

dr Mariusz PRAŻMOWSKI¹⁾, prof. dr hab. inż. Henryk PAUL¹⁾²⁾, prof. dr hab. inż. Jerzy MORGIEL²⁾

1) Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, Kraków

2) Politechnika Opolska, Wydział Mechaniczny, Opole

E-mail: h.paul@imim.pl

Wpływ zmian strukturalnych w strefie połączenia na własności mechaniczne platerów stal węglowa/cyrkon zgrzewanych z wykorzystaniem energii wybuchu

Effect of microstructure of joint area on mechanical properties of explosively welded carbon steel and zirconium sheets

Streszczenie

W pracy analizowano zmiany, jakie dokonują się w warstwach pośrednich dwuwarstwowych układów platerów stal węglowa/Zr wytwarzanych z wykorzystaniem energii wybuchu oraz wpływem tych zmian na makroskopowe własności wyrobu. Zmiany mikrostrukturalne, w składzie chemicznym oraz w wielkości umocnienia analizowano w stanie „po spojeniu” na próbkach wyciętych z platerów wytworzonych przy zróżnicowanej prędkości detonacji. W prowadzonej analizie kluczowe są przemiany wywołane „dynamicznymi” zmianami temperatury. Przeprowadzone badania wykazały, że proces spajania prowadzi do nadtopienia łączonych metali, a ekstremalnie duże szybkości chłodzenia sprzyjają formowaniu się w strefie przetopień twardych faz amorficznych lub drobnokrystalicznych o zróżnicowanym składzie chemicznym. Stwierdzono, że silne obniżenie własności wytrzymałościowych plateru związane jest ze wzrostem ilości „grubych” stref przetopień, w których pojawiają się makro- i mikropęknięcia. Natomiast pojawienie się pomiędzy łączonymi blachami cienkiej, ciągłej warstwy przetopień, pozbawionej pęknięć, sprzyja poprawie parametrów wytrzymałościowych połączenia. Warstwa ta, o grubości mierzonej w dziesiątkach nanometrów umożliwia trwałe „spojenie” łączonych metali.

Abstract

The paper analyzes the changes of microstructure, chemical and phase composition taking place in the joint area of explosively welded carbon steel with zirconium sheets and their effect on the strength of such connection. The performed analysis showed that the 'dynamic' changes of temperature accompanying such processes are of key importance. The explosive welding process leads to a local melting of the metal sheets, which next allows crystallization of brittle phases. Presence of the latter affects the mechanical properties of the final clad. Extremely high cooling rates in the joining area favour, the formation of metastable phases. It was observed that, in order to obtain joint of high strength, a presence of thin continuous re-melted layer between the joined metal sheets is necessary. This layer, of mixed amorphous and nano-crystalline microstructure, of tens of nanometers thick, enables formation of a 'good weld' between the joined metal sheets.

Słowa kluczowe: spajanie wybuchowe, plater stal węglowa/cyrkon, strefa przetopień, mikrostruktura, transmisyjna mikroskopia elektronowa

Keywords: explosive welding, carbon steel/Zr clad, melted zone, microstructure, transmission electron microscopy

1. WPROWADZENIE

Wyroby warstwowe są coraz częściej stosowane w przemyśle na elementy konstrukcji. Ich wytwarzanie podyktowane jest uwarunko-

1. INTRODUCTION

Layered products are often used in industry for structure application. Their production is justified not only by the economical factors but

waniami ekonomicznymi oraz koniecznością spełnienia określonych wymagań funkcjonalnych. Niejednokrotnie, już nawet cienka warstwa materiału, np. o wysokich własnościach antykorozyjnych w podwyższonych temperaturach, nałożona na relatywnie tani materiał konstrukcyjny wystarczy do spełnienia założonych wymagań eksploatacyjnych, tj. do jednoczesnego utrzymania wysokich parametrów wytrzymałościowych i antykorozyjnych takiego układu.

Metale wysokotopliwe, takie jak cyrkon, tytan, tantal, niob, wolfram, etc. oraz ich stopy, doskonale spełniają te oczekiwania. Ponieważ charakteryzują się bardzo dobrą odpornością korozyjną w wielu środowiskach są one szeroko stosowane w budowie aparatury procesowej, tak chemicznej, jak i energetycznej. Biorąc pod uwagę wysoki koszt tych materiałów, celowym jest wykorzystanie ich w formie wyrobów platerowanych. W tym celu najczęściej nakłada się ich warstwy na elementy ze stali węglowych, nierdzewnych lub typu „duplex” jako dwu- lub – w uzasadnionych technologicznie przypadkach – jako trójwarstwowe „kompozyty”. Trwałe połączenie tych metali z wykorzystaniem tradycyjnych technik spajania jest zwykle bardzo trudne albo wręcz niemożliwe. Stąd też, obserwuje się wzrastające zainteresowanie technologią wybuchowej obróbki materiałów, a w tym technologią platerowania wybuchowego.

Problematyka fizyko-chemicznych uwarunkowań procesu spajania w warunkach obciążeń dynamicznych jest przedmiotem silnych kontrowersji [1–5]. Dotyczy to zwłaszcza opisu mechanizmów odpowiedzialnych za wystąpienie trwałego połączenia materiałów metalicznych. Klasyczna definicja technologii zgrzewania wybuchowego określa go, jako proces łączenia metali w stanie stałym, pod wpływem zderzenia z dużymi prędkościami, wywołanymi kontrolowaną detonacją ładunku wybuchowego. Zasadniczo proces ten może być podzielony na trzy podstawowe stadia: detonację ładunku wybuchowego, przyśpieszenie i odkształcenie płyty ruchomej oraz kolizję płyt [1–3] (rys. 1). Ruch płyty ruchomej w kierunku płyty bazowej „indukuje” uformowanie się strumienia silnie rozgrzanych gazów, przemieszczających się z dużą prędkością i sprzyjających usuwaniu ze strefy łączenia tlenków powierzchniowych. W punkcie kolizji oczyszczone powierzchnie

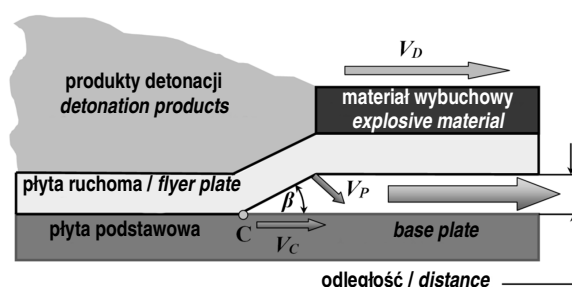
also by the necessity to fulfil particular functional requirements. It is usually sufficient to apply a thin layer of a material, of high anti-corrosive properties at elevated temperatures applied on a relatively inexpensive base (construction) material to meet the operation requirements, i.e. to obtain element characterized both by high corrosion resistance and strength.

High melting materials, such as zirconium, titanium, tantalum, niobium, tungsten, etc., and their alloys, perfectly fulfill the above expectations. They show high corrosive resistance in numerous environments and therefore, they are widely used in the construction of processing apparatus used both in the chemical and the power generation industry. Taking into account the high cost of such materials, it is advisable to use them in the form of plated coatings, most often on carbon, stainless or ‘duplex’-type steels – as two- or three-layered composites. However, joining these metals (e.g. in the form of metal sheets) still is a big technological problem. That is why, one increasing interest in the technology of explosive treatment of materials, including the technology of explosive cladding, is observed.

The mechanism of the explosive claddings, especially the one securing durable bonding between welded materials, is still raising controversy [1–5]. The classic definition of the explosive welding defines the latter as the process of metal joining in the solid state, under the effect of a collision with high velocities caused by a controlled detonation of an explosive charge. Basically, this process can be divided into three general stages: detonation of the explosive charge, deformation and acceleration of the flyer plate and collision of the plates [1–3]. The action of the explosive charge deforms and relocates the flyer plate (placed at a pre-determined distance) in the direction of the base plate (Fig. 1). This movement ‘induces’ the formation of a jet of highly heated gases, favouring the elimination of the oxide layer from the joint area. At the collision point, the cleaned surfaces of the plates become brought under direct contact at high pressure. As a result of ‘bending’ of the flyer plate, in the vicinity of the collision point, being a consequence of the relocating explosion wave, a strong shear

plyt ulegają połączeniu pod dużym ciśnieniem. W wyniku „przebiegu” płyty ruchomej pojawiają się silne naprężenia ścinające. Powodują one lokalne przemieszczenie warstw powierzchniowych materiału w obydwu płytach. Dyssypacja energii odkształcenia plastycznego w postaci ciepła, w połączeniu ze wzrostem temperatury „indukowanym” gorącym strumieniem sprężonego powietrza, prowadzi w pobliżu punktu kolizji do silnego, lecz lokalnego wzrostu temperatury i w efekcie końcowym do cyklicznego (i/lub o charakterze ciągłym) nadtopiania warstw łączonych metali, przy „granicy rozdziału”. Efekt nadtopienia stowarzyszony jest z silnym odkształceniem plastycznym łączonych metali, w warstwach tuż przy powierzchni połączenia.

stresses occur. They cause a local relocation of the surface layers in both plates. The dissipation of the part of plastic deformation work in the form of heat, together with the temperature increase induced by the hot stream of compressed gases, leads to a cyclic, local melting or less frequently, a continuous melted layer formation. The above is accompanied by a strong plastic deformation of the near-the-interface layers of the joined metals. These processes lead to significant structural changes in near-the-interface areas [1–3] of the joined plates, strongly affecting the bond strength.



Rys. 1. Schemat układu równoległego oraz zmiany kształtu płyty ruchomej w procesie spajania. Zaznaczono podstawowe parametry procesu: V_D – prędkość detonacji, V_P – prędkość zderzenia płyt, V_C – prędkość w punkcie kolizji, β – kąt zderzenia, h – odległość pomiędzy płytami, C – punkt kolizji

Fig. 1. Scheme of the parallel system and the shape of the ejector die in the welding process. The basic parameters are: V_D – detonation velocity, V_P – velocity of plate collision, V_C – velocity at the collision point, β – collision angle, h – distance between the plates, C – collision point

Procesy te prowadzą do istotnych zmian w strefie połączenia [1–3], np. zmian w morfologii strefy połączenia (sumarycznej powierzchni zajmowanej przez strefę przetopień, amplitudę i wysokość formującej się fali, etc.), składu chemicznego i fazowego obszaru przetopień, a także zmian w obrazie struktury dyslokacyjnej warstw metali położonych przy powierzchni połączenia. Zmiany te silnie wpływają na makroskopowo „mierzone” parametry charakteryzujące własności wytrzymałościowe plateru. Bardzo krótki czas „oddziaływania” wysokiej temperatury, spowodowany wysoką przewodnością cieplną metali, prowadzi to bardzo dużych prędkości chłodzenia. Powoduje to, że w procesie krzepnięcia stopione metale wykazują silną tendencję do formowania w strefie przetopienia kruchych faz (w tym międzymetalicznych) [4, 5]. Zmiany te stowarzyszone są z silnymi i trudnymi

These changes refer both to the microstructure of the joint area (including the total surface area occupied by the melted zones, the amplitude and the height of the forming wave) and to its chemical and phase composition. The very short time of high temperature ‘influence’, caused by the high thermal conductivity of the metals, leads to very high cooling rates. As a result, in the solidification process, the melted metals exhibit a strong tendency to form hard and brittle metastable phases [4, 5]. These changes are accompanied by significant and unpredictable (due to the intense mixing in the liquid state under the effect of high pressure) changes in the chemical composition inside the particular melted zones. At the same time, it was observed that the structure of the melted zone can exhibit crystalline [4] or amorphous [5] character, or they can be of

do przewidzenia – ze względu na intensywne mieszanie w stanie ciekłym pod działaniem wysokiego ciśnienia – zmianami składu chemicznego wewnątrz poszczególnych stref przetopień. Zaobserwowano, że fazy formujące strefy przetopień mogą wykazywać cechy krystaliczne [4], amorficzne [5] lub mogą one mieć mieszany amorficzno-drobnokrystaliczny charakter [6]. Strefy te są także miejscem pojawienia się makro- i mikropęknięć, silnie obniżających własności wytrzymałościowe plateru [1, 4, 6].

Ponieważ formowanie się strefy przetopień zachodzi pod wysokim ciśnieniem oraz przy ekstremalnie dużych szybkościach chłodzenia, procesy krzepnięcia są dalekie od warunków równowagi, a położenie linii likwidus i solidus jest „trudne do przewidzenia”. Powoduje to pojawienie się głównie faz nierównowagowych, tj. niewystępujących na układach równowagi fazowej. Fazy równowagowe występują zwykle w niewielkiej ilości i prawie zawsze otoczone są fazami nierównowagowymi [4].

Literatura dotycząca platerowania różnych gatunków stali cyrkonem i jego stopami jest bardzo uboga, tj. dostępne są jedynie przyczynkowe prace dotyczące wybranych aspektów zagadnienia [1, 6–10]. Praca niniejsza podejmuje problematykę przemian dokonujących się w strefie połączenia układu płyt stal węglowa – P355NL2/Zr700. Plateru wytwarzano przy zróżnicowanych prędkościach detonacji, zachowując stałą odległość pomiędzy płytami wynoszącą 6 mm. Następnie analizowano wpływ prędkości detonacji na własności wytrzymałościowe plateru. Zmiany strukturalne oraz składu chemicznego analizowano z wykorzystaniem transmisyjnej (TEM) i skaningowej (SEM) mikroskopii elektronowej i skorelowano je z wynikami badań własności wytrzymałościowych.

2. MATERIAŁ I PROCEDURY EKSPERYMENTALNE

2.1. Materiał do badań

Układy platerów wykonano w Zakładzie Technologii Wysokoenergetycznych EXPLOMET w Opolu. Jako materiał podstawowy zastosowano blachę ze stali P355NL2 (do pracy w podwyższonej temperaturze) o grubości 22 mm, na którą „nastrzelivano” blachę ze stopu Zr700 o gru-

the mixed, amor-phous/(ultra fine crystalline) type [6]. These areas are also filled with a high concentration of macro- and microcracks, which strongly affect the strength properties of the bond [1, 4, 6].

As the formation of the melted zones takes place under high pressure and with extremely high cooling rates, the solidification processes are far from equilibrium conditions, and the location of the liquidus and solidus lines is difficult to predict. A consequence of this is the presence of mostly non-equilibrium phases, which not appears in phase equilibrium diagrams. Inter-metallic stable phases are usually present only in small numbers, yet they are always surrounded by non-equilibrium phases [4].

The literature data on the cladding of different types of steels with the use of zirconium and its alloys is very limited, i.e. only contributory works referring to selected aspects of the problem can be found [1, 6–10]. This paper discusses the problems of the transformations taking place in the joint area of the system of plates carbon steel – P355NL2/Zr700. The clads were produced with diversified detonation velocities and at constant stand-off distance of 6 mm. Then the interrelation between detonation velocities and strength properties of the clad were analysed. The microstructure changes were analyzed with the use of scanning (SEM) and transmission (TEM) electron microscopy and they were correlated with the results of the mechanical tests.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURES

2.1. Materials

The carbon steel/zirconium clads were made at the “EXPLOMET” High-Energy Techniques Works at Opole. The sheets of steel of 22 mm thick ness (type P355NL2) as the base plate and sheets of Zr700 alloy of 3.15 mm thickness as a flyer plate were used for the clad preparation.

bości 3,15 mm. W tabelach 1 i 2 przedstawiono skład chemiczny oraz podstawowe własności mechaniczne łączonych materiałów w stanie wyjściowym. Mikrostruktura płyty cyrkonowej (płyta ruchoma) złożona była ze zwartych pakietów ziaren fazy α , o wielkości od 70 do 170 μm . Mikrostruktura materiału bazowego, tj. płyty ze stali P355NL2, złożona była z równoosiowych ziaren ferrytu i perlitu; ziarna perlitu układały się w charakterystyczne pasma. Średnia wielkość ziaren ferrytu, zależnie od analizowanych obszarów, wynosiła od 10 do 20 μm , natomiast perlitu od 4 do 11 μm (analizę prowadzono z wykorzystaniem SEM wyposażonego w system pomiaru orientacji lokalnych). Mikrostruktura materiałów wyjściowych obydwu łączonych blach scharakteryzowana była stanem w pełni zrekrystalizowanym.

Tables 1 and 2 present the chemical composition and the basic mechanical properties of the joined materials in the initial state. The microstructure of the zirconium plate (flyer plate) was characterized by presence of compact clusters of α phase grains, of the size from 70 μm to 170 μm . The microstructure of the base material, that is a P355NL2 steel plate, was composed of roughly equiaxed ferrite and perlite grains, which were arranged in characteristic bands; their presence is typical for such sheets after hot-rolling. The mean size of the ferrite grains (depending on the analyzed areas) was from 10 μm to 20 μm , whereas those of perlite – from 4 μm to 11 μm (grain size measured with the use of SEM/EBSD system). The microstructure of the initial materials of both joined sheets showed a fully recrystallized state.

Tab. 1. Skład chemiczny łączonych blach według atestu dostawcy
Tab. 1. Chemical composition of the joined metal sheets according to supplier's certificate

Materiał Material	Skład chemiczny (%) Chemical composition (%)						
	Zr700	C	Mn	Fe+Cr	H	O	Zr+Hf
	<0.002	-	0.05	<0.0003	0.05	>99.2	<0.002
P355LN2	C	Mn	Si	P	S	Cr	Cu
	0.17	1.13	0.345	0.008	0.001	0.15	0.17
	Ni	Mo	Al	N	Nb		
	0.285	0.035	0.045	0.004	0.019		

Tab. 2. Własności mechaniczne łączonych blach w stanie wyjściowym według atestu dostawcy
Tab. 2. Mechanical properties of the joined metal sheets in the initial state according to supplier's certificate

Materiał Material	Granica wytrzymałości R_m (MPa) Ultimate strength R_m (MPa)	Granica plastyczności $R_{0,2}$ (MPa) Yield point $R_{0,2}$ (MPa)	Wydłużenie A (%) Elongation A (%)
P355LN2	551	402	26.7
Zr700	368	160	20.0

2.2. Proces spajania wybuchowego

Proces spajania realizowano dla układów próbnych o wymiarach 300x500 mm². Zastosowano układ równoległy usytuowania płyt, z miejscem „pobudzenia” umiejscowionym w połowie krótszej krawędzi płyty „ruchomej” (rys. 1). Platero wykonano przy stałej odległości początkowej pomiędzy blachami ($h = 6$ mm) oraz zmiennej prędkości detonacji (V_D). Oznaczenie płyt próbnych oraz wartości zastosowanych parametrów procesu dla poszczególnych przypadków przedstawiono w tabeli 3. W analizowanych przypadkach

2.2. Explosive welding

The process of explosive welding was performed using plates of 300x500 mm² dimensions. A system of parallel arranged plates was applied, with the detonator located in the middle of the shorter edge of the flyer plate (Fig. 1). The clads were made with a constant initial distance between the sheets ($h = 6$ mm) and a varying detonation velocity (V_D). The markings of the test plates and the applied process parameters for the particular cases are presented in

kierunek walcowania (w procesie wytwarzania blach) był zgodny (w połowie szerokości płyt) z kierunkiem przemieszczania się fali wybuchu.

Table 3. In the analyzed cases, the rolling direction was consistent with the direction of the explosion wave movement only in the middle of the plate width.

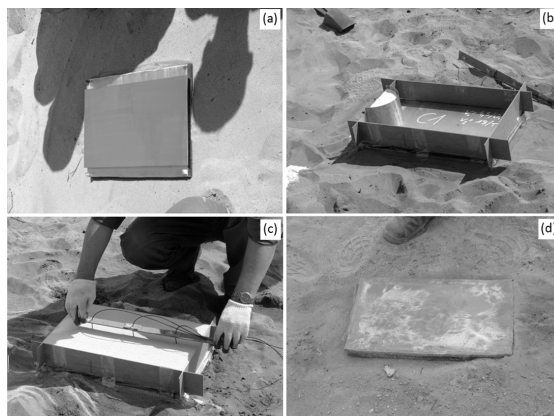
Tab. 3. Oznaczenie wytworzonych płyt oraz zależności pomiędzy parametrami procesu

Tab. 3. Marking of the produced plates and the process parameters

Oznaczenie Marking	Prędkość detonacji / Detonation velocity $V_D \left(\frac{m}{s} \right)$	Odległość (mm) Distance (mm)
1,0 V_D	2200	6
1,3 V_D	2800	6
1,6 V_D	3500	6

Kolejne etapy wykonania układu bimetalowego pokazano na rys. 2. Powierzchnie kontaktu materiałów zostały wyszlifowane, oczyszczone z zanieczyszczeń stałych oraz odtłuszczone. Następnie na złożony układ, z zachowaniem odpowiedniego dystansu, nałożono ramkę o odpowiedniej wysokości, w której umieszczono w miejscu inicjacji procesu detonacji materiał pobudzający. W dalszej kolejności układ uzupełniono materiałem wybuchowym, w którym zamontowano układ światłowodowy służący do pomiaru prędkości detonacji. Po zainicjowaniu procesu detonacji otrzymano gotowy układ blach platerowanych.

The stages of the clad production are presented in Fig. 2. The contact areas of the materials were grounded, cleaned of solid particles and degreased. Next, a frame – in which an explosive charge was placed – was constructed. In the further steps, the system was supplemented by an explosive material, in which a fibre optic system was assembled in order to measure the detonation velocity. After the initiation of the detonation process, a clad was obtained.



Rys. 2. Kolejne etapy wykonania bimetalu stal węglowa/Zr: (a) ułożenie płyt „lotnej” w odpowiedniej odległości od płyty „bazowej”, (b) ramka na materiał wybuchowy z odseparowaną strefą pobudzenia, (c) gotowy układ strzałowy ze światłowodowym układem pomiaru prędkości detonacji, (d) gotowy plater

Fig. 2. Successive stages of the manufacturing of (carbon steel)/Zr clad: (a) position of the ejector die at the proper distance from the base plate, (b) frame for explosive material with a separated stimulation zone, (c) ready shooting system with a fiber optic system for detonation velocity measurement, (d) ready plated coating

2.3. Analizy strukturalne

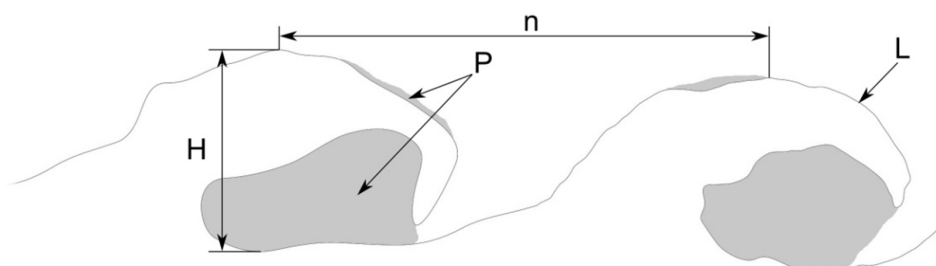
Wstępną charakterystykę strefy połączenia przeprowadzono z zastosowaniem mikroskopu

2.3. Structural analyses and mechanical testing

The preliminary characteristics of the joint area were performed with the use of an optical

optycznego wykorzystującego system analizy obrazu IF32 firmy OLYMPUS. Wykonano pomiary podstawowych parametrów granicy połączenia, tj. długości (n) i wysokości (H) fali, długości granicy złącza (L) oraz pola powierzchni obszarów przetopionych (P). Schemat wyznaczania poszczególnych parametrów pokazano na rys. 3.

microscope with the image analysis system IF32 by OLYMPUS. The system allowed to measure the basic parameters of the joint interface, i.e. the length (n) and height (H) of the wave, the length of the joint boundary (L) and the surface area of the melted zones (P). The procedure of determining the particular parameters is presented in Fig. 3.



Rys. 3. Sposób pomiaru parametrów geometrycznych charakteryzujących połączenie;
P – oznacza strefy przetopień w zawinięciach fali oraz na jej grzbiecie

Fig. 3. Determination of the geometrical parameters characterizing the joint;
P – melted areas in the vortex of the wave and on its crest

Badania zmian umocnienia w pobliżu strefy połączenia w obydwu łączonych metalach, analizowano drogą systematycznych pomiarów twardości na mikrotwardościomierzu firmy LECO AMH 2100, metodą Vickersa, przy obciążeniu 50 G. Pomiary mikrotwardości dokonywano wzdłuż „linii skanowania” poprzez granicę rozdziału, na przekroju wzdłużnym, na próbkach wyciętych ze środka łączonych płyt. Własności wytrzymałościowe badano w testach rozciągania, zginania oraz ścinania z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej Instron 6025.

Analizy mikroskopowe przeprowadzono przy zróżnicowanych skalach obserwacji, z wykorzystaniem elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM). Zmiany strukturalne skorelowano z analizą zmian składu chemicznego. W badaniach w skali TEM, na cienkich foliach wyciętych z obszaru strefy połączenia, wykorzystano urządzenie FEI Technai G² (200 kV). Mikroskop wyposażony był w działo o emisji polowej oraz detektor *high-angle annular dark field scanning/transmission* (HAADF/STEM) i analizator składu chemicznego (EDX). Ze względu na silnie zróżnicowane własności elektrochemicznych łączonych metali do przygotowania cienkich folii wykorzystano technikę *Focus Ion Beam* (FIB). Próbkę do obserwacji „wycinano” wiązką jonów galu z przekroju ND-TD, gdzie: ND i TD

The examinations of the changes in the mechanical properties taking place in the vicinity of the joint area in both joined metals were performed by systematic microhardness measurements with the use of microhardness tester by LECO AMH 2100 (Vickers method and load of 50 G). The hardness measurements were made along the line across the boundary surface, on a longitudinal section of the samples cut out from the centre of the joined plates. The changes in the strength properties were examined by the way of tensile, bending and shear tests with the use of the Instron 6025 tensile testing machine.

The microstructure analyses were performed using scanning (SEM) and transmission (TEM) electron microscopy methods. The structural changes were correlated with the analysis of the chemical composition. Thin foils for TEM (FEI Technai G² (200kV)) observations were cut out of the joint area with FEI Quanta Dual Beam 200 Focused Ion Beam (FIB). The microscope was equipped with a field emission gun and an integrated scanning-transmission (STEM) system with high-angle annular dark field detector (HAADF/STEM) as well as a chemical composition analyzer (EDX). The samples for these observations were ‘cut out’ with the use of a gallium ion beam from the ND-TD section, where: ND and TD denote the normal and the transverse

oznaczają odpowiednio kierunek normalny i kierunek poprzeczny. Wykorzystano urządzenie FEI FIB (FB2000A) operujące przy napięciu przyspieszającym 30 kV.

3. WYNIKI I DYSKUSJA

Ocenę ciągłości połączenia wytworzonych układów bimetalowych wykonano w warunkach przemysłowych z wykorzystaniem metod ultradźwiękowych. W dwóch przypadkach, dla prędkości $1,0 V_D$ oraz $1,3 V_D$, otrzymano połączenie praktycznie ciągłe, tj. jedynie z niewielką ilością porowatości w obszarze pobudzenia oraz przy krawędziach blach (w zakresie tzw. „marginesu technologicznego”). Wady te pozostawały bez większego wpływu na własności wytrzymałościowe otrzymanych platerów [11]. W przypadku układu wytwarzanego przy największej prędkości detonacji ($1,6 V_D$), ponad 65% płyty uległo rozdzieleniu w trakcie zabiegu prostowania. Jako przedmiot dalszych analiz wybrano pozostałą część plateru, tj. wykazującą poprawny charakter złącza.

3.1. Badanie własności mechanicznych w makrostali

Układy wykonane przy zróżnicowanych prędkościach detonacji poddano badaniom mechanicznym. Zgodnie z wymogami normy EN13445-2 wykonano próbę ścinania, odrywania oraz gięcia bocznego. We wszystkich przypadkach próbki do badań pobrano z końca płyty próbnej w miejscu, gdzie panowały najbardziej stabilne warunki spajania. Próba gięcia, w której próbki odkształcano o kąt 180° pozwoliła stwierdzić, że nie wykazywały one widocznych pęknięć i rozwarstwień na granicy połączenia, tj. wskazała na poprawność wykonanego złącza. Układ wytworzony przy najmniejszej prędkości detonacji ($1,0 V_D$) wykazał wysoką wytrzymałość na odrywanie równą ~ 450 MPa, natomiast pozostałe próbki, tj. te otrzymane przy prędkościach $1,3 V_D$ oraz $1,6 V_D$ osiągnęły wartości jedynie zbliżone do 200 MPa. W pierwszym przypadku ($1,0 V_D$) oderwanie nastąpiło w materiale nakładanym, a w pozostałych przypadkach ($1,3 V_D$ i $1,6 V_D$) w złączu, co świadczy o małej wytrzymałości połączenia. Analogiczną sekwencję wyników uzyskano w próbie ścinania. Najwyższe wartości wytrzymałości na ścinanie, na poziomie

directions, respectively. The FEI FIB (FB 2000A) instrument operating at 30 kV was used.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The assessment of the presence of the eventual defects within the plates contact area of the produced bimetal systems was performed under industrial conditions with the use of ultrasound method. In two cases, i.e. for the detonation velocity of $1.0 V_D$ and $1.3 V_D$, a continuous joint was obtained, that is one with merely a few discontinuities in the investigated area. They were located at the sheet edges, within the range of the, so-called 'technological margin'. The latter did not affect the properties of the obtained clad [11]. In the case of the clad produced at the highest detonation velocity ($1.6 V_D$), up to 65% of the plate was separated during the straightening rolling procedure. The remaining part – with a joint devoid of discontinuities – was the subject of further analyses.

3.1. Mechanical tests

The systems produced for different detonation velocities underwent mechanical tests according to the requirements of the EN13445-2 standard, i.e. the shear test, peel test and side bend test were conducted. In all these cases, the samples were taken from the end of the welded plates that is from the area of the most stable welding conditions. The bending test, in which the samples were bent up to angle of 180° , showed good qualities of the joint, i.e. it did not exhibit any visible fractures or delaminations at the joint boundary. The clad manufactured at the lowest detonation velocity ($1.0 V_D$) showed high peel strength close to ~ 450 MPa, whereas the remaining samples – $1.3 V_D$ and $1.6 V_D$ – reached ~ 200 MPa. In the first case, the peeling took place in the coating material, whereas in the other cases in the joint area; the latter points to a low strength of this joint. Similar results were obtained in the shearing test. In this case, the highest strength properties – at the level of ~ 350 MPa exhibited the samples cut out of the clad created at the lowest detonation velocity V_D . With the increase of the detonation

~350 MPa, wykazała próbka wycięta z układu wytworzonego przy najmniejszej prędkości detonacji – V_D . Wraz ze wzrostem prędkości detonacji spadała wytrzymałość na ścinanie do poziomu ~320 MPa i ~280 MPa odpowiednio dla prędkości $1,3 V_D$ oraz $1,6 V_D$. Niezależnie, od zmierzonych różnic wszystkie próbki wykazywały znaczne przekroczenie wymaganej przez normę minimalnej wytrzymałości na ścinanie, która dla tego plateru wynosi 140 MPa. Zestawienie otrzymanych wyników badań mechanicznych przedstawia tabela 4. Zróżnicowanie w ilości stref przetopień w obszarze połączenia „opisane” jest współczynnikiem $RGP = A/l$, który przedstawia sumaryczny obszar stref przetopień (A) przypadający na jednostkę długości linii połączenia (l).

velocity, the shearing strength decreased – to the level of ~320 MPa and ~280 MPa for the velocity of $1,3 V_D$ and $1,6 V_D$, respectively. However, despite the strength decrease, all the samples significantly exceeded the minimal shearing strength values required by the EU standards (which equals 140 MPa for this particular plated coating system). A compilation of the obtained results of mechanical tests is presented in Table 4. The diversity in the quantity of the melted zones is ‘described’ by the $RGP = A/l$ coefficient, which depicted the summarized area (A) of the melted zones to fall on the interface unit length (l).

Tab. 4. Wartości parametrów geometrycznych charakteryzujących strefę połączenia oraz parametrów wytrzymałościowych plateru: średnia wartość wysokości (H) i długości (L) fali oraz współczynnika RGP „opisującego” udział stref przetopień, oznaczenie: (z) – utrata spójności wzdłuż linii złącza

Tab. 4. Geometrical parameters characterizing the joint area and the strength parameters of the weld: average height (H) and period (L) of the wave and the RGP coefficient ‘describing’ the fraction of the melted zone, (z) – loss of coherence along the joint line

Próbka Sample	Średnia wysokość fali H (μm) Average height of the wave H (μm)	Średnia długość fali L (μm) Average period of the wave L (μm)	RGP	R_s (MPa)	R_o (MPa)	R_m (MPa)
$1.0 V_D$	58	454	0.46	351	449	544
$1.3 V_D$	214	992	10.06	389	144(z)	562
$1.6 V_D$	148	940	54.30	281(z)	180(z)	184(z)

3.2. Analiza zmian morfologicznych strefy połączenia w makro- i mikrostopniach

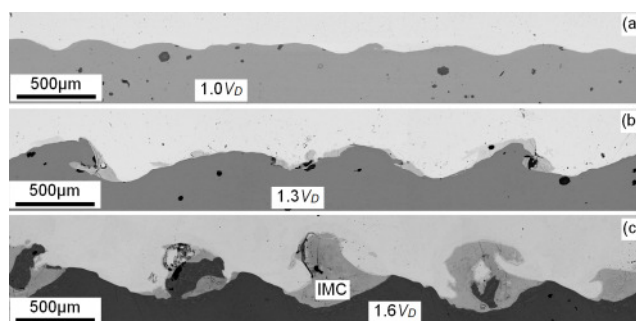
W zależności od zastosowanej prędkości detonacji uzyskano połączenie faliste o silnie zróżnicowanych parametrach, tj. okresie i amplitudzie fali. Dla najmniejszej z zastosowanych prędkości detonacji (V_D) obserwowano połączenie faliste o stosunkowo małych wartościach opisujących parametry fali i jedynie sporadycznie pojawiających się w strukturze złącza stref przetopienia (rys. 4a). Zwiększenie prędkości detonacji do $1,3 V_D$ powodowało silny wzrost amplitudy fali oraz wyraźnie zarysowane występowanie warstw przetopionych umiejscowionych głównie na grzbietach i w zawinięciach fal (rys. 4b). Dalszy wzrost prędkości detonacji, do $1,6 V_D$, powoduje nieznaczny spadek amplitudy fali, przy ekstremalnie silnym zwiększeniu obszarów zajmowanych przez strefy przetopień (rys. 4c). Z kolei

3.2. Macro- and microscale analysis of morphological changes in joint area

The detonation welding process applied with-in specified before parameters helped to produce a wavy joint of strongly diversified period and amplitude depending on the applied detonation velocity. However, the observed microstructure changes show no direct correlation with the applied velocities (Fig. 4). For the lowest applied detonation velocity (V_D), a wavy joint was characterized both by low amplitude and period with only sporadic presence of melted zones at the interface (Fig. 4a). An increase of the detonation velocity up to $1.3 V_D$ caused a strong coarsening of the waves at the joint area and made occurrence of melted zones clearly evident. The latter were located mostly at the crests and within the vortex of the waves (Fig. 4b). A further increase of the detonation velocity – up to $1.6 V_D$ –

amplituda fali dla platerów wytworzonych przy $1,3 V_D$ i $1,6 V_D$ jest zbliżona. We wszystkich analizowanych przypadkach obserwowano silne rozdrobnienie struktury w strefie połączenia stowarzyszone z wydłużeniem ziaren w kierunku przemieszczania się fali wybuchu. Opisane zjawiska szczególnie wyraźnie obserwowano w obszarze blach ze stali.

causes a slight drop of the wave amplitude. However, simultaneously, an extremely high increase of the areas occupied by the melted zones was noted (Fig. 4c). The heights of the wave, for clads produced at $1.3 V_D$ and $1.6 V_D$, are similar. All the analyzed cases involved a high refinement of the structure in the joint area, accompanied by an elongation of the grains in the direction of the explosion wave movement. The described phenomena were especially pronounced in steel sheet.



Rys. 4. Obrazy skaningowe (SEM/BSE) morfologii strefy połączenia platerów na przekroju wzdłużnym zgrzewanych przy zróżnicowanych prędkościach detonacji: (a) 2200 m/s, (b) 2800 m/s oraz (c) 3500 m/s przy zastosowaniu stałej odległości pomiędzy łączonymi płytami, tj. 6 mm; warstwa górna – Zr, warstwa dolna – stal węglowa, IMC – strefa przetopień

Fig. 4. Morphology of the joint area of plated coatings welded at diversified detonation velocities: (a) 2200 m/s, (b) 2800 m/s and (c) 3500 m/s characterized using SEM/BSE; a constant distance between the plates was used – 6 mm; longitudinal section, upper layer – Zr, lower layer – carbon steel

W obszarach przetopień obserwowano formowanie się złożonej struktury pęknięć. Makropęknięcia usytuowane były najczęściej prostopadle do powierzchni połączenia, natomiast mikropęknięcia formowały nieregularną siatkę. Podobny charakter pęknięć obserwowano także w przypadku innych układów platerów [1, 4–11].

Powierzchnia stref przetopień na długości złącza była ściśle skorelowana ze zmianami własności mechanicznych, tj. wraz ze wzrostem prędkości detonacji V_D , współczynnik RGP także wyraźnie wzrastał. Najmniejszą powierzchnię przetopień zaobserwowano w próbce wyciętej z plateru wytworzonego przy prędkości detonacji – V_D (2200 m/s), dla której współczynnik RGP wyniósł 0,54. Największą powierzchnię przetopień uzyskano w próbce wyciętej z plateru spajanego przy $1,6 V_D$. Próbką ta wykazywała najniższą wytrzymałość na odrywanie oraz rozciąganie, a współczynnik RGP osiągnął w tym przypadku bardzo wysoką wartość 54. Wartość ta ponad 5-krotnie przekraczała wartość uznawaną za maksymalną dla „dobrego” jakościowo złącza. Natomiast, dla

Similarly to other cladding systems [1, 4–11], inside the welded zones, the cracks were observed. Macro-cracks were most often oriented perpendicularly to the joint surface, whereas microcracks formed rather more irregular arrangements.

The quantity of the melted zones remains in a strict correlation with the changes in the mechanical properties. Together with the increase of the detonation velocity V_D , the RGP coefficient systematically increases. The smallest weld penetration surface was observed for the sample obtained at the detonation velocity of $V_D = 2200$ m/s, and the RGP coefficient of 0.54. The latter proves a good quality of this joint. The largest area occupied by melted zones was obtained for the $1.6 V_D$ sample, which exhibited the lowest peel and tensile strength. Also the RGP coefficient reached, in this case, the very high value of 54 (which 5 times exceeds the value assumed as a ‘good’ quality joint). In the sample cut-off from clad manufactured at detonation velocity of $1.3 V_D$,

plateru wytworzonego przy $1,3 V_D$, współczynnik RGP osiągnął wartość 10, tj. maksymalną dopuszczalną wartość dla tzw. „dobrego połączenia”.

3.3. Analiza zmian w rozkładzie umocnienia

Zmiany w rozkładzie umocnienia analizowano poprzez pomiar mikrotwardości w strefie złącza na przekroju prostopadłym do powierzchni połączenia i jednocześnie równoległym do kierunku propagacji frontu detonacji. Pomiaru wykonano na całym przekroju plateru, wzdłuż „linii skanowania” prostopadłych do powierzchni połączenia. Zmiany mikrotwardości odniesiono do zmierzonej średniej wartości mikrotwardości stali i cyrkonu przed aktem strzałowym (linia pozioma na rys. 5). Badano wpływ prędkości detonacji na zmiany w rozkładzie umocnienia w pobliżu strefy połączenia. Przeprowadzono trzy grupy analiz:

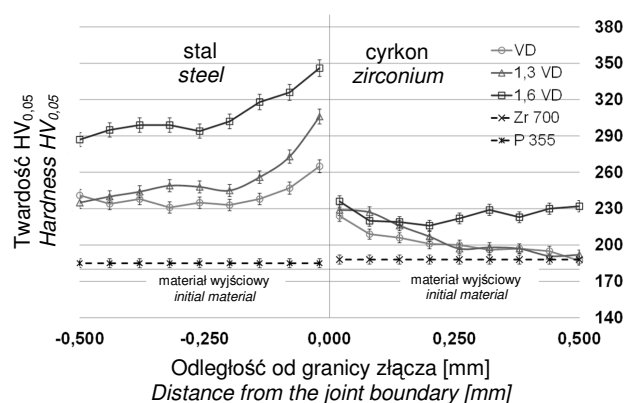
1. w pobliżu granicy połączenia (do $\pm 0,5$ mm od powierzchni rozdziału),
2. na całym przekroju łączonych płyt,
3. a także analizowano wpływ formujących się stref przetopień na zmiany umocnieniowe, tj. analizowano zmiany umocnienia w pobliżu granicy rozdziału typu – czysty metal/strefa przetopiona i odniesiono je do zmian w rozkładzie umocnienia w pobliżu granicy rozdziału typu – czysty metal/czysty metal.

the RGP coefficient reached the acceptable value of a ‘good’ joint, i.e. was close to 10.

3.3. Analysis of strain hardening changes

The changes in the strain hardening distribution were analyzed by the way of measuring the microhardness in the joint area in a section perpendicular to the clad surface and, at the same time, parallel to the direction of the detonation front propagation. The measurements were performed on the whole section of the clad, along the lines perpendicular to the interface. The changes in the microhardness were referred to the measured mean microhardness value of steel and zirconium before the bonding (horizontal line in Fig. 5). Three groups of analyses were conducted for the examination of the detonation velocity effect on the strain hardening of particular layers:

1. in the vicinity of the joint boundary (up to ± 0.5 mm from the interface),
2. on the whole section of the joined plates,
3. and in the areas including ‘thick’ melted zones aimed at differentiation between the interface of the pure metal/melted zone and the pure metal/pure metal types.



Rys. 5. Mikrotwardość wzdłuż „linii skanowania” poprzez strefę połączenia dla zróżnicowanych prędkości detonacji przy stałej odległości łączonych płyt. Rozkład mikrotwardości w obszarze bez strefy przetopień (a) oraz w pobliżu „szerokiej” strefy przetopień (b). Strefa przetopiona wykazuje znacznie wyższe wartości mikrotwardości w odniesieniu do obserwowanych w łączonych metalach (b).

Fig. 5. Microhardness along the ‘scanning line’ through the joint area for varying detonation velocities and a constant distance between the joined plates. Microhardness in the area without a weld penetration zone (a) and in the vicinity of a ‘wide’ melted zone (b).

W przypadku płyty cyrkonowej mikrotwardość w pobliżu powierzchni połączenia wzras-

In the case of the zirconium plate, the microhardness an increase in the vicinity of the joint

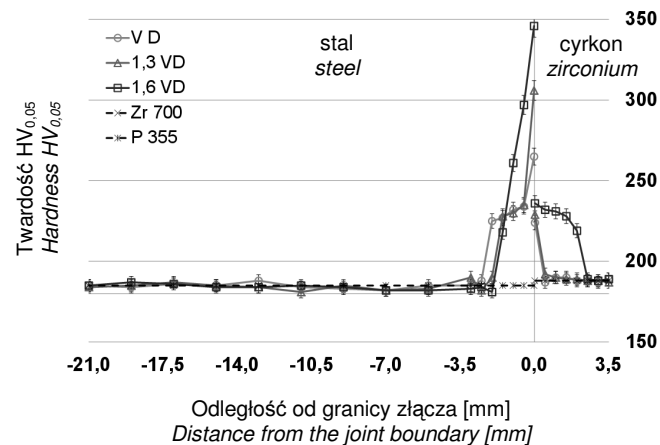
tała tylko nieznacznie w odniesieniu do materiału wyjściowego (rys. 5). Największy wzrost, tj. o ~20% odnotowano dla układu spajanego przy $1,3 V_D$. Dużo większe zmiany zaobserwowano w strefie połączenia w materiale podstawowym, tj. stali. Mianowicie, w przypadku próbki spajanej przy zastosowaniu najmniejszej prędkości detonacji ($1,0 V_D$) mikrotwardość zmierzona bezpośrednio przy granicy połączenia wzrosła o ~55% w odniesieniu do mikrotwardości materiału wyjściowego oraz o ponad 100% w przypadku układu spajanego przy zastosowaniu największej prędkości detonacji ($1,6 V_D$).

„Głębokość penetracji” umocnienia analizowano poprzez pomiar mikrotwardości na całym przekroju łączonych płyt (rys. 6). Wyniki pomiarów dla płyty cyrkonowej pokazują, że dla prędkości detonacji V_D i $1,3 V_D$, już w odległości ~0,5 mm od granicy połączenia, twardość osiąga wartości zbliżone do średniej mikrotwardości w stanie wyjściowym. Duża prędkość detonacji ($1,6 V_D$) spowodowała wzrost mikrotwardości na znacznie większej odległości od powierzchni połączenia. Dopiero w odległości ok. 2,5 mm od powierzchni połączenia mikrotwardość osiągnęła wartości charakterystyczne dla materiału w stanie wyjściowym.

W przypadku stali obserwowano zarówno większą „głębokość penetracji” umocnienia, jak i znacznie większy wpływ prędkości detonacji na wartości mikrotwardości w poszczególnych warstwach. Dla prędkości detonacji $1,0 V_D$ i $1,3 V_D$, przebieg zmian jest podobny, przy czym dobrze zarysowana jest tendencja wzrostu umocnienia dla większych prędkości detonacji. Dla najwyższej prędkości detonacji, tj. $1,6 V_D$ w odległości ~0,5 mm od granicy połączenia następuje gwałtowny spadek mikrotwardości od wartości ~350 HV do ~230 HV w odległości ~1,5 mm. Od tego miejsca przebieg zmian mikrotwardości jest porównywalny z rozkładem uzyskanym dla $1,0 V_D$ i $1,3 V_D$. W odległości ok. 3 mm od granicy połączenia, dla wszystkich trzech prędkości detonacji uzyskano twardość na zbliżonym poziomie, lecz wciąż niższym, od tego, jaki zmierzono dla materiału wyjściowego.

area was relatively low as compared to the initial material (Fig. 5). The highest increase – of about 20% – was observed for the clad welded at $1,3 V_D$. Much more significant changes were observed in the steel near the joint area, where, together with the increase of the detonation velocity, the strain hardening also significantly increased. In the case of the sample welded at the lowest detonation velocity ($1,0 V_D$), the microhardness measured directly at the joint boundary increased approximately by 55% (as referred to the microhardness of the initial values for this material) and by over 100% in the case of the system welded at the highest detonation velocity ($1,6 V_D$).

The ‘penetration depth’ of the strain hardening was analyzed by the way of microhardness measurement on the whole section of the joined plates (Fig. 6). The results of the measurements for the zirconium plate show that, for the detonation velocity of V_D and $1,3 V_D$, at the 0.5 mm distance from the joint boundary, the hardness reaches the values similar to the average microhardness value in the initial state. The high detonation velocity ($1,6 V_D$) caused an increase in the microhardness at a significantly longer distance from the joint area. In this case, the microhardness reached the values characteristic to the material in the initial state only at the distance of about 2.5 mm from the joint area. In the case of steel, we observe both a high ‘penetration depth’ of the strain hardening and a significantly stronger effect of the detonation velocity on the microhardness values in the particular layers. For the detonation velocity of $1,0 V_D$ and $1,3 V_D$, the changes are generally similar and the tendency to strain hardening increase for higher detonation velocities is well visible. For the highest detonation velocity ($1,6 V_D$), microhardness changes are quite different than those described above. At the distance of about 0.5 mm from the joint boundary, a rapid drop of microhardness – from ~350 HV to ~210HV – at the distance of 1.5 mm is observed. Only from that point, the course of the microhardness changes is comparable with the remaining two cases, i.e. those of V_D and $1,3 V_D$. In the case of steel, at the distance of about 3 mm from the joint boundary, for all the three detonation velocities, the obtained microhardness values were similar, yet different than the average hardness value of the initial material.



Rys. 6. Mikrotwardość wzdłuż „linii skanowania” poprowadzonej poprzez przekrój łączonych płyt dla różnych prędkości detonacji. Czarną przerywaną linią zaznaczono mikrotwardość materiału w stanie wyjściowym.

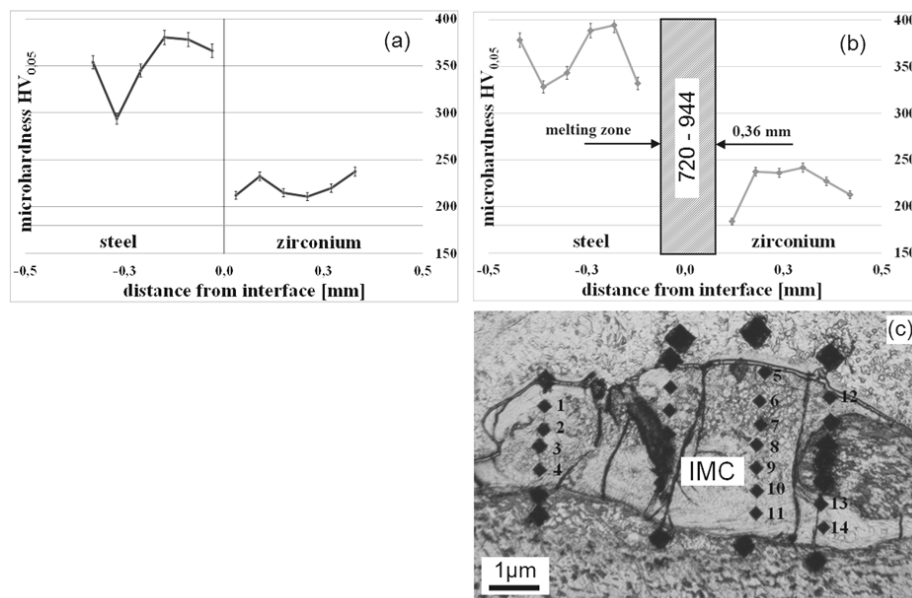
Fig. 6. Microhardness along the ‘scan line’ through the whole section of the joined plates with various detonation velocities (black broken line marks the microhardness of the material in the initial state).

Zmierzone wartości mikrotwardości pokazują, że procesy umocnieniowe przeważają nad procesami zmiękczenia wywołanymi miejscowym wzrostem temperatury. Podobne zmiany w umocnieniu warstw przy powierzchni połączenia obserwowano dla plateru Cu/Al [4], gdzie pojawienie się silnie rozdrobnionej warstwy przy powierzchni połączenia powiązane było z silnym wzrostem umocnienia. Natomiast, pomiary mikrotwardości tuż przy powierzchni rozdziału pokazują na wystąpienie „efektu relaksacyjnego”. Zjawisko to bardzo dobrze jest zilustrowane poprzez porównanie przebiegu zmian w rozkładzie mikrotwardości dla „linii skanowania” przez granicę rozdziału w miejscach, gdzie makroskopowo nie obserwuje się pojawienia stref przetopień (rys. 7a) oraz tam, gdzie strefy przetopień są wyraźnie zaznaczone (rys. 7b). Analiza ta została przeprowadzona dla płyt spajanych przy prędkości detonacji 1,6 V_D . Silny efekt relaksacyjny w rozkładzie mikrotwardości występuje w warstwach obu metali, w miejscach w pobliżu których pojawiają się „grube” strefy przetopień. Wzrost temperatury jest tam na tyle silny, że prowadzi nie tylko do uformowania się stref przetopień, ale też implikuje zajście procesu zdrowienia/rekrytalizacji, prowadząc do zmiękczenia warstw, położonych najbliżej powierzchni rozdziału.

The measured microhardness values show that the strain hardening processes dominate over the softening ones resulting from the high temperature exposure. Similar changes in the strain hardening of the layers at the joint area were observed in the Cu/Al system [4], where the occurrence of microstructure refinement also caused a strong strain hardening increase. However, the microhardness measurements directly at the ‘thick’ melted zone show the presence of a kind of ‘relaxation effect’. This phenomenon is very well illustrated when we compare the microhardness distribution along the line across the interface at the areas where there are no macroscopically observed melted zones (Fig. 7a) as well as in the locations where the ‘thick’ melted zones are clearly outlined (Fig. 7b). This analysis was performed for the plates welded at the detonation velocity of 1.6 V_D . At the joint area, a stronger relaxation effect in the microhardness occurs in the areas neighboring the melted zone. This fact can be interpreted as a result of the local stronger exposure to high temperature. The increase is strong enough to lead to the melting of the joined metals and the formation of melted zone. Simultaneously, it activates the processes of recovery in the base metals, which leads to the softening of the near-the-interface layers.

Mikrotwardość w warstwie przetopionej¹ (rys. 7c) jest zróżnicowana i dla większości punktów pomiarowych dwu-, a nawet trzykrotnie przekraczała wartości zmierzone w najbardziej umocnionych obszarach poza strefą przetopień.

The microhardness in the melted zones¹ (Fig. 7c) is diversified and – in most of the measuring points – exceeds by 2 to 3 times the values measured in the highly strain areas near the interface of bonded metals.



Rys. 7. Mikrotwardość wzdłuż „linii skanowania” poprowadzonej poprzez strefę połączenia. Rozkład mikrotwardości w obszarze (a) bez strefy przetopień oraz (b) w pobliżu „szerokiej” strefy przetopień; (c) mikrostruktura strefy przetopień na przekroju wzdłużnym obserwowana z wykorzystaniem mikroskopii optycznej wraz z pomiarem mikrotwardości, mikrostruktura obserwowana na przekroju wzdłużnym w skali mikroskopii optycznej (wartości mikrotwardości zawarto w tabeli 5); IMC – strefa przetopień

Fig. 7. The microhardness along the ‘scanning line’ through the joint area characterizing the area (a) without a weld penetration zone and (b) in the vicinity of a ‘wide’ melted zone; (c) microstructure of the weld penetration zone observed in the scale of optical microscopy (precise measurements results are presented in Table 5) IMC – melted zone

Tab. 5. Rozkład mikrotwardości w obszarze strefy przetopionej (zastosowano obciążenie 200 G)

Tab. 5. Microhardness in the weld penetration zone (load of 200 G)

Nr punktu No. of point	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
HV200	547	659	689	793	853	822	832	831	832	864	689	729	612	823

3.4. Analiza zmian strukturalnych w strefie połączenia

Szczegółowa analiza zmian strukturalnych, jakie dokonują się w pobliżu granicy rozdziału łączonych płyt została przeprowadzona z wykorzystaniem mikroskopii transmisyjnej, na foliach „wycinanych” wiązką jonów galu (technika FIB). Analizowano układ płyt spajanych przy zastosowaniu prędkości detonacji – 2200 m/s (V_D).

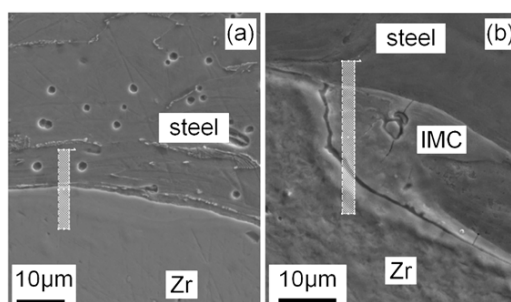
3.4. Nano-scale analysis of microstructure changes in the welded area

A detailed analysis of the microstructure changes which take place in the vicinity of the boundary surface of the joined plates was performed with the use of TEM, on foils ‘cut-out’ by means of a gallium ion beam (FIB technique). The analysis covered the clad welded with the use of the detonation velocity of 2200 m/s (V_D). The areas

¹ pomiar mikrotwardości w strefie przetopień wykonano przy obciążeniu 200 G

¹ microhardness measurement performed with the load of 200 G

Miejsca z których wycinano cienkie folie pokazano na obrazach uzyskanych z wykorzystaniem mikroskopii skaningowej (rys. 8). W tej części badań główna uwaga skoncentrowana była na porównaniu zmian, jakie występują w obszarze połączenia bez makroskopowo obserwowanej strefy przetopień (rys. 8a) oraz tych, które obserwowano w pobliżu „szerokiej” strefy przetopień (rys. 8b). Uzyskane wyniki powiązane zostały z odnotowanymi wcześniej efektami relaksacyjnymi w rozkładzie mikrotwardości, w najbliższym sąsiedztwie granicy rozdziału.



Rys. 8. Mikrostruktury w obszarze połączenia obserwowane na przekroju wzdłużnym w skali skaningowej mikroskopii elektronowej pokazujące obszary wycinania próbek w miejscach: (a) bez strefy przetopień oraz (b) z szeroką strefą przetopień (IMC)

Fig. 8. SEM images presenting microstructure of the areas where the samples were cut out: (a) without a weld penetration zone, (b) with a wide melted zone (IMC)

Niezależnie od analizowanego miejsca obraz struktury dyslokacyjnej w obydwu łączonych metalach jest podobny, a wewnątrz strefy przetopionej wykazuje mieszany, amorficzno-drobnokrystaliczny charakter. Rysunek 9 przedstawia „szeroką” strefę przetopień o grubości ok. 1,5 mm, ograniczoną dwoma granicami typu czysty metal/strefa przetopiona. Wyniki analiz prowadzonych w oparciu o wykorzystanie TEM można podsumować następująco:

- w warstwie przetopień nie stwierdzono pęknięć, tak charakterystycznych dla obrazu struktury obserwowanej w makro- i mikroskali [11].
- W „szerokiej” strefie przetopień występuje zarówno faza amorficzna, jak i ultra drobnokrystaliczna. Zaobserwowano, że procesy krystalizacji z fazy amorficznej dominują w obszarach przy obydwu powierzchniach rozdziału, a zarodkowanie nowych krystalitów we wnętrzu strefy przetopień jest mniej intensywne. Rozmiary krystalitów zarodkujących z fazy amorficznej są silnie zróżnicowane, ale zwykle mieściły się w zakresie 20–80 nm.

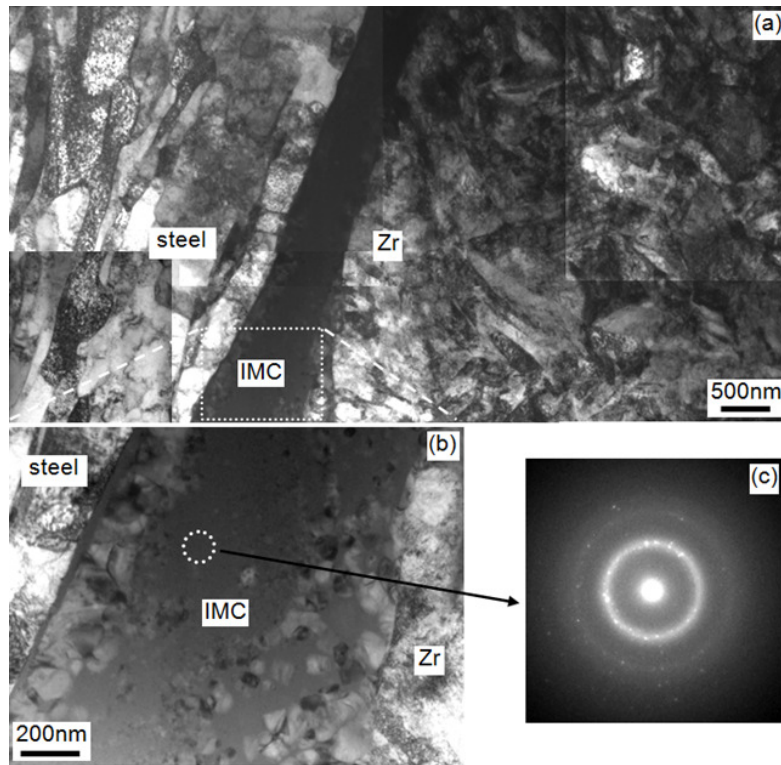
from which the thin foils were cut out are shown on the SEM microstructures (Fig. 8). The analysis was aimed at comparing changes in the joint area which take place far from macroscopically observed melted zones (Fig. 8a) with those observed in the vicinity of the relatively ‘wide’ melted area (Fig. 8b). The obtained results are correlated with the previously recorded relaxation effects in the microhardness distribution, in the nearest vicinity of the boundary surface.

Independently of the analyzed area, the dislocation structures formed in both joined metals are similar and the inside of the welded zone exhibits a mixed amorphous and fine crystalline character. Figure 9 presents the ‘relatively wide’ melted zone, ~1.5µm thick, limited by two boundaries of the pure metal/melted zone type. The most important features of the observed microstructure can be summarized as follows:

- *crack-less character of the melted zone, which are also characteristic for the structure image in the macro- and microscale.*
- *Structure of the melted zone is composed both of an amorphous and ultra fine crystalline phases. The crystallization processes in the amorphous phase dominate in the areas at both interfaces, and the nucleation of new grains inside the joint penetration area is less frequent. The new crystallites, which nucleate from the amorphous phase, are of strongly varied size, i.e. from 20 nm to 80 nm.*

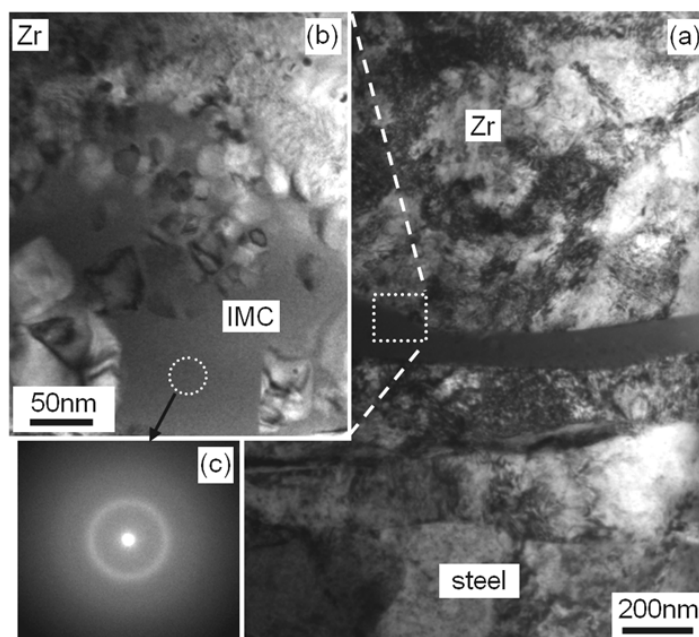
– Mikrostruktura płyt w pobliżu powierzchni połączenia, wykazywała wyraźne cechy znacznego umocnienia. W stali obserwowano obecność silnie wydłużonych komórek dyslokacyjnych z dużym nagromadzeniem dyslokacji przy ich granicach. Natomiast, w płycie Zr dominowały nieregularne układy dyslokacji na tle, których sporadycznie występowały bliźniaki odkształcenia. W przypadku bardzo cienkiej strefy przetopień (rys. 10), obrazy mikrostruktury były bardzo podobne w odniesieniu do sytuacji opisanej powyżej.

– *Microstructure of the joined metals exhibited clear characteristics of significant strain hardening. In steel, a structure of strongly elongated dislocation cells dominates with high densities of dislocations at the boundaries. The inside of the dislocation cells showed evidence of recovery processes, which diminish the dislocation density. As regards the Zr plate, its microstructure was dominated by irregular dislocation arrangements and an occasional presence of deformation twins. In the case of the thin layer of melted zone (Fig. 10), no significant changes were observed as referred to the case described previously, except for the fact that the structure of steel did not show any recovery effects.*



Rys. 9. (a) Mikrostruktura obserwowana w skali transmisyjnej mikroskopii elektronowej pokazująca wnętrze strefy przetopienia (IMC) oraz warstw metali przy powierzchni połączenia w platerze wytwarzanym przy prędkości detonacji 3500 m/s; (b) powiększenie wnętrza strefy przetopień obrazujące formowanie się obszarów o charakterze amorficznym i ultra-drobnokrystalicznym; (c) dyfrakcja (SAD) z obszaru strefy przetopienia dokumentująca jej amorficzną naturę

Fig. 9. TEM images presenting microstructure of an interfacial area of the clad produced with the detonation velocity of 3500 m/s: (a) of the joint area including the Zr layers, the melted zone and the carbon steel layer, (b) detail from (a) showing the inside of the melted zone and the formation of amorphous and ultrafine-crystalline areas; (c) SAD from the area of solidified liquid confirming its partly amorphous nature



Rys. 10. (a) Mikrostruktura obserwowana w skali transmisyjnej mikroskopii elektronowej przedstawiająca formowanie się strefy przetopień (IMC) w platerze wytwarzanym przy prędkości detonacji 2200 m/s; (b) powiększenie wnętrza strefy przetopień obrazujące formowanie się obszarów o charakterze amorficznym i ultra-drobnokrystalicznym; (c) dyfrakcja (SAD) z obszaru strefy przetopienia potwierdzająca pokazującą jej amorficzną naturę

Fig. 10. TEM images presenting microstructure of a weld penetration zone in a clad produced with the detonation velocity of 2200 m/s: (a) of the joint area including the Zr, melted zone and carbon steel layer, (b) a detail from (a) showing the inside of the melted zone and the formation areas amorphous and ultrafine-crystalline areas, (c) SAD from the area of solidified liquid confirming its partly amorphous nature

3.5. Analiza zmian składu chemicznego w nano-skali

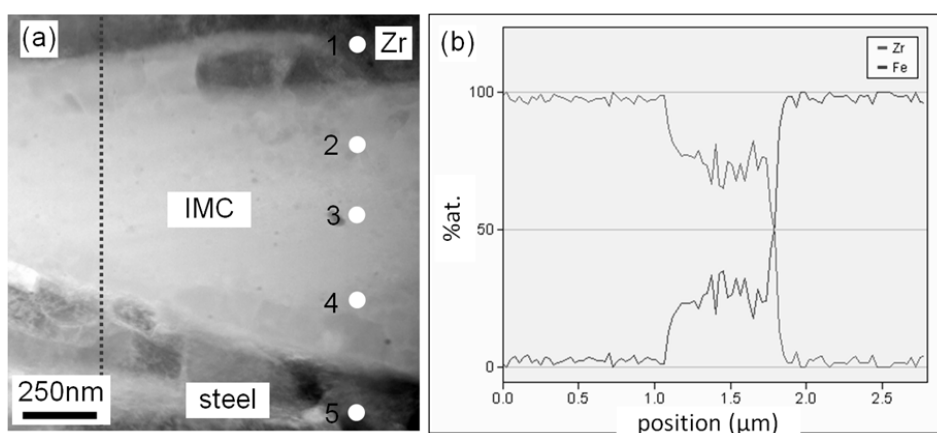
Analizę zmian składu chemicznego we wnętrzu strefy przetopień prowadzono z wykorzystaniem mikroskopu transmisyjnego ze zintegrowanym systemem EDX w oparciu o „linie skanowania” (prostopadle do powierzchni połączenia) oraz o analizy punktowe w selektywnie wybranych miejscach. Rysunek 11a przedstawia obraz mikrostruktury uzyskany w trybie skaningowym (HAADF/STEM), na którym zaznaczono miejsca pomiarów koncentracji głównych pierwiastków, tj. Fe i Zr. Analiza punktowa uwiadcza „niejednorodne” wymieszanie obydwu pierwiastków, w większości przypadków bez widocznego związku z odległością od łączonych płyt. W strefie przetopień zaobserwowano dominację fazy o składzie chemicznym zbliżonym do $ZrFe_2$. Jednakże, jak pokazano to w tabeli 6, obserwowane są także obszary charakteryzujące się silnie odmiennym składem chemicznym. W przypadku występowania kilku warstewek strefy przetopień usy-

3.5. Chemical composition measured in nano-scale

The measurements of the chemical composition inside the melted zone were performed along the ‘scanning lines’ or at pre-determined points in selectively chosen areas. Figure 11a presents the image of the microstructure obtained in the scanning-transmission mode (HAADF/STEM). It carries also markings of the points, where the concentrations of the dominating elements, that is Fe and Zr, were measured with the use of a TEM/EDX. This local chemical analysis indicated a ‘non-uniform’ mixing of phases, having no clear interrelation with the distance from the joined plates. In that case, most of analyzed crystallites had their chemical composition close to that of the $ZrFe_2$ compound. However, on few occasions significant fluctuations of the chemical composition were also observed (Table 6). In the presence of a few layers of melted zones located in parallel to the plane of joining, a higher concentration of Zr in Fe was observed for the layers situated in the vicinity of the Zr plate. On the other

tuowanych równoległe do powierzchni rozdziału, w większości przypadków, większą koncentrację Zr obserwowano dla warstw usytuowanych w pobliżu płyty Zr oraz zubożenie w pobliżu płyty stalowej. Niejednorodności składu chemicznego obserwowane były także w obrębie poszczególnych warstewek.

hand there was a lower concentration of these elements in the vicinity of the Fe plate. Non-homogeneous distribution of the elements was also observed within the particular layers. Similar changes have been previously recorded for the Cu/Al system [4].



Rys. 11. Zmiany składu chemicznego w strefie połączenia zmierzone w nanoskali: (a) obraz skaningowo-transmisyjny (STEM/HAADF) mikrostruktury warstwy przetopionej (IMC) oraz obszarów łączonych blach bezpośrednio przylegających do granicy rozdziału (skład chemiczny zmierzony w punktach 1–5 podano w tabeli 6), (b) zmiany składu chemicznego przy przejściu poprzez strefę przetopień wzdłuż „linii skanowania” zaznaczonej na (a)

Fig. 11. STEM images presenting microstructure of: (a) the melted zone and the areas of the joined metal sheets which directly adhere to the interface (chemical composition measured in points 1–5 marked on (a) included in table 6), (b) chemical composition changes at the crossing point through the weld penetration zone along the ‘scanning’ line marked on (a)

Tab. 6. Zmiana składu chemicznego zmierzona w punktach pokazanych na rys. 11a (analizowano zawartość Fe i Zr w %at., pomiary TEM/EDX)

Tab. 6. The chemical composition measured in the points shown in Fig. 11a. (content of Fe and Zr analyzed in %at., TEM/EDX measurements)

Nr punktu No. of point	1	2	3	4	5
Zr (at.%)	99.57	69.43	65.71	66.18	99.88
Fe (at.%)	0.43	30.57	34.29	33.82	0.12

Wyniki pokazane na rys. 11b przedstawiają zmianę koncentracji (w %at.) obydwu pierwiastków w „funkcji” położenia wiązki, dla „linii skanowania” poprowadzonej poprzez strefę przetopień. Pomimo występowania fluktuacji koncentracji Zr i Fe (nawet na odległościach kilkadziesiąt nanometrów) skład chemiczny w obszarze strefy przetopień zbliżony był do $ZrFe_2$ (tab. 6).

The results shown in Fig. 11b present the concentration of both elements (in %at.) for the ‘scanning line’ which runs across the melted zone. Despite the fluctuations in the Zr and Fe concentration (even at the distances of a few tens or hundreds of nanometers) the chemical composition of the melted zone was similar and ‘close’ to $ZrFe_2$ (Tab. 6).

4. PODSUMOWANIE

W pracy badano zmiany występujące w strefie połączenia dwuwarstwowych układów blach ze stali P355NL2 (płyta bazowa) oraz stopu Zr700 (płyta lotna) spajanych z wykorzystaniem energii wybuchu. Z punktu widzenia wymagań stosowanych obecnie norm, wszystkie badane układy warstwowe charakteryzowały się zadawalającymi własnościami wytrzymałościowymi dla takich połączeń. Główną uwagę skoncentrowano na analizie wpływu prędkości detonacji na zmiany umocnienia w łączonych płytach w pobliżu powierzchni połączenia.

Dla wybranych przypadków platerów analizowano także zmiany mikrostruktury oraz zmiany składu chemicznego w strefie przetopień. Stwierdzono, że ze wzrostem prędkości detonacji wzrastały parametry opisujące „falowanie” powierzchni połączenia, tj. okres i amplituda fali, oraz silnie zwiększała się powierzchnia zajmowana przez strefy przetopień (wzrost współczynnika *RGP*). Proces spajania prowadził do miejscowego nadtopienia łączonych metali, co z kolei powodowało zarodkowanie w strefie przetopień faz o dużej twardości. Wnętrze strefy przetopień złożone jest z mieszaniny faz ultra drobnokrystalicznych i amorficznych, a ich skład chemiczny najczęściej zbliżony był do $ZrFe_2$. Wzrost wartości współczynnika *RGP*, związany ze zwiększoną ilością „grubych” stref przetopień implikował obniżenie własności wytrzymałościowych plateru.

Lokalny wzrost temperatury, prowadzący do uformowania się „grubych” stref przetopień powodował także silne efekty „zdrowieniowe” w mikrostrukturze łączonych metali w warstwach umiejscowionych przy powierzchni połączenia prowadzące do obniżenia twardości. Efekt zmiękczenia był tym silniejszy, im większa objętość łączonych metali uległa przetopieniu.

W strefach bezpośrednio przylegających do płaszczyzny rozdziału płyt występuje silne rozdrobnienie mikrostruktury. Efekt ten wyraźniej zaznaczony był w stali, gdzie obserwowano znacznie grubszą warstwę o ultra drobnym ziarnie. Szczególnie uprzywilejowanymi miejscami pojawienia się strefy drobnokrystalicznej były grzbiety fali.

4. SUMMARY

The work examined the changes which take place near-the-interface between two-layered clad made of the P355NL2 steel (base plate) and the Zr700 alloy (flyer plate) welded with the use of the energy of explosion. The analysis covered the effect of the detonation velocity on the strain hardening of particular layers of the clad, as well as the microstructural and the chemical composition changes. As far as the requirements of the proper norm derived for such joints are concerned, all the examined laminar systems presented 'satisfactory' strength properties.

*The changes in the microstructure, chemical composition and phase composition as well as in the strain hardening of particular layers were examined on the samples in the state 'after welding'. It was stated that together with the increase of the detonation velocity (energy of explosion), the parameters describing the wave (period and amplitude) also increased. Simultaneously, there was a strong increase of the interface area ratio occupied by the melted zones (increase of the *RGP* coefficient). In the performed analysis, the key issues are the transformations caused by the 'dynamic' temperature changes. The process of welding leads to a cyclic, local melting of the joined metals, which next causes the formation of amorphous/ultra fine crystalline pockets.*

The local temperature increase also 'generated' structural changes in the microstructure of the joined plates, in the near-the-interface layers. It causes relatively strong 'recovery' effects in the 'microstructure' of the layers at the joint surface. Additionally, they are the more extensive, the higher the volume of the melted zone.

The microstructure of the inside of the melted zones was characterized by the mixture of ultrafine-crystalline and amorphous phases. Their chemical composition was similar and close to that of $ZrFe_2$. In the areas directly adhering to the interface, both in steel and the Zr700 alloy, a strong refinement of the structure was observed. However, a much thicker layer of an ultrafine-grained area was observed in the former. The most privileged locations with the presence of the fine-grained area were the crests of the wave.

The tests performed in the nano-scale backed with the use of TEM microstructure examinations

W „poprawnie” wykonanym platerze, pomiędzy łączonymi płytami zawsze występuje strefa (warstwa) przetopiona, która „skleja” łączone metale. Prowadzi to do wniosku, że strefa przetopień może przybierać formę zarówno pojedynczych izolowanych inkluzji o wielkości silnie uzależnionej od zastosowanych technologicznych parametrów procesu spajania, jak i występować w postaci cienkiej „warstwy ciągłej”.

W ocenie autorów, obecność „ciągłej warstwy przetopienia” pomiędzy łączonymi blachami jest kluczowa dla osiągnięcia wymaganych parametrów wytrzymałościowych plateru. Warstwa ta, o grubości mierzonej w dziesiątkach nanometrów dobrze „spaja” łączone blachy, a jej wnętrze nie zawiera pęknięć.

made it possible to draw an important conclusion concerning the mechanisms responsible for the occurrence of a ‘good’ quality joint. Namely, it was observed that, in the ‘properly’ produced clad, there is always a melted layer, which ‘glues’ the joined metals. The melted zone can appear in the form of single isolated pockets (the size of which is strongly dependent on the applied technological parameters of welding) or as the very thin continuous layer.

In the opinion of the Authors, the presence of a thin continuous layer between the joined metal sheets is the key to achieving the required strength parameters of the joint. This layer (with no cracks inside it), of the thickness measured in tens of nanometers, ‘welds’ the joined metal sheets.

PODZIĘKOWANIA

Praca niniejsza finansowana była częściowo przez Narodowe Centrum Nauki (NCN) w ramach realizacji projektów badawczych nr: UMO-2012/04/M/ST8/00401, NN507 457839 oraz NN507 457839.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was partially supported by the Polish National Centre of Science (NCN), projects no: UMO-2012/04/M/ST8/00401 and NN507 457839 and NN507 457839.

LITERATURA / REFERENCES

- [1] Błazynski T.Z.: *Explosive Welding. Forming and Compaction*. Applied Science Publishers LTD, New York 1983.
- [2] Dya H., Maranda A., Trębiński R.: *Technologie wybuchowe w inżynierii materiałowej*. Wydawnictwo WMiIM Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2001.
- [3] Findik F.: *Recent developments in explosive welding*. *Materials and Design* No. 32 (2011), s. 1081–1093.
- [4] Paul H., Litynska-Dobrzynska L., Prażmowski M.: *Microstructure and phase constitution near the interface of explosively welded aluminum/copper plates*. *Metall. Mater. Trans. A* No. A44 (2013), s. 3836–3851.
- [5] Song J., Kostka A., Veehmayer M., Raabe D.: *Hierarchical microstructure of explosive joints: Examples of titanium to steel cladding*. *Mat. Sci. Engn. A* No. A528 (2011), s. 2641–2647.
- [6] Paul H.: *Interfacial reactions during explosive bonding*. *Mater. Sci. Forum* (2014), będzie opublikowane / to be published.
- [7] Prażmowski M., Paul H., Bański R.: *Wpływ wybranych parametrów zgrzewania wybuchowego na własności i strukturę bimetalu cyrkon - stal węglowa*. *Rudy i Metale Nieżelazne* R. 56 nr 11 (2011), s. 697–703.
- [8] Prażmowski M., Paul H., Rozumek D., Marcisz E.: *Influence of the microstructure near the interface on the fatigue life of explosively welded (carbon steel)/Zr clads*. *Key Engineering* No. 592–593 (2014), s. 704–707.
- [9] Paul H., Prażmowski M., Morgiel J., Faryna M., Skuza W.: *Przemiany fazowe w strefie połączenia blach zgrzewanych z wykorzystaniem energii wybuchu*. *Rudy i Metale Nieżelazne* R. 58 nr 11 (2013), s. 603–610.
- [10] Prażmowski M., Paul H., Zok F.: *Wpływ obróbki cieplnej na własności oraz strukturę bimetalu cyrkon/(stal węglowa) wykonanego technologią zgrzewania wybuchowego*. *Rudy i Metale Nieżelazne* R. 58 nr 11 (2013), s. 644–651.
- [11] Prażmowski M.: *Badanie mechanizmów odkształceń i przemian strukturalnych układów z materiałów stalowych platerowanych metodą zgrzewania wybuchowego stopem cyrkonu Zr700*. Sprawozdanie z realizacji projektu NCN Nr: N N507 457 839, Opole 2014, s. 1–90.