Microstructural Evolution of Post-Processed Hastelloy X Alloy Fabricated by Laser Powder Bed Fusion. *Materials*, 12 (2019) 3, 486.

[21] Zinke M., Burger S., Jüttner S.: Processing of Haynes® 282® Alloy by Direct Energy Deposition with Arc and Wire. *Materials*, 16 (2023) 4, 1715.

[22] Zielińska M.: Makro- i mikrostruktura oraz właściwości mechaniczne nadstopu NiCrCoMoTi2Al1,5 w zastosowaniu na odlewy precyzyjne. Politechnika Rzeszowska, Rzeszów.

[23] Matysiak H., Zagorska M., Andersson J., Balkowiec A., Cygan R., Rasinski M., Pisarek M., Andrzejczuk M., Kubiak K., Kurzydlowski K.J.: Microstructure of Haynes® 282® Superalloy after Vacuum Induction Melting and Investment Casting of Thin-Walled Components. *Materials*, 6 (2013) 11, 5016–5037.

[24] Thangirala S., Myers J.: Development of Large Sand Casting of Haynes 282 for A-USC Turbine. W: Parker J., Shingledecker J., Siefert J. (eds.): *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants: Proceedings of the Eighth International Conference*, Algarve, Portugal 2016, 690–701. ASM International.

[25] Yang Y.: Microstructural Evolution of Large Cast Haynes 282 at Elevated Temperature. *Crystals*, 11 (2021) 8, 867.

[26] Yang Y.: Optimization of large cast Haynes 282 based on thermal induced cracks: formation and elimination. *Mechanics & Industry*, 25 (2024), 12.

[27] Wang L., Unocic K.A., Tortorelli P.F., Santella M.L., Chen X.F.: Precipitation behavior near shrinkage porosity in a large sand casting of Haynes 282 alloy. *Materialia*, 15 (2021), 101035.

[28] Kim Y.-J., Park J.-H., Ahn Y.-S.: Comparison of Creep Properties of Cast and Wrought Haynes 282 Superalloy. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2018 (2018) 1, 2048959.

[29] Bartošák M., Mára V., Šulák I.: Effects of temperature and strain rate on isothermal low-cycle fatigue behaviour of Inconel 718 superalloy: Damage mechanisms, microstructure evolution, and life prediction. *International Journal of Fatigue*, 198 (2025), 109005.

[30] Wang Z., et al.: Effects of heat treatment process on microstructure evolution and fracture mechanisms of Inconel 718 alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 1050 (2026), 185619.

[31] Chen X.-M., Lin Y.C., Wen D.-X., Zhang J.-L., He M.: Dynamic recrystallization behavior of a typical nickel-based superalloy during hot deformation. *Materials & Design*, 57 (2014), 568–577.

[32] Lv S., Jia C., He X., Wan Z., Li Y., Qu X.: Hot Deformation Characteristics and Dynamic Recrystallization Mechanisms of a Novel Nickel-Based Superalloy. *Advanced Engineering Materials*, 22 (2020) 12, 2000622.

[33] Alin M.: *Microstructural characterization of Haynes 282 after heat treatment and forging*. Chalmers University of Technology, Göteborg 2015.

[34] Sims C.T., Stoloff N.S., Hagel W.C. (eds.): *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*. Wiley, New York 1987.

[35] Gui W., Zhang H., Yang M., Jin T., Sun X., Zheng Q.: The investigation of carbides evolution in a cobalt-base superalloy at elevated temperature. *Journal of Alloys and Compounds*, 695 (2017), 1271–1278.

[36] Sims C.T.: A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists. W: Gell M., Kortovich C.S., Bricknell R.H., Kent W.B., Radavich J.F. (eds.): *Superalloys 1984 (Fifth International Symposium)*, TMS, Warrendale, Pennsylvania, USA 1984, 399–419.

[37] Donachie M.J., Donachie S.J.: *Superalloys: A Technical Guide*. ASM International, Materials Park 2002.

[38] Reed R.C.: *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge 2006.

[39] Goodfellow A.J., Galindo-Nava E.I., Christofidou K.A., Jones N.G., Martin T., Bagot P.A.J., Boyer C.D., Hardy M.C., Stone H.J.: Gamma Prime Precipitate Evolution During Aging of a Model Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 (2018) 3, 718–728.

[40] Li J.G., Wang N., Liu J.D., Xu W.: Influence of rare earth elements (Y, La and Ce) on the mechanical properties and oxidation resistance of nickel-based superalloys: A critical review. *Journal of Materials Science & Technology*, 195 (2024), 9–21.

[41] Chellali M.R., Zheng L., Schlesiger R., Bakhti B., Hamou A., Janovec J., Schmitz G.: Grain boundary segregation in binary nickel–bismuth alloy. *Acta Materialia*, 103 (2016), 754–760.

[42] Dubiel B.: *Zmiany mikrostruktury podczas pełzania monokrystalicznych nadstopów niklu*. Wydawnictwa AGH, Kraków 2011.

[43] Gierek J.: *Oddziaływanie pierwiastków węglikotwórczych i czynników technologicznych na jednorodność struktury i składu chemicznego faz żarowytrzymałych stopów na osnowie niklu*. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1977.

[44] Tirunilai A.S., Wolf A., Laplanche G.: Effect of TCP phases on tensile properties of engineering alloys: Insights gained from a CrMnFeCoNi high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 301 (2025), 121530.

[45] Hanning F., Khan A.K., Steffenburg-Nordenström J., Ojo O., Andersson J.: Investigation of the Effect of Short Exposure in the Temperature Range of 750–950 °C on the Ductility of Haynes® 282® by Advanced Microstructural Characterization. *Metals*, 9 (2019) 12, 1357.

[46] Knosalla C., Lau M., Schmies L., Lippmann W., Hurtado A.: Investigation on the Corrosion Behavior of Nickel-Base Alloys in Molten Chlorides for Sensible Heat Energy Applications. *Advanced Engineering Materials*, 22 (2020) 7, 2000099.

[47] Joseph C., Persson C., Hörnqvist Colliander M.: Precipitation Kinetics and Morphology of Grain Boundary Carbides in Ni-Base Superalloy Haynes 282. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51 (2020) 12, 6136–6141.

[48] Zhang H., Wang Y., De Vecchis R.R., Xiong W.: Evolution of carbide precipitates in Haynes® 282 superalloy processed by wire arc additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, 305 (2022), 117597.

[49] Kontis P., Kostka A., Raabe D., Gault B.: Influence of composition and precipitation evolution on damage at grain boundaries in a crept polycrystalline Ni-based superalloy. *Acta Materialia*, 166 (2019), 158–167.

[50] Wang J., Linzhu L., Junqi C., Chaoyi Y., Shufeng L., Li X.: Effects of aluminum and titanium additions on the formation of nonmetallic inclusions in nickel-based superalloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 906 (2022), 164281.

[51] De Luca A., Kenel C., Griffiths S., Joglekar S.S., Leinenbach C., Dunand D.C.: Microstructure and defects in a Ni-Cr-Al-Ti γ/γ' model superalloy processed by laser powder bed fusion. *Materials & Design*, 201 (2021), 109531.

[52] Pan Q., et al.: Effects of Cobalt on solidification characteristics and as-cast microstructure of an advanced nickel-based single crystal superalloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 20 (2022), 3074–3082.

[53] Cheng Y., et al.: Effect of Mo on microstructural stability of a 4th generation Ni-based single crystal superalloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 21 (2022), 2672–2681.

[54] Wilson A.S.: Formation and effect of topologically close-packed phases in nickel-base superalloys. *Materials Science and Technology*, 33 (2017) 9, 1108–1118.

[55] Anzini E., Glaenzer N., Mignanelli P.M., Hardy M.C., Stone H.J., Pedrazzini S.: The effect of manganese and silicon additions on the corrosion resistance of a polycrystalline nickel-based superalloy. *Corrosion Science*, 176 (2020), 109042.

[56] Song X., et al.: Effect of carbon content on solidification behavior of a Mo- and Al-rich nickel-based single-crystal superalloy. *Materials & Design*, 263 (2026), 115601.

[57] Hu Q., Liu L., Zhao X., Gao S., Zhang J., Fu H.: Effect of carbon and boron additions on segregation behavior of directionally solidified nickel-base superalloys with rhenium. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23 (2013), 3257–3264.

[58] Hosseini S.A., Abbasi S.M., Zangeneh Madar K.: The effect of boron and zirconium on microstructure and tensile properties of the wrought nickel-based superalloy ATI 718Plus. *Materials Science and Engineering: A*, 712 (2018), 1–10.

[59] Liu H., et al.: Influence of Zr addition on the characteristics and formation mechanism of inclusions in K4169 nickel-based superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 1051 (2026), 186016.

[60] Kohigashi Y., et al.: Effect of sulfur impurity on the nucleation of α-Cr precipitates in nickel-based alloys. *Materialia*, 38 (2024), 102220.

[61] Siqueira R.L., Dantas de Oliveira A., dos Santos Vacchi G., Della Rovere C.A., Kuri S.E.: Effect of TCP phase formation on the electrochemical corrosion behavior of the nickel-based superalloy UNS N26455. *Corrosion Science*, 177 (2020), 108965.

[62] Belan J.: GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys. *Materials Today: Proceedings*, 3 (2016), 1209–1214.

[63] Zheng W., Zhu Y., Zhang Y., Huang A., Wang H., Zhang K.: Research on heat treatment of nickel-based superalloys by laser powder bed fusion: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 1010 (2025), 177522.

[64] Ni-Cr Phase Diagram. University of Chicago, Chicago, USA.

[65] Joseph C., Thuvander M., Persson C., Hörnqvist Colliander M.: Precipitation of γ′ during cooling of nickel-base superalloy Haynes 282. *Philosophical Magazine Letters*, 101 (2021) 1, 30–39.

[66] Błaż L.: *Rekrystalizacja dynamiczna: analiza procesu wysokotemperaturowego odkształcania metali i stopów w świetle badań mechanicznych i strukturalnych*. Zeszyty Naukowe AGH. Metalurgia i Odlewnictwo, Kraków 1988.

[67] Tang B., Xiang L., Cheng L., Liu D., Kou H., Li J.: The Formation and Evolution of Shear Bands in Plane Strain Compressed Nickel-Base Superalloy. *Metals*, 8 (2018) 2, 141.

[68] Kawulok P., Opěla P., Schindler I., Kawulok Š., Rusz S., Sauer R., Konečná K.: Hot Deformation Behavior of Non-Alloyed Carbon Steels. *Materials*, 15 (2022) 2, 595.

[69] Błaż L.: *Dynamiczne procesy strukturalne w metalach i stopach*. Wydawnictwa Uczelniane AGH (Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie), 2001.

[70] Eriksson E., Hörnqvist Colliander M.: Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization of Haynes 282 below the Secondary Carbide Solvus. *Metals*, 11 (2021) 1, 122.

[71] Xie B., Yu H., Sheng T., Xiong Y., Ning Y., Fu M.W.: DDRX and CDRX of an as-cast nickel-based superalloy during hot compression at γ′ sub-/super-solvus temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 805 (2019), 615–628.

[72] Solhjoo S.: Revisiting the Common Practice of Sellars and Tegart's Hyperbolic Sine Constitutive Model. *Modelling*, 3 (2022) 3, 359–373.

[73] Shu A., Zhou J., Ren J., Wang Z.: A modified constitutive model considering dynamic recrystallization behavior for cutting Inconel 718. *Journal of Manufacturing Processes*, 104 (2023), 189–204.

[74] Muhammad A., Park N.: Haynes 282 Superalloy: Advancements, Challenges, Applications, and Future Perspectives. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2025.

[75] Yao Z., Wang H., Dong J., Wang J., Jiang H., Zhou B.: Characterization of Hot Deformation Behavior and Dislocation Structure Evolution of an Advanced Nickel-Based Superalloy. *Metals*, 10 (2020) 7, 920.

STRESZCZENIE

Przedmiotem rozprawy jest analiza wpływu wysokotemperaturowego odkształcania plastycznego na ewolucję mikrostruktury i właściwości nadstopu niklu Haynes 282 wytworzonego metodą odlewania precyzyjnego. Głównym celem badań było określenie zależności pomiędzy temperaturą i prędkością odkształcenia a mechanizmami odpowiedzialnymi za zmiany mikrostruktury, ze szczególnym uwzględnieniem zdrowienia dynamicznego oraz rekrystalizacji dynamicznej. Opracowano zatem kompletną sekwencję technologiczną obejmującą wytworzenie materiału metodą odlewania precyzyjnego, ocenę jakości odlewów, analizę składu fazowego i mikrostruktury, badania cieplne DTA, obróbkę cieplną oraz wysokotemperaturowe próby ściskania z wykorzystaniem termosymulatora Gleeble 3800. Badania prowadzono w zakresie temperatury 700–1200°C dla dwóch prędkości odkształcenia: 0,001 oraz 0,008 s^{-1}. Zastosowana metodyka obejmowała mikroskopię świetlną, skaningową i transmisyjną (LM, SEM, TEM), analizy STEM-EDS i SAED, dyfrakcję rentgenowską XRD oraz pomiary twardości i właściwości mechanicznych. Uzyskane wyniki wykazały, że jakość materiału wyjściowego jest silnie uzależniona od parametrów procesu odlewania. Analiza porowatości oraz mikrostruktury potwierdziła możliwość otrzymania odlewów o prawidłowej geometrii i odpowiedniej jakości do dalszej przeróbki cieplno-plastycznej. Badania DTA umożliwiły identyfikację charakterystycznych efektów cieplnych oraz wyznaczenie zakresu temperatur istotnych dla doboru parametrów przesycania i odkształcania. W zakresie temperatury 700–800°C stwierdzono najwyższy opór odkształcania, wysokie wartości naprężenia maksymalnego oraz dominację umocnienia odkształceniowego. Obserwacje TEM wykazały dużą gęstość dyslokacji, rozwinięte pasma poślizgu oraz lokalną inicjację mikropęknięć. Wraz ze wzrostem temperatury do 850–1000°C następowała przebudowa podstruktury dyslokacyjnej oraz rozwój zdrowienia i rekrystalizacji dynamicznej, prowadzące do powstawania nowych ziaren równoosiowych i stopniowego zmniejszenia oporu odkształcania. Dla temperatury powyżej 1050°C dominującym zjawiskiem stał się wzrost ziaren, któremu towarzyszył spadek twardości oraz zwiększenie średniej wielkości ziarn zrekrystalizowanych. Analizy TEM, SAED oraz STEM-EDS pozwoliły na identyfikację wydzieleń węglikowych typu MC bogatych głównie w Ti, Mo i Nb oraz określenie ich roli w oddziaływaniu z podstrukturą dyslokacyjną i granicami ziaren. Wykazano, że wydzielenia te wpływają na przebieg procesów odnowy mikrostruktury poprzez ograniczanie migracji granic oraz utrudnianie ruchu dyslokacji. Na podstawie wyników badań

określono najbardziej korzystny zakres parametrów odkształcania, odpowiadający temperaturze 900–1000°C, w którym uzyskano optymalne połączenie ograniczonego oporu odkształcania, intensywnej rekrystalizacji dynamicznej oraz zachowania drobnoziarnistej mikrostruktury. Otrzymane wyniki stanowią podstawę do dalszej optymalizacji technologii wytwarzania półwyrobów z nadstopu Haynes 282 przeznaczonych do zastosowań wysokotemperaturowych.

Słowa kluczowe: Haynes 282, nadstopy niklu, odlewanie precyzyjne, odkształcanie plastyczne na gorąco, rekrystalizacja dynamiczna, zdrowienie dynamiczne, Gleeble 3800, mikrostruktura.

SUMMARY

This doctoral dissertation investigates the influence of high-temperature plastic deformation on the microstructural evolution and mechanical properties of the Haynes 282 nickel-based superalloy produced by investment casting. The primary objective of the study was to determine the relationship between deformation temperature, strain rate, and the mechanisms governing microstructural evolution, with particular emphasis on dynamic recovery (DRV) and dynamic recrystallization (DRX). A comprehensive technological route was developed, including investment casting of the alloy, evaluation of casting quality, phase and microstructural characterization, differential thermal analysis (DTA), solution heat treatment, and high-temperature compression testing using a Gleeble 3800 thermomechanical simulator. Compression tests were performed within the temperature range of 700–1200°C at two strain rates: 0.001 and 0.008 s^{-1}. The experimental methodology combined optical microscopy (LM), scanning and transmission electron microscopy (SEM, TEM), STEM-EDS and SAED analyses, X-ray diffraction (XRD), hardness measurements, and mechanical testing.

The results demonstrated that the quality of the initial material strongly depends on the investment casting parameters. Porosity and microstructural analyses confirmed that castings with appropriate geometric accuracy and sufficient quality could be obtained for subsequent thermomechanical processing. DTA measurements identified characteristic thermal effects and provided the basis for selecting the temperatures applied during solution treatment and high-temperature deformation. Within the temperature range of 700–800°C, the alloy exhibited the highest deformation resistance and maximum flow stress, accompanied by pronounced work hardening. TEM observations revealed a high dislocation density, well-developed slip bands, and local initiation of microcracks. Increasing the deformation temperature to 850–1000°C promoted dislocation rearrangement, dynamic recovery, and dynamic recrystallization,

resulting in the formation of new equiaxed grains and a gradual reduction in deformation resistance. Above 1050°C, grain growth became the dominant microstructural process, leading to a decrease in hardness and an increase in the average grain size.

TEM, SAED, and STEM-EDS analyses enabled the identification of MC-type carbides enriched mainly in Ti, Mo, and Nb. These precipitates were shown to interact with the dislocation structure and grain boundaries, influencing the migration of grain boundaries and the kinetics of microstructural restoration during hot deformation. The study demonstrated that the most favorable deformation conditions correspond to the temperature range of 900–1000°C, where the alloy exhibits an advantageous combination of reduced deformation resistance, intensive dynamic recrystallization, and the formation of a fine-grained microstructure. The obtained results provide a scientific basis for further optimization of thermomechanical processing routes for investment-cast Haynes 282 components intended for high-temperature applications.

Keywords: Haynes 282, nickel-based superalloy, investment casting, hot deformation, dynamic recovery, dynamic recrystallization, Gleeble 3800, microstructure.