

Diss. ETH Nr. 9916

**Microstructure and mechanical
properties of Ni-11.8 at. % Ti single crystals**

A dissertation submitted to the
Swiss Federal Institute of Technology
Zürich

for the degree of
Doctor of Technical Sciences
presented by

Markus Lambrigger

Dipl. Ing. ETH
born March 27, 1960
citizen of Bellwald (VS)

accepted on the recommendation of
Prof. Dr. G. Kostorz, examiner
Prof. Dr. T. Ungár, co - examiner
Dr. H. Calderon, co - examiner

Summary

In this dissertation the connection between the microstructure of Ni - 11.8 at.% Ti single crystals produced by decomposition and their mechanical properties was investigated. The underlying dislocation mechanisms as well as the dislocation configurations produced by deformation were of special interest.

The kinetics of decomposition of Ni - 11.8 at.% Ti were investigated by ageing at 853 and 1073 K. All the samples were homogenised at 1423 K and then water-quenched to room temperature prior to ageing. During the first sixty hours of ageing at 853 K, a "metastable situation" was found, where the microstructure of the samples did not change very much. Between sixty and five hundred hours of ageing, concentration waves developed, which grew in amplitude and wavelength with increasing ageing time. Later on, coarsening started, leading to metastable γ particles, which began to become incoherent after 4000 h of ageing. The kinetics of Ni - 11.8 at.% Ti at 1073 K were investigated in order to study the phase transformation to the stable η phase. Not fully $D0_{24}$ -ordered η nuclei and nuclei with defective stacking sequences (DSS) were observed.

The mechanical properties of quenched Ni - 11.8 at.% Ti single crystals and of aged Ni - 11.8 at.% Ti single crystals with a microstructure consisting of concentration waves, were investigated by compressive, tensile and fatigue tests.

The quenched specimens showed planar glide in all these tests, and even strain bursts, which are typical for short-range ordered single crystals, were recorded during the fatigue tests. Superdislocations were frequently observed by TEM in quenched samples, which were deformed in compression. However, in quenched samples, which were fatigued, fewer superdislocations were found by TEM.

The samples with concentration waves showed a very localised deformation behaviour. Serrated flow was observed in compressive tests, and in tensile and fatigue tests a low ductility was noted. In all types of test a high yield stress was measured. It was assumed that these special mechanical properties were the result of the tendency to nucleate the stable η phase. An interesting type of regularly dissociated superdislocations was observed in samples aged for 250 or 500 h at 853 K and deformed in compression.

The mechanical properties of samples, which were aged for 0.5 h at 1073 K, were investigated in tensile and compressive tests. The microstructure of these samples consisted of matrix and γ particles. The yield strength of these samples was markedly lower than the yield strength of the samples with concentration waves, but the ductility was much higher.

The mechanical properties of samples which were aged for 24 h at 1073 K and contained stable η plates, were also investigated by compressive and tensile tests. These samples were aged for 24 h at 1073 K. A rather limited ductility resulted in the tensile tests. Furthermore, a compression-tension hardening asymmetry was found. In compressive tests a shearing of η plates was observed by TEM. In tensile tests the η plates were found to act as dislocation sources. It is assumed that during tensile tests debonding at the γ/η - interfaces occurred.

Zusammenfassung

In dieser Dissertation wurde der Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften von Ni - 11.8 at.% Ti-Einkristallen untersucht. Spezielles Interesse wurde den zugrundeliegenden Versetzungsmechanismen als auch den durch die Deformation gebildeten Versetzungskonfigurationen entgegen gebracht.

Die Kinetik der Entmischung von Ni - 11.8 at.% Ti-Einkristallen wurde bei 853 K und 1073 K untersucht. Alle Proben wurden vor der Auslagerung bei 853 resp. 1073 K zunächst bei 1423 K homogenisiert und sodann auf Raumtemperatur abgeschreckt (Wasserabschreckung). Während der ersten sechzig Stunden der Auslagerung bei 853 K wurde eine "metastabile Situation" beobachtet, die sich dadurch auszeichnete, dass sich die Mikrostruktur der Proben in diesem Zeitraum nur langsam änderte. Hingegen konnte im Zeitraum zwischen sechzig und fünfhundert Stunden der Auslagerung bei 853 K die Entwicklung von Konzentrationswellen beobachtet werden. Die Wellenlänge und Amplitude dieser Konzentrationswellen vergrößerte sich mit zunehmender Auslagerungszeit in diesem Zeitintervall. Danach setzte Ostwaldreifung ein, was zu einem Mikrogefüge mit metastabilen γ' -Teilchen führte. Diese Teilchen begannen nach einer Auslagerungszeit von ungefähr viertausend Stunden inkohärent zu werden. Die Entmischungskinetik von Ni - 11.8 at.% Ti-Einkristallen wurde auch bei einer Auslagerungstemperatur von 1073 K verfolgt, hauptsächlich um die Phasentransformation zur stabilen η -Phase zu studieren. Nicht vollständig $D0_{24}$ - geordnete η -Keime und Keime mit fehlerhaften Stapelfolgen (DSS) wurden beobachtet.

Die mechanischen Eigenschaften von abgeschreckten Ni - 11.8 at.% Ti-Einkristallen sowie Einkristallen gleicher Konzentration, welche durch die Auslagerung bei 853 K eine Mikrostruktur aus Konzentrationswellen ausgebildet hatten, wurden mittels Ermüdungs-, Zug- und Druckversuchen studiert.

Die abgeschreckten Proben zeigten planare Gleitung in allen drei Versuchsarten. Im Ermüdungsversuch konnten sogar Dehnungsinstabilitäten, welche typisch für nahegeordnete Einkristalle sind, aufgezeichnet werden. Mittels TEM konnte gezeigt werden, dass in der Versetzungsstruktur von gedrückten Proben Superversetzungen häufig vorkamen. Hingegen wurden in der Versetzungsstruktur der ermüdeten Probe weniger Superversetzungen gefunden.

Die Proben, deren Mikrogefüge überwiegend Konzentrationswellen enthalten, zeigten ein sehr lokalisiertes Verformungsverhalten. Im Druckversuch wurde ein sägezahnartiges Fließverhalten beobachtet und in den Zug- und Ermüdungsversuchen eine äusserst geringe Plastizität. In allen drei Versuchsarten wurde eine sehr hohe Fließspannung registriert. Dieses spezielle Verformungsverhalten könnte das Resultat der

Tendenz zur Keimbildung der stabilen η -Phase sein. Ein interessanter Versetzungstyp wurde in diesen zweihundertfünfzig oder fünfhundert Stunden bei 853 K ausgelagerten Proben mit Konzentrationswellen beobachtet, nämlich regelmässig aufgespaltene Superversetzungen.

Die mechanischen Eigenschaften von Proben, welche eine halbe Stunde bei 1073 K ausgelagert wurden, wurden ebenfalls mittels Zug- und Druckversuchen erforscht. Das Gefüge dieser Proben bestand aus Matrix und γ -Teilchen. Die Fließspannungswerte dieser Proben waren deutlich niedriger als die Werte der Proben mit dem Konzentrationswellengefüge. Hinsichtlich der Plastizität verhielt es sich aber genau umgekehrt.

Auch die mechanischen Eigenschaften von Proben, welche vierundzwanzig Stunden bei 1073 K ausgelagert wurden und die stabile η -Phase als Gefügebestandteil aufwiesen, wurden mittels Druck- und Zugversuchen studiert. Aus den Zugversuchen ergab sich eine verringerte Plastizität im Vergleich zu den Proben, in deren Gefüge sich lediglich Matrix und metastabile γ -Teilchen befanden. Zudem wurde eine Zug-Druckverfestigungsasymmetrie ermittelt. Mittels TEM wurde festgestellt, dass im Druckversuch die η -Platten teilweise geschert wurden. Im Zugversuch hingegen wirkten die η -Platten als Versetzungsquellen. Es wird vermutet, dass im Zugversuch ein Ablösungsprozess entlang der γ/η - Grenzflächen erfolgt.