



## Badania plastometryczne i mikrostrukturalne stopów Fe-28Al-Cr i Fe-38Al

### *Plastometric and microstructure tests of alloys Fe-28Al-Cr and Fe-38Al*

Iwona Bednarczyk\*

Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Instytut Inżynierii Materiałowej, ul. Krasińskiego 8b, 40-019 Katowice, Poland

#### Informacje o artykule

Zgłoszenie: 25.04.2018  
Recenzja: 11.02.2019  
Akceptacja: 30.06.2019

#### ORCID iD

<https://orcid.org/0000-0001-7619-0355>

#### Streszczenie

Stopy na bazie uporządkowanych faz międzymetalicznych, tzw. intermetaliki, należą do grupy materiałów metalicznych o właściwościach pośrednich pomiędzy metalami a ceramiką. Szczególne zainteresowanie ze względu na korzystne właściwości znalazły stopy na osnowie faz międzymetalicznych Fe<sub>3</sub>Al i FeAl z układu Fe-Al. W artykule przedstawiono wpływ parametrów odkształcenia plastycznego na zmiany mikrostruktury stopów z układu Fe-Al. Odkształcenie realizowano w próbie osiowosymetrycznego ściskania na symulatorze Gleeble 3800, przy temperaturze w zakresie od 600 do 1200°C, z prędkością odkształcenia 0,1, 1,0 i 10,0 s<sup>-1</sup>. Na podstawie zależności naprężenia uplastyczniającego od odkształcenia wyznaczono maksymalne wartości naprężenia uplastyczniającego oraz odkształcenia odpowiadającego temu naprężeniu w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia. W celu obliczenia wartości parametru Zenera-Hollomona Z, czyli skorygowanej ze względu na temperaturę prędkości odkształcenia obliczono energię aktywacji Q procesu odkształcenia plastycznego. Przeprowadzono analizę mikrostruktury z użyciem mikroskopii świetlnej i elektronowej stopów Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al w stanie odlewanym i po wyżarzaniu ujednorodniającym oraz po osiowosymetrycznym ściskaniu. Z analizy mikrostruktury wynika, że występują odmienne procesy odbudowy struktury dla stopów Fe-28Al-5Cr oraz Fe-38Al. Dla stopu Fe-28Al-5Cr dominującym procesem odbudowy struktury jest zdrowienie dynamiczne, a dla stopu o wyższej zawartości aluminium Fe-38Al dominuje rekrytalizacja dynamiczna. Otrzymane wyniki badań plastyczności, analizy ilościowej i jakościowej substruktury oraz opis zjawisk zachodzących w trakcie odkształcenia na gorąco istotnie wpłyną na uzupełnienie dotychczasowej wiedzy o stopach na osnowie faz międzymetalicznych z układu Fe-Al.

**Słowa kluczowe:** stopy z układu Fe-Al, mikrostruktura, próba osiowosymetrycznego ściskania, procesy odbudowy struktury

#### Article info

Received: 25.04.2018  
Reviewed: 11.02.2019  
Accepted: 30.06.2019

#### ORCID iD

<https://orcid.org/0000-0001-7619-0355>

#### Abstract

*Alloys based on systematic intermetallic phases belong to a group of metallic materials which share the characteristics of metals and ceramics. On account of the highly advantageous properties, the Fe-Al intermetallic phase-based alloys, i.e. Fe<sub>3</sub>Al and FeAl, are considered particularly interesting. This article provides a discussion on the effect of plastic strain parameters on changes to the microstructure of the Fe-Al system alloys. The plastic strain was achieved in a test of axial-symmetric compression using the Gleeble 3800 simulator at temperatures ranging from 600°C to 1200°C with the strain rate of 0.1; 1.0 and 10.0 s<sup>-1</sup>. Based on the dependences between flow stress and strain thus established,*

\* Autor do korespondencji. Tel.: +48 32 603 43 75; e-mail: iwona.bednarczyk@polsl.pl

\* Corresponding author. Tel.: +48 32 603 43 75; e-mail: iwona.bednarczyk@polsl.pl

*it was possible to determine the maximum flow stress as well as the value of strain corresponding to this stress for different temperatures and strain rates. In order to calculate the Zener-Hollomon parameter  $Z$  which is deformation speed corrected due to temperature there was activation energy  $Q$  of the plastic deformation process calculated. The microstructure of the Fe-28Al-5Cr and the Fe-38Al alloy was analysed after casting and homogenising, and following the test of axial-symmetric compression using light and electron microscopy techniques. With reference to results of the microstructure analysis, it was evidenced that the Fe-28Al-5Cr and the Fe-38Al alloy displayed disparate processes of structure recovery. The predominant structure recovery process for the Fe-28Al-5Cr alloy is known as dynamic recovery, while for the Fe-38Al alloy with a higher aluminium content, dynamic recrystallisation was proved to be dominant. The results produced by the plasticity tests, an analysis of the substructure as well as a description of the phenomena that took place during hot strain will exert significant influence on expanding the current state of knowledge about the Fe-Al intermetallic phase-based alloys.*

**Keywords:** Fe-Al intermetallic phase-based alloys, microstructure, axial-symmetric compression test, structure recovery processes

## 1. WPROWADZENIE

W ciągu ostatnich dwóch dziesięcioleci wiele ośrodków naukowo-badawczych w kraju i zagranicą prowadzi badania nad stopami z układu Fe-Al na osnowie faz międzymetalicznych. Zaawansowane są prace nad otrzymywaniem, przetwarzaniem, oceną zmian właściwości intermetalali w warunkach eksploatacji, a także badania o charakterze podstawowym dla stopów z układu Fe-Al, Ni-Al i Ti-Al [1–4]. Szczególnym zainteresowaniem cieszą się stopy na osnowie faz międzymetalicznych z układu Fe-Al, których osnowę stanowi faza  $Fe_3Al$  o strukturze  $DO_3$  i  $FeAl$  o strukturze B2. Materiały te przeznaczone są do spełniania określonej roli w urządzeniach o największych wymaganiach współczesnej techniki i należą do jednych z nielicznych, które pozwalają utrzymać ekstremalnie wysoki poziom parametrów użytkowych, w tym głównie żaroodporności w ramach przyjętych kryteriów wytrzymałościowych i ekonomicznych. Takie walory użytkowe czynią stopy na osnowie faz międzymetalicznych z układu Fe-Al jednymi z bardziej perspektywicznych i atrakcyjnych materiałów XXI wieku, które powinny znaleźć zastosowanie również w Polsce [5–9]. Realizowane dotychczas badania dotyczą głównie doboru składu chemicznego i optymalizacji technologii wytwarzania w celu poprawy właściwości użytkowych [10–15]. Rozwój tej grupy materiałów oraz ich wdrożenie do produkcji przemysłowej uwarunkowane jest jednak poprawą podatności do kształtowania plastycznego zarówno przy temperaturze pokojowej, jak i w warunkach prze-

## 1. INTRODUCTION

*Many domestic and foreign science and research centres have studied intermetallic phase-based alloys over the last two decades. They have attained considerable advancement in producing, processing, assessing changes to the properties of intermetallics under service conditions as well as basic testing of alloys representing the Fe-Al, Ni-Al and Ti-Al systems [1–4]. Alloys on intermetallic phase matrix from Fe-Al system, where the matrix is  $Fe_3Al$  with structure  $DO_3$  and  $FeAl$  with structure B2 are particularly interesting for scientists. Such materials are meant for serving a certain role in the devices with highest possible requirements of modern technology and are some of the small number of material groups which can sustain extremely high level of application parameters, including mainly heat resistance within the approved criteria of strength and economy. Such application features make the alloys on intermetallic phase matrix from Fe-Al system some of the most attractive and long-range materials of 21<sup>st</sup> century which should be considered interesting also on the Polish market [5–9]. The tests conducted so far concern mainly the choice of chemical composition and technology of manufacturing optimisation in order to improve the utilitarian properties [10–15]. However, both the development of this group of materials and their implementation in industrial production entails improvement in terms of their formability at room temperature as well as under conditions of hot plastic working [14–17]. This paper addresses an analysis of the effect of*

róbki plastycznej na gorąco [14–17]. W przedstawionej pracy analizowano wpływ parametrów odkształcenia na zmiany mikrostruktury stopu Fe<sub>3</sub>Al o zawartości 28% at. i stopu FeAl o zawartości 38% at. aluminium podczas wysokotemperaturowego odkształcenia.

## 2. MATERIAŁ DO BADAŃ

Z układu równowagi fazowej Fe-Al, spośród kilku występujących faz mogących stanowić osnovę potencjalnych tworzyw konstrukcyjnych, na szczególną uwagę zasługują fazy: Fe<sub>3</sub>Al (23–36% at. Al) i FeAl (36–50% at. Al) [7,11]. Do badań wytypowano dwa stopy Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al o składzie chemicznym podanym w tab. 1. Do składu chemicznego badanych stopów, oprócz podstawowych pierwiastków (Al i Fe), celowo wprowadzono molibden wpływający na poprawę wytrzymałości przy wysokiej temperaturze. Dla zmniejszenia wielkości ziarna po procesie krystalizacji oraz zwiększenia wytrzymałości granic ziarn wprowadzono modyfikator w postaci cyrkonu (0,05% at.). Dodatek chromu miał na celu poprawę plastyczności oraz uzyskanie umocnienia stopu Fe-28Al-5Cr [6, 7].

*strain parameters on formability and changes to the microstructure of the Fe<sub>3</sub>Al alloy with the aluminium content of 28% as well as the FeAl alloy with the aluminium content of 38% subject to high-temperature strain.*

## 2. RESEARCH MATERIAL

*In the Fe-Al system of phase equilibrium (Fig. 1), among several phases which may form a matrix for potential structural materials to be developed, the following phases deserve special attention: Fe<sub>3</sub>Al (23–36% at. Al) and FeAl (36–50% at. Al) [7,11]. Two alloys representing the Fe-Al system were chosen for testing, namely Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al with the chemical composition provided respectively in Tab. 1. The chemical composition of the alloys subject to testing contained not only basic elements (Al and Fe), deliberately implemented in order to improve resistance in high temperature but also molybdenum which was introduced to improve their resistance to high temperature, while the zirconium modifying agent (0.05% at.) was introduced to break down the post-crystallisation grain, and this addition was also intended to improve the strength of grain boundaries. Addition of chromium was aimed at improvement of plasticity and achievement of hardening of alloy Fe-28Al-5Cr [6, 7].*

Tab. 1. Skład chemiczny stopów z układu Fe-Al

*Tab. Chemical composition of Fe-Al alloys*

Symbol stopu Alloy symbol	Skład chemiczny / Chemical composition [% at.]						
	Al	Cr	Zr	Mo	C	B	Fe
Fe-28Al-5Cr	28,00	5,00	0,05	—	0,10	0,01	66,84
Fe-38Al	38,00	—	0,05	0,20	0,10	0,01	61,64

Wytopy wykonano w indukcyjnym piecu próżniowym typu IS5/III firmy Leybold-Heraeus z zastosowaniem ubijanego tygla magnezytowego (ze spinelu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·MgO). Proces prowadzono w próżni rzędu 0,5–1,0 Pa. Po nagraniu stopów do temperatury 1550°C dwukrotnie je przetopiono, a następnie odlano do zimnych form grafitowych. Otrzymane wlewki o średnicy 25 mm i długości 300 mm podano wyżarzaniu ujednorod-

*Test heats were developed in the IS5/III vacuum induction furnace by Leybold-Heraeus using a rammed magnesite crucible (made of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·MgO spinel). The process was conducted in vacuum range of 0.5–1.0 Pa after heating to a temperature of 1550°C, the alloys were re-melted twice and then underwent casting to cold graphite moulds. There were ingots achieved sized 25 mm and length of 300 mm. The ingots were sub-*

niającemu poprzez wygrzewanie przy temperaturze 1000°C przez 48 godzin z następnym chłodzeniem z piecem. Wyżarzanie ujednorodniające prowadzono w piecu Carbolite w próżni rzędu  $10^{-5}$  Pa.

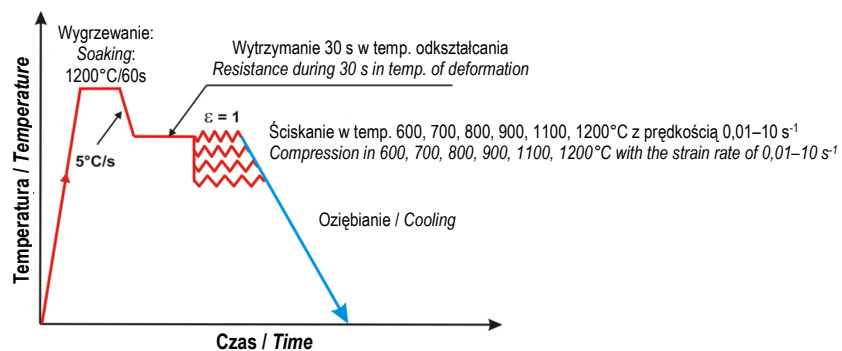
### 3. BADANIA PLASTOMETRYCZNE

Z otrzymanych wlewków wykonano próbki do prób ściskania na gorąco w postaci walców o średnicy  $d_0$  równej 10 mm i wysokości  $h_0$  równej 12 mm. Próby osiowosymetrycznego ściskania realizowano przy temperaturze z zakresu od 600 do 1200°C z prędkością odkształcenia 0,1, 1,0 i 10,0 s<sup>-1</sup>. Próbki nagrzewano do temperatury 1200°C, następnie chłodzono do temperatury odkształcenia, a po odkształceniu oziębiano. Schemat realizowanej próby ściskania przedstawiono na rys. 1.

ject to homogenising treatment through soaking of 1000°C for 48 hours and next cooling with furnace. Homogenising treatment was performed in Carbolite furnace in vacuum range  $10^{-5}$  Pa.

### 3. PLASTOMETRIC TESTS

The previously produced ignots were used to prepare samples for plastometric tests by forming cylinders of diameter  $d_0$  equalling 10 mm and height  $h_0$  equalling 12 mm. The axial-symmetric compression testing was conducted in temperatures ranging between 600°C and 1,200°C with the strain rate of 0.1, 1 and 10 s<sup>-1</sup>. Before applying compression, samples were heated to the temperature of 1,200°C and then cooled to the temperature of deformation. The compression test has been schematically depicted in Fig. 1.



Rys. 1. Schemat przebiegu próby osiowosymetrycznego ściskania

Fig 1. Diagram of axisymmetric compression test

Na podstawie zarejestrowanych wartości siły  $F$  [N] w funkcji wysokości próbki  $h$  dla każdej wartości temperatury  $T$  [°C] i prędkości odkształcenia określono zależność naprężenia uplastyczniającego  $\sigma_p$  od odkształcenia  $\varepsilon$  (krzywe płynięcia) według wzorów:

– naprężenie uplastyczniające  $\sigma_p$ :

$$\sigma_p = \frac{F}{\frac{\pi d^2}{4}} \text{ [MPa]}, \quad (1)$$

– odkształcenie rzeczywiste  $\varepsilon$ :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right). \quad (2)$$

Na tej podstawie wyznaczono charakterystyczne wielkości takie, jak:  $\sigma_{pp}$  – maksymalne naprężenie uplastyczniające [MPa],  $\varepsilon_p$  – odkształcenie

Based on the recorded values of force  $F$  [N] in the function of change of sample height  $h$ , with regard to the entire range of temperature  $T$  [°C] and rate of displacement, the following quantities were determined:

– flow stress  $\sigma_p$ :

$$\sigma_p = \frac{F}{\frac{\pi d^2}{4}} \text{ [MPa]}, \quad (1)$$

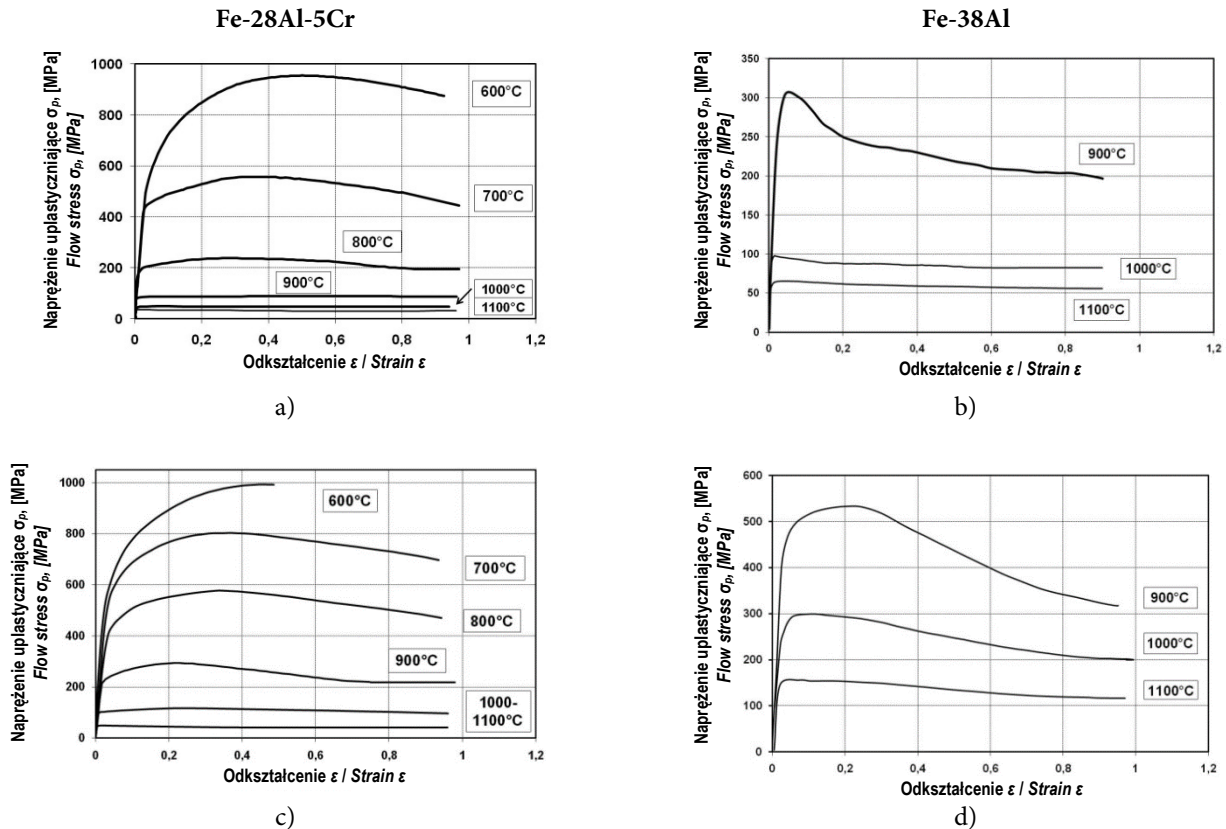
– true strain  $\varepsilon$ :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right). \quad (2)$$

Results achieved in hot axisymmetric compression tests allowed for marking the flow curves in flow stress  $\sigma_p$  – strain  $\varepsilon$  for varied tempe-

odpowiadające maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego przy różnych wartościach temperatury i prędkości odkształcenia. Krzywe płynięcia uzyskane przy temperaturze z zakresu od 600°C do 1100°C dla badanych stopów przedstawiono na rys. 2.

On their basis there were the characteristic values marked such as:  $\sigma_{pp}$  – maximum flow stress [MPa],  $\varepsilon_p$  – strain which is the equivalent of maximum value of flow stress. Fig. 2 shows example flow curves in system flow stress  $\sigma_p$  – strain  $\varepsilon$  for tested alloys.



Rys. 2. Zależność naprężenia uplastyczniającego  $\sigma_p$  – od odkształcenia  $\varepsilon$  w zakresie temperatury 600–1100°C i prędkości odkształcenia: a)  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , b)  $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ , dla stopu Fe-28Al-5Cr oraz c)  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , d)  $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  dla stopu Fe-38Al

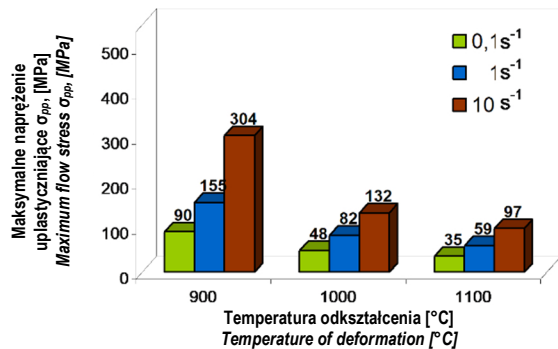
Fig. 2. Flow curves in system flow stress  $\sigma_p$  – strain  $\varepsilon$  in temperature range 600–1100°C, Fe-28Al-5Cr strain rate: a)  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , b)  $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ , Fe-38Al strain rate: c)  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , d)  $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

Krzywe płynięcia uzyskane przy temperaturze z zakresu od 700°C do 1100°C charakteryzują się wyraźnie zaznaczonym maksimum naprężenia uplastyczniającego; zachowana jest prawidłowość przesunięcia maksimum naprężenia uplastyczniającego w stronę mniejszych wartości  $\varepsilon_p$  ze wzrostem temperatury. Dla stopu Fe-38Al położenie maksimum występuje dla większego odkształcenia niż stopu Fe-28Al-5Cr (rys. 2). Wpływ temperatury i prędkości odkształcenia na wartości maksymalnego naprężenia uplastyczniającego dla stopu Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al przedstawiono na rys. 3 i 4. W zakresie temperatury odkształcenia 900°C do 1100°C stop o zawartości 38% at. Al charakteryzuje się

Within the range of temperatures from 700°C to 1100°C, flow curves are characterised by a distinctive flow stress maximum. Its position depends on the alloy type and the deformation temperature. For the Fe-38Al alloy, the maximum position is to be found at higher strain values than for the Fe-28Al-5Cr alloy (Fig. 2). The effect of both temperature and strain rate on the values of maximum flow stress for the Fe-28Al-5Cr and the Fe-38Al alloy has been illustrated in Fig. 3 and 4. In temperature range from 900°C to 1100°C the alloys with 38% Al content is characterised with almost doubled value of yield stress than alloy Fe-28Al-5Cr by comparable compression para-



prawie dwukrotnie większą wartością naprężenia uplastyczniającego niż stop Fe-28Al-5Cr, przy porównywalnych parametrach ściskania (rys. 3 i 4). Takie zróżnicowanie wartości naprężenia uplastyczniającego obu stopów wynika z ich różnych składów chemicznych (różna zawartość Al).



Rys. 3. Zależność maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego od temperatury i prędkości odkształcenia stopu Fe-28Al-5Cr

Fig. 3. Dependency of maximum flow stress of Fe-28Al-5Cr from temperature and deformation speed

Aby uzależnić naprężenie uplastyczniające  $\sigma_{pp}$  oraz odkształcenie  $\varepsilon_p$  od jednoczesnego wpływu temperatury i prędkości odkształcenia, określono parametr Zenera-Hollomona:

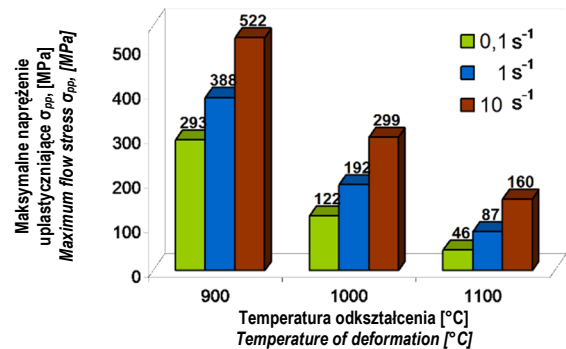
$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (3)$$

gdzie:

$\dot{\varepsilon}$  – prędkość odkształcenia [ $s^{-1}$ ],  $T$  – temperatura odkształcenia [K],  $Q$  – energia aktywacji procesu odkształcenia plastycznego [J/mol],  $R$  – stała gazowa [J/molK].

Obliczenia energii aktywacji procesu odkształcenia plastycznego przeprowadzono w programie ENERGY 2.0 [6]. Wartość energii aktywacji dla stopu Fe-28Al-5Cr wynosi 391 kJ/mol i jest porównywalna do stali o strukturze austenitycznej typu X3CrNi18-9 [7]. Dla stopu Fe-38Al energia aktywacji jest większa i wynosi 495 kJ/mol. Uzyskane na podstawie prób ściskania wartości naprężenia uplastyczniającego  $\sigma_{pp}$  i odkształcenia  $\varepsilon_p$  skorelowano z obliczonym parametrem  $Z$ . Wyniki tych korelacji przedstawiono w tab. 2 oraz na rys. 5. Pokazane zależności opisano funkcją potęgową  $\sigma_{pp}=A \times Z^n$  (rys. 5), a współczynniki funkcji  $A$ ,  $B$  zamieszczono w tab. 2. Określone współczynniki korelacji wskazują na

metals (Fig. 3 and 4). Such diversification of yield stress of both alloys results from their different chemical compositions (different content of Al).



Rys. 4. Zależność maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego od temperatury i prędkości odkształcenia stopu Fe-38Al

Fig. 4. Dependency of maximum flow stress of Fe-38Al from temperature and deformation speed

In order to establish the dependence of flow stress and strain on the effect of temperature and strain rate, the Zener-Hollomon parameter was determined as follows:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (3)$$

where:

$\dot{\varepsilon}$  – strain rate [ $s^{-1}$ ],  $T$  – deformation temperature [K],  $Q$  – activation energy of plastic deformation process [J/mol],  $R$  – gas constant [J/molK].

The dependence of the value of maximum flow stress  $\sigma_{pp}$  and of strain  $\varepsilon_p$  on the Zener-Hollomon parameter  $Z$  and activation energy  $Q$  of the hot plastic strain process was established using the ENERGY 2.0 program [6]. The activation energy value for Fe-28Al-5Cr is 3,91 kJ/mol, and it is comparable to that of austenitic steel of the X3CrNi18-9 grade [7]. For the Fe-38Al alloy of the B2 structure, the activation energy value is higher, as it equals 495 kJ/mol. The dependencies between maximum flow stress  $\sigma_{pp}$  and strain  $\varepsilon_p$  from Zener-Hollomon parameter are presented in figure 5. Presented dependencies are described with power function  $\sigma_{pp}=A \times Z^n$  (Fig. 5) and coefficients  $A$  and  $B$  of function are presented in Tab. 2.

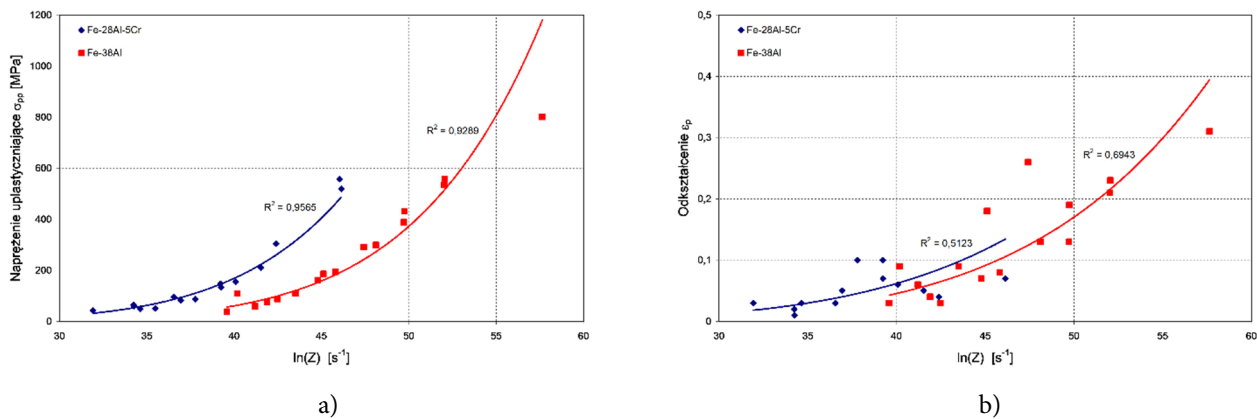
dobrze dopasowanie, tj. silną korelację parametru  $Z$  i naprężenia uplastyczniającego  $\sigma_{pp}$  (rys. 5a), zarówno dla stopu Fe-28Al-5Cr, jak i Fe-38Al oraz niezbyt silną korelację parametru  $Z$  i odkształcenia  $\varepsilon_p$  (rys. 5b).

Determined coefficients of correlation show good adjustment that is strong correlation between  $Z$  parameter and flow stress  $\sigma_{pp}$  (Fig. 5a), both for alloy Fe-28Al-5Cr and for Fe-38Al and not strong correlation of parameter  $Z$  and strain  $\varepsilon_p$  (Fig. 5b).

Tab. 2. Współczynniki w równaniach wiążących maksymalne naprężenie uplastyczniające i odkształcenie z parametrem Zenera-Hollomona

Tab. 2. Coefficients in equations combining maximum flow stress with strain and Zener-Hollomon parameter

Symbol stopu Alloy symbol	$\sigma_{pp}=A \times Z^n$		$\varepsilon_p=B \times Z^m$	
	A	n	B	m
Fe-28Al-5Cr	0,125	0,178	0,00032	0,135
Fe-38Al	0,375	0,134	0,00073	0,107



Rys. 5. Korelacja pomiędzy: a) maksymalnym naprężeniem uplastyczniającym  $\sigma_{pp}$ , b) odkształceniem  $\varepsilon_p$  a parametrem Zenera-Hollomona dla stopu Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al

Fig. 5. Correlation between: a) maximum flow stress  $\sigma_{pp}$ , b) strain  $\varepsilon_p$  and Zener-Hollomon parameter for Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al

#### 4. BADANIA STRUKTURALNE

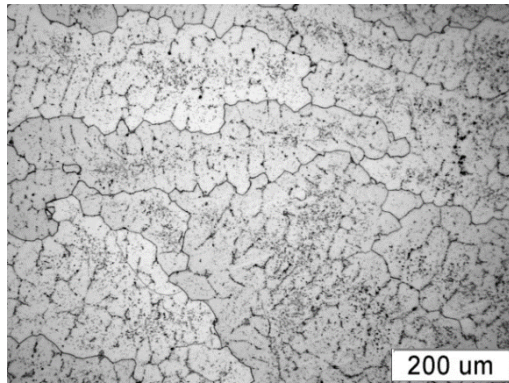
Mikrostruktury stopów Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al w stanie wyjściowym i po ścisaniu określono przy użyciu mikroskopu świetlnego Olympus GX71 oraz transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEM-100B firmy JEOL, wykorzystując technikę cienkich folii. Dokonano ilościowej oceny mikrostruktury przy użyciu programu METILO [5] i wyznaczono średnią średnicę ziarna w oparciu o obrazy zarejestrowane na mikroskopie świetlnym. Przykładowe mikrostruktury stopów Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al po odlewaniu pokazano na rys. 6. W mikrostrukturze ujawniono ziarna o zmiennym rozmiarze i kształcie typowym dla pierwotnej struktury dendrytycznej.

#### 4. STRUCTURAL TESTING

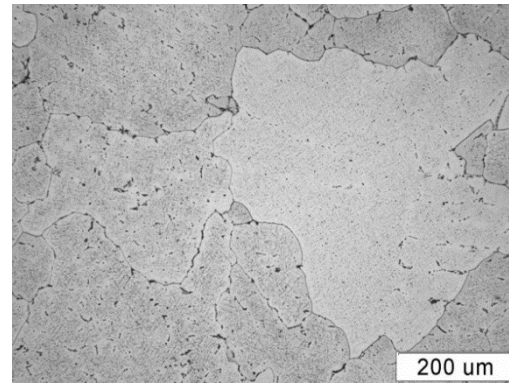
The microstructures of the Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al alloys was analysed in the initial state as well as following the axial-symmetric compression test using the Olympus GX71 light microscope. The studies of the microstructure were supplemented by observation using the JEM-100B transmission electron microscope by JEOL with thin foils. An assessment of microstructure was conducted with the use of METILO [5] and there were average grain diameter marked on the basis of images registered on light microscope. Example microstructures of alloys Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al after casting are shown in Fig. 6. There were grains of varied sizes and shape found in the micro-

Mikrostrukturę stopu Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al po wyżarzaniu ujednorodniającym przy temperaturze 1000°C przez 48 godzin z chłodzeniem z piecem przedstawiono na rys. 7.

structure which are in typical shape for primary dendritic structure (Fig. 6 a, 6b). Microstructures of alloys Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al after homogenising treatment in temperature of 1000°C for 48 hours and with cooling in furnace are shown in Fig. 7.



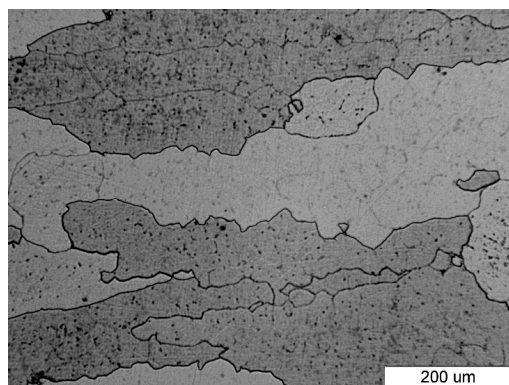
a)



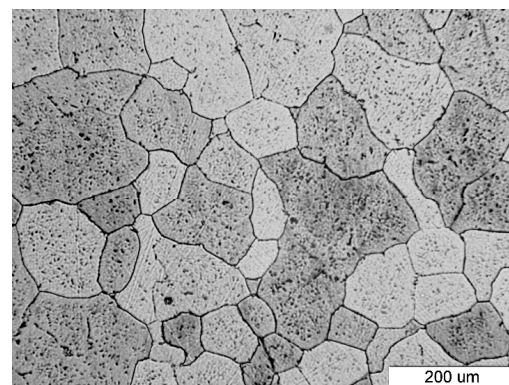
b)

Rys. 6. Mikrostruktura stopów po procesie odlewania: a) Fe-28Al-5Cr, b) Fe-38Al

Fig. 6. Microstructure of alloys after casting: a) Fe-28Al-5Cr, b) Fe-38Al



a)



b)

Rys. 7. Mikrostruktura stopów po procesie odlewania i obróbce cieplnej: a) Fe-28Al-5Cr, b) Fe-38Al

Fig. 7. Microstructure of alloys after casting and heat treatment: a) Fe-28Al-5Cr, b) Fe-38Al

Po obróbce cieplnej badane stopy charakteryzowały się gruboziarnistą mikrostrukturą, a ponadto dla stopu Fe-28Al-5Cr stwierdzono obecność pozostałości struktury dendrytycznej (rys. 7a). Mikrostruktura obydwu stopów – zarówno Fe-28Al-5Cr, jak i Fe-38Al – cechowała się niejednorodnym ziarnem o zróżnicowanym rozmiarze. Dla stopu Fe-28Al-5Cr średnia średnica ziarna wynosiła 150 μm, natomiast dla stopu Fe-38Al 115 μm. Przykładowe mikrostruktury stopu Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al po ścisaniu przy temperaturze 600°C do 1100°C i prędkości odkształcenia równej 0,1 s<sup>-1</sup> przedstawiono na

After heat treatment the tested alloys characterised with coarse-grained structure, for alloy Fe-28Al-5Cr there was presence of dendritic structure found (Fig. 7a). Microstructure of both alloy Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al was characterised with heterogeneous grains with varied sizes. For alloy Fe-28Al-5Cr the average grain diameter was  $d=150 \mu\text{m}$  and for alloy Fe-38Al it equalled  $d=115 \mu\text{m}$ . Example microstructures for alloys Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al after compression in temperature from 600 to 1100°C and deformation speed of 0.1 s<sup>-1</sup> are presented in Fig. 8 and 9. In low temperature of deformation 600 and 700°C, the microstructure



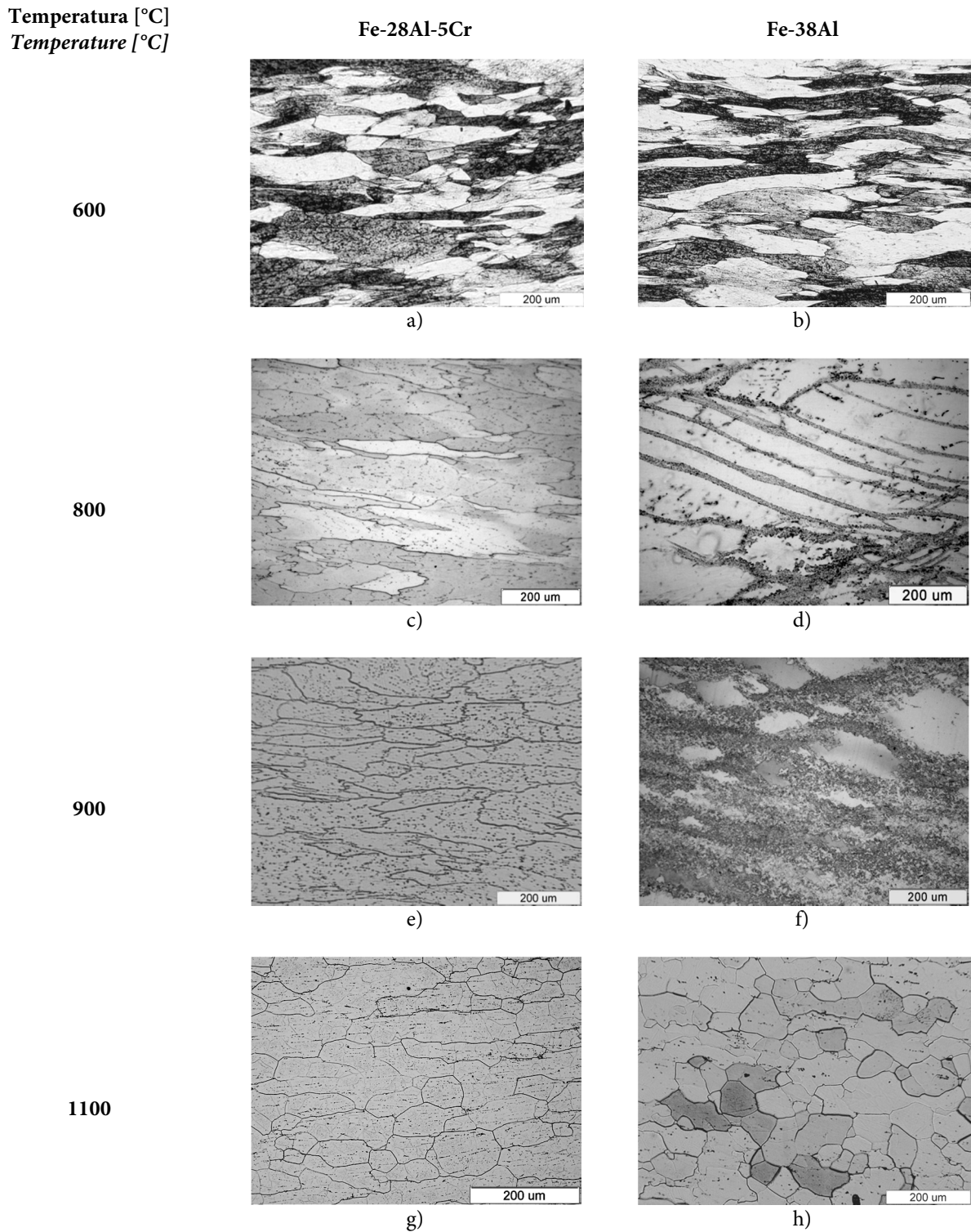
rys. 8 i 9. Przy niskiej temperaturze odkształcenia 600°C i 700°C w mikrostrukturze obu badanych stopów obserwowano wydłużone ziarna i brak efektów związanych z dynamicznymi procesami odbudowy struktury (rys. 8a, 8b). Po podwyższeniu temperatury próbek do 800°C oraz 900°C wystąpiły zmiany w mikrostrukturze badanych materiałów. W stopie Fe-28Al-5Cr ujawniono pofałdowane granice ziarn pierwotnych oraz brak efektów potwierdzających występowanie dynamicznych procesów odbudowy struktury (rys. 8c). W stopie Fe-28Al-5Cr odkształconym przy temperaturze 900°C obserwowano intensywną migrację granic ziarn (rys. 8e). W próbkach odkształconych przy temperaturze 1000°C i 1100°C wewnątrz ziarn pierwotnych widoczne są podziarna i/lub ziarna (rys. 8g). W substrukturze stopu Fe-28Al-5Cr po procesie odkształcenia przy temperaturze 800°C zaobserwowano zjawisko koalescencji podziarn (rys. 9a). W stopie Fe-38Al w temperaturze 800°C obserwowano początkowe etapy procesu rekrytalizacji dynamicznej, a na pasmach poślizgu oraz wokół granic ziarn pierwotnych ujawniono strukturę złożoną z bardzo drobnych ziarn zrekrystalizowanych (rys. 8d). Po podwyższeniu temperatury próbek do 900°C obserwowano rozwój kolejnych etapów procesu rekrytalizacji dynamicznej (rys. 8f). Rekrytalizacja zapoczątkowana na granicach ziarn pierwotnych postępuje w głąb, obejmując stopniowo swym zasięgiem całe ziarna. Po odkształceniu w temperaturze 1000°C i 1100°C dla stopu Fe-28Al-5Cr obserwowano całkowicie zrekrystalizowaną strukturę oraz częściowy rozrost nowych ziarn (rys. 9f). Dla stopu Fe-38Al odkształcanego w temperaturze 800°C i 900°C obserwowano obszary o dużej gęstości defektów, a zarodki nowych ziarn rozrastają się w kierunku obszarów silnie zdektowanych (rys. 9b, 9c). Lokalnie obserwowano dobrze uformowane podziarna.

Przeprowadzone badania oceny substruktury wskazują na odmienne procesy odbudowy struktury dla badanych stopów (rys. 9). Dla stopu Fe-28Al-5Cr stwierdzono, typowe efekty związane ze zdrowieniem, tj. wspinięcie dyslokacji, procesy poligonizacji i koalescencji podziarn (rys. 9a, 9c). Natomiast dla stopu Fe-38Al obserwowano obszary o ukształtowanych podziarnach, obszary zdektowane, a także zarodki

of both tested alloys shows elongated grain and lack of effects connected with dynamic processes of structure reconstruction (Fig. 8a, 8b). Temperature elevation to 800 and 900°C leads to further changes in the microstructure of tested materials. In Fe-28Al-5Cr alloy there were corrugated primary grain boundaries found together with lack of effects confirming the presence of dynamic processes of structure reconstruction (Fig. 8c). In alloy Fe-28Al-5Cr deformed in temperature of 900°C there was an intense migration of grain boundaries observed (Fig. 8e). In samples deformed in temperatures of 1000°C and 1100°C inside primary grains there are subgrains and/or grains visible (Fig. 8g). In substructure of alloy Fe-28Al-5Cr after deformation process in temperature of 800°C there was a phenomenon of sub-grain coalescence observed (Fig. 9a). In alloy Fe-38Al in temperature of 800°C there were initial stages of dynamic recrystallisation process observed and on the slip bands and around the primary grain boundaries there was complex structure found which consists of very fine recrystallised grains (Fig. 8d). After elevation of temperature of samples to 900°C there was a development of further stages of dynamic recrystallisation process observed (Fig. 8f). Temperature elevation to 900°C leads to development of further stages of dynamic recrystallisation process (Fig. 8f). Recrystallisation which began on the primary grain boundaries goes deeper and starts to include the whole grains in its range. After deformation in temperatures of 1000°C and 1100°C for Fe-28Al-5Cr there was a totally recrystallised structure and partial growth of new grains observed (Fig. 9f). For alloy Fe-38Al deformed in temperature of 800°C and 900°C there were areas observed with high density of defects and the nuclei of new grains were growing in direction to the areas which are highly defective (Fig. 9b, 9c). There were well-formed subgrains observed locally. Conducted tests of substructure assessment show the presence of different processes of structure reconstruction for tested alloys (Fig. 9). For alloy Fe-28Al-5Cr it was stated that there are typical effects connected with recovery present, such as dislocation climb, processes of polygonisation and coalescence of subgrains (Fig. 9 a, 9c). For alloy Fe-38Al, however, there were areas with well-shaped subgrains found, defective areas and nuclei

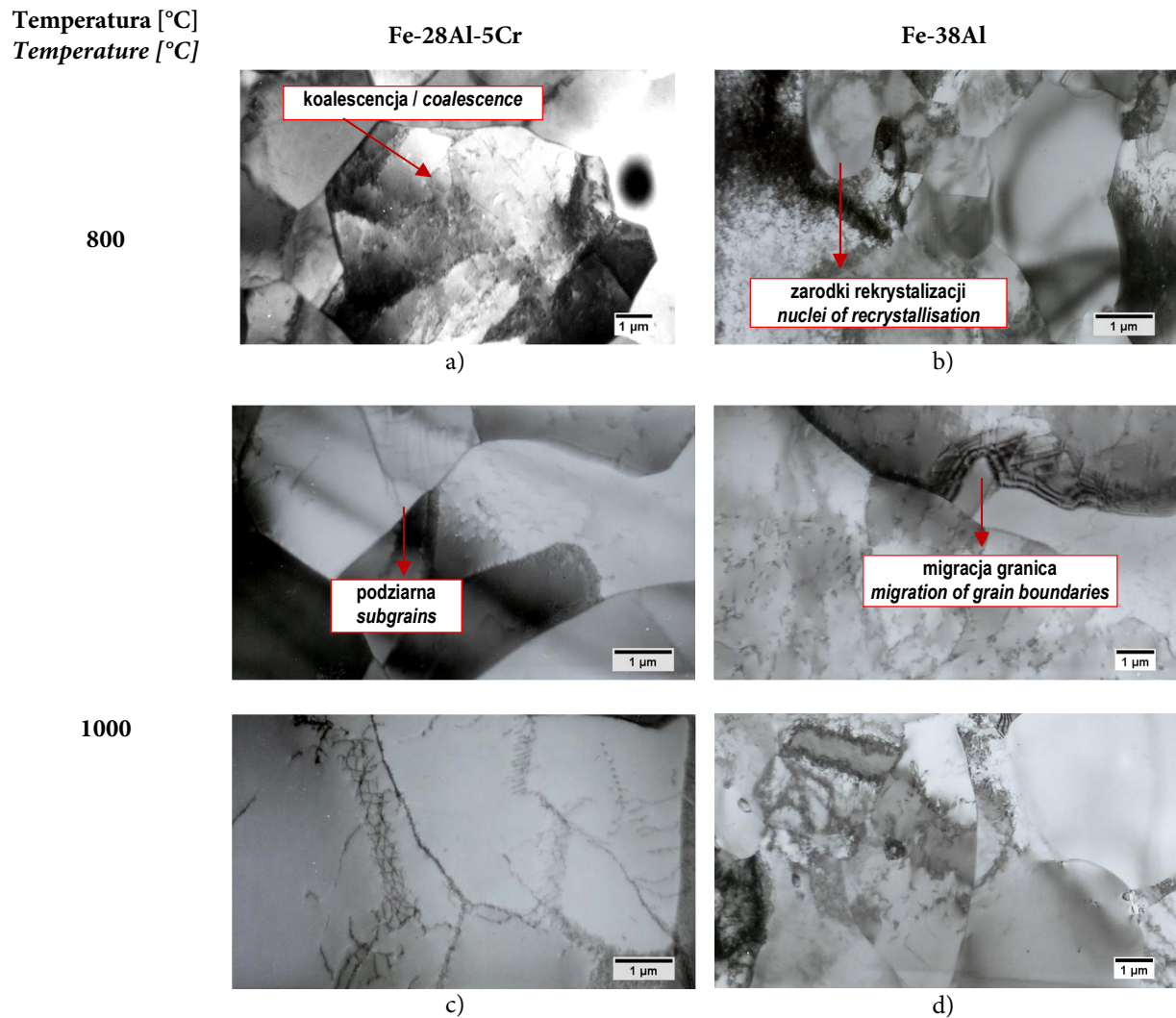
rekrytalizacji świadczące o ciągłej przebudowie struktury, czyli o zachodzącym procesie ciągłej rekrytalizacji dynamicznej (rys. 9 b, 9d).

*of recrystallisation which prove the constant reconstruction of structure which is the undergoing process of constant dynamic recrystallisation (Fig. 9b, d).*



Rys. 8. Mikrostruktura stopów Fe-28Al-5Cr, Fe-38Al po próbie osiowosymetrycznego ściskania przy temperaturze z zakresu 600°C – 1100°C, prędkość odkształcenia 0,1 s<sup>-1</sup> – LM

*Fig. 8. Microstructure of alloys Fe-28Al-5Cr, Fe-38Al after axisymmetric compression test at temperature ranging from 600°C – 1100°C, strain rate of 0.1 s<sup>-1</sup> – LM*



Rys. 9. Mikrostruktura stopów Fe-28Al-5Cr, Fe-38Al po próbie osiowosymetrycznego ściskania przy temperaturze 800°C i 1000°C, prędkość odkształcenia  $0,1 \text{ s}^{-1}$  – TEM

Fig. 9. Microstructure of alloys Fe-28Al-5Cr, Fe-38Al after axisymmetric compression test of temperature 800°C and 1100°C, strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$  – TEM

## 5. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania potwierdziły istotny wpływ parametrów procesu odkształcenia plastycznego na gorąco na zmiany mikrostruktury i plastyczności stopów Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al. Uzyskane zależności naprężenia uplastyczniającego od odkształcenia wskazują na możliwości kształtowania plastycznego stopów Fe-28Al-5Cr i Fe-38Al przy temperaturze z zakresu od 900°C do 1100°C oraz potwierdzają odmienne procesy odbudowy struktury, co wykazano w badaniach strukturalnych przy użyciu technik mikroskopii świetlnej i elektronowej. Procesy odbudowy struktury przy odkształceniu przy wysokiej

## 5. CONCLUSIONS

Conducted tests confirmed the significant influence of hot plastic deformation parameters on the microstructure and plasticity changes of alloys Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al. Achieved dependencies of yield stress from strain show the possibilities of plastic shaping for alloys Fe-28Al-5Cr and Fe-38Al at temperatures ranging from 900°C to 1100°C and confirm different processes of structure reconstruction which are confirmed by structural tests with the use of light and electron microscopy. Processes of structure reconstruction by deformation in high temperature for alloy Fe-28Al-5Cr are different than for alloy Fe-38Al and

temperaturze stopu Fe-28Al-5Cr są odmienne niż stopu Fe-38Al i wynikają ze zróżnicowania składu chemicznego. Dla stopu Fe-28Al-5Cr na osnowie fazy Fe<sub>3</sub>Al dominuje zdrowienie dynamiczne, a w mikrostrukturze obserwuje się wydłużone ziarna pierwotne, wewnątrz których pojawiają się nowe granice oraz procesy związane ze zdrowieniem, tj. wspinanie dyslokacji koalescencja podziarn. Powstałe nowe ziarna tworzą się na granicach ziarn, a niekiedy wewnątrz w wyniku procesu koalescencji. W procesie odbudowy struktury stopu Fe-38Al na osnowie fazy FeAl dominuje rekrytalizacja dynamiczna, polegająca na zarodkowaniu drobnych ziarn na granicach ziarn pierwotnych i dodatkowo przy niskiej temperaturze na pasmach poślizgu.

## PODZIĘKOWANIA

Praca realizowana w ramach projektu badawczego Nr 3 T08A 053 30 „Wpływ struktury na odkształcalność stopów na osnowie uporządkowanych faz międzymetalicznych z układu Fe-Al” realizowanego w latach 2006–2009.

## LITERATURA

- [1] Bystrzycki J. 2004. *Niekonwencjonalne metody kształtowania struktury i właściwości stopów na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl*. Warszawa: Wydawnictwo BEL Studio.
- [2] Kupka M. 2005. *Struktura i właściwości stopów na osnowie fazy FeAl otrzymanych w procesach metalurgicznych*. Katowice: Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego.
- [3] Dimiduk D.M. 1999. “Gamma titanium aluminide alloys - an assessment within the competition of aerospace structural materials”. *Materials Science and Engineering, A* 263: 28–288.
- [4] Szkliniarz W., E. Hadasik, T. Mikuszewski. 2004. „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości stopu na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl w procesach walcowania na gorąco”. *Inżynieria Materiałowa* 6: 844–848.
- [5] Szala J. 2008. “Application of computer picture analysis methods to quantitative assessment of structure in materials”. *Scientific Journals of Silesian University of Technology, Series Metallurgy*, Gliwice.
- [6] Schindler I., J. Boruta. 1998. *Utilization potentialities of the torsion plastometer*. Silesian University of Technology.

*result from different chemical composition. For alloy Fe-28Al-5Cr on phase matrix Fe<sub>3</sub>Al the dynamic recovery is dominant and there are elongated primary grains observed in microstructure, inside of which there are new boundaries appearing and the processes connected with recovery such as dislocation climb and coalescence of subgrains. Formed new grains appear on grain boundaries and sometimes inside them as a result of coalescence process. In the process of structure reconstruction of alloy Fe-38Al on phase matrix FeAl the dynamic recrystallisation is dominant which is based on nucleation of fine grains on the primary grain boundaries and additionally in low temperature on slip bands.*

## ACKNOWLEDGEMENTS

*The work was carried out as part of research project No. 3 T08A 053 30 „Wpływ struktury na odkształcalność stopów na osnowie uporządkowanych faz międzymetalicznych z układu Fe-Al” in 2006–2009.*

## REFERENCES

- [1] Bystrzycki J. 2004. *Niekonwencjonalne metody kształtowania struktury i właściwości stopów na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl*. Warszawa: Wydawnictwo BEL Studio.
- [2] Kupka M. 2005. *Struktura i właściwości stopów na osnowie fazy FeAl otrzymanych w procesach metalurgicznych*. Katowice: Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego.
- [3] Dimiduk D.M. 1999. “Gamma titanium aluminide alloys - an assessment within the competition of aerospace structural materials”. *Materials Science and Engineering, A* 263: 28–288.
- [4] Szkliniarz W., E. Hadasik, T. Mikuszewski. 2004. „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości stopu na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl w procesach walcowania na gorąco”. *Inżynieria Materiałowa* 6: 844–848.
- [5] Szala J. 2008. “Application of computer picture analysis methods to quantitative assessment of structure in materials”. *Scientific Journals of Silesian University of Technology, Series Metallurgy*, Gliwice.
- [6] Schindler I., J. Boruta. 1998. *Utilization potentialities of the torsion plastometer*. Silesian University of Technology.



- [7] Morris D.G., M.M. Dadrás, M.A. Morris. 1993. "The influence of Cr addition on the ordered microstructure and deformation and fracture behaviour of a Fe-28%Al intermetallic". *Acta Metallurgica Materialia* 41: 97–111.
- [8] Ferreira P.I., A.A. Couto, J.C.C. De Paola. 1995. "The effects of chromium addition and heat treatment on the microstructure and tensile properties of Fe-24Al (at. %)". *Materials Science and Engineering, A* 192/193: 165–169.
- [9] Kuc D., G. Niewielski, M. Jabłońska, I. Bednarczyk. 2007. "Deformability recrystallization of Fe-Al intermetallic phase - base alloy". *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 20: 143–146.
- [10] Kuc D., G. Niewielski, I. Bednarczyk. 2007. "The influence of deformation on the plasticity and structure of Fe<sub>3</sub>Al-5Cr alloy". *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 22: 27–30.
- [11] Kuc D., G. Niewielski, J. Cwajna. 2005. "Influence of deformation parameters and initial grain size on the microstructure of austenitic steels after hot working processes". *Materials Characterization* 56: 318–324.
- [12] Kratochvíl P., P. Mábek, M. Cieslar, P. Hanus, J. Hakl, T. Vlasák. 2007. "High-temperature properties of Zr alloyed Fe<sub>3</sub>Al - type iron aluminide". *Intermetallics* 15: 333–337.
- [13] Kratochvíl P., M. Karlik, P. Hausild, M. Cieslar. 1999. "Influence of annealing on mechanical properties of an Fe-28Al-4Cr-0,1Ce alloy". *Intermetallics* 7: 847–853.
- [14] Imayev R., E. Evangelista, O. Tassa, J. Stobrawa. 1995. "Relationship between mechanism of deformation and development of dynamic recrystallization in FeAl intermetallics". *Materials Science and Engineering, A* 202: 128–133.
- [15] Jabłońska M., I. Bednarczyk, K. Rodak, A. Śmiglewicz. 2016. „Study of the structure of intermetallics from Fe-Al system after the hot rolling”. *Metalurgija* 55 (1): 67–71.
- [16] Schindler I., E. Hadasik, J. Kopeček, P. Kawulok, R. Fabík, P. Opěla, S. Ruzs, R. Kawulok, M. Jabłońska. 2015. "Optimization of laboratory hot rolling of brittle Fe-40at.%Al-Zr-B aluminide". *Arch. Metall. Mater.* 60 (3): 1693–1701.
- [17] Jabłońska M., K. Rodak, I. Bednarczyk. 2014. "Study of Microstructure of the Al-Fe Alloys After Hot Rolling Deformation". *1st International Multidisciplinary Microscopy Congress (INTERM), Antalya, Turkey, October 10-13, 2013*, 105-111. International Multidisciplinary Microscopy Congress Book Series: Springer Proceedings in Physics, Volume: 154 (ed. by: E.K. Polychroniadis, A.Y. Oral, M. Ozer).
- [7] Morris D.G., M.M. Dadrás, M.A. Morris. 1993. "The influence of Cr addition on the ordered microstructure and deformation and fracture behaviour of a Fe-28%Al intermetallic". *Acta Metallurgica Materialia* 41: 97–111.
- [8] Ferreira P.I., A.A. Couto, J.C.C. De Paola. 1995. "The effects of chromium addition and heat treatment on the microstructure and tensile properties of Fe-24Al (at. %)". *Materials Science and Engineering, A* 192/193: 165–169.
- [9] Kuc D., G. Niewielski, M. Jabłońska, I. Bednarczyk. 2007. "Deformability recrystallization of Fe-Al intermetallic phase - base alloy". *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 20: 143–146.
- [10] Kuc D., G. Niewielski, I. Bednarczyk. 2007. "The influence of deformation on the plasticity and structure of Fe<sub>3</sub>Al-5Cr alloy". *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 22: 27–30.
- [11] Kuc D., G. Niewielski, J. Cwajna. 2005. "Influence of deformation parameters and initial grain size on the microstructure of austenitic steels after hot working processes". *Materials Characterization* 56: 318–324.
- [12] Kratochvíl P., P. Mábek, M. Cieslar, P. Hanus, J. Hakl, T. Vlasák. 2007. "High-temperature properties of Zr alloyed Fe<sub>3</sub>Al - type iron aluminide". *Intermetallics* 15: 333–337.
- [13] Kratochvíl P., M. Karlik, P. Hausild, M. Cieslar. 1999. "Influence of annealing on mechanical properties of an Fe-28Al-4Cr-0,1Ce alloy". *Intermetallics* 7: 847–853.
- [14] Imayev R., E. Evangelista, O. Tassa, J. Stobrawa. 1995. "Relationship between mechanism of deformation and development of dynamic recrystallization in FeAl intermetallics". *Materials Science and Engineering, A* 202: 128–133.
- [15] Jabłońska M., I. Bednarczyk, K. Rodak, A. Śmiglewicz. 2016. „Study of the structure of intermetallics from Fe-Al system after the hot rolling”. *Metalurgija* 55 (1): 67–71.
- [16] Schindler I., E. Hadasik, J. Kopeček, P. Kawulok, R. Fabík, P. Opěla, S. Ruzs, R. Kawulok, M. Jabłońska. 2015. "Optimization of laboratory hot rolling of brittle Fe-40at.%Al-Zr-B aluminide". *Arch. Metall. Mater.* 60 (3): 1693–1701.
- [17] Jabłońska M., K. Rodak, I. Bednarczyk. 2014. "Study of Microstructure of the Al-Fe Alloys After Hot Rolling Deformation". *1st International Multidisciplinary Microscopy Congress (INTERM), Antalya, Turkey, October 10-13, 2013*, 105-111. International Multidisciplinary Microscopy Congress Book Series: Springer Proceedings in Physics, Volume: 154 (ed. by: E.K. Polychroniadis, A.Y. Oral, M. Ozer).

