

Effect of Heat Treatment on the Strength of Fe₃Al-based Iron Aluminides

G. Hasemann¹, J.H. Schneibel², M. Krüger¹, E.P. George^{3,4}

¹ Otto-von-Guericke Universität Magdeburg

² Knoxville, TN, USA

³ Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN, USA

⁴ University of Tennessee, Knoxville, TN, USA

Gliederung

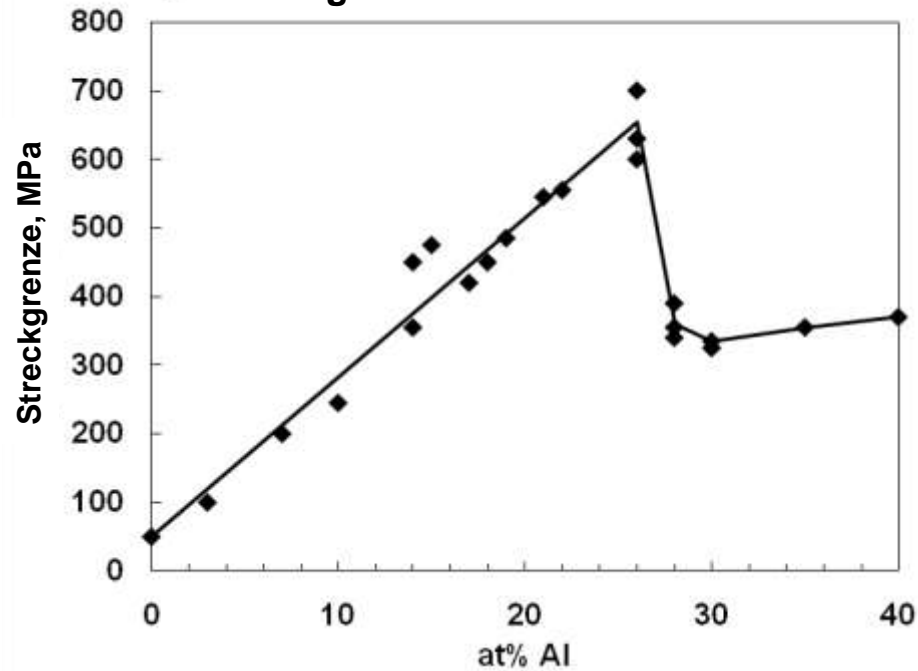
- **1. Motivation & Einleitung**
- **2. Experimentelles**
- **3. Ergebnisse**
- **4. Diskussion**
- **5. Zusammenfassung**
- **6. Literatur**

1. Motivation & Einleitung

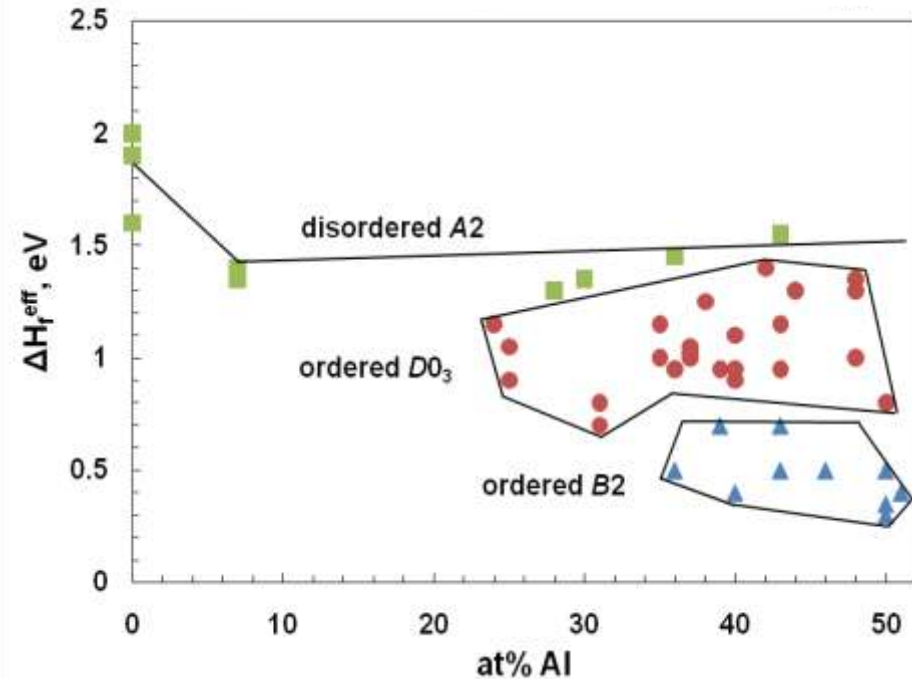
- hohe Festigkeit ($< 600\text{ °C}$), geringe Dichte und Kosten
- in Literatur mechanische Eigenschaften von Fe-Al-Legierungen abhängig von Wärmebehandlung untersucht
- meist Al-Konzentrationen um 35 at% bis 50 at%
- thermische Leerstellen \nearrow in FeAl-Legierungen mit Al \nearrow (Temperatur konstant)
- beeinflussen mechanische Verhalten bei Raumtemperatur und erhöhten Testtemperaturen
- Streckgrenzenanomalie bei Temperaturen \uparrow durch thermische Leerstellen beschrieben
[George & Baker 1998]
- Model geeignet, RT-Festigkeiten nach Abschrecken mittels Leerstellen zu erklären
- wenig über Verhalten abgeschreckten Materials auf Fe₃Al-Basis um 25 at%Al bekannt

1. Motivation & Einleitung

Streckgrenze und Al-Konzentration



Leerstellenbildungsenthalpie



- vorangegangene Wärmebehandlung unberücksichtigt [Herrmann 2003, Morris 2007]
- A2, B2- und D0₃-Struktur laut Phasendiagramm möglich [Palm 2009]
- Ordnungsstruktur → unterschiedliche thermische Leerstellenkonzentrationen [Morris 2005]

2. Experimentelles

- Probenmaterial: Fe₃Al mit 23,5 at%, 26 at%, 28 at%, 30 at%, 32 at% Aluminium
- Ar-Lichtbogenofen, Fe und Al Chips, homogenisiert und in Cu-Kokille abgegossen
- stranggepresst bei 800 °C und Verhältnis 9:1 + 1100 °C/1 h Kornwachstumsglügen
- Druckproben erodiert (zylinderförmig, $L_0 = 6$ mm, $D_0 = 4$ mm)
- Wärmebehandlung:

$T, ^\circ\text{C}$	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
Zeit	14 d	4 d	4 d	4 d	2 d	1 d	1 d	1 d	1 h

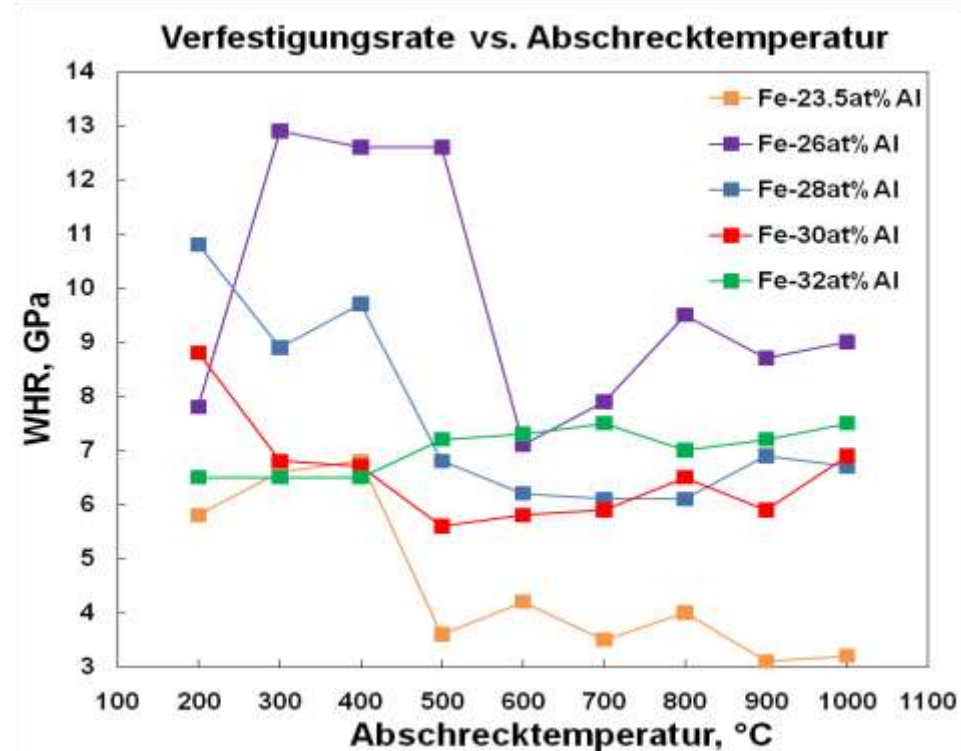
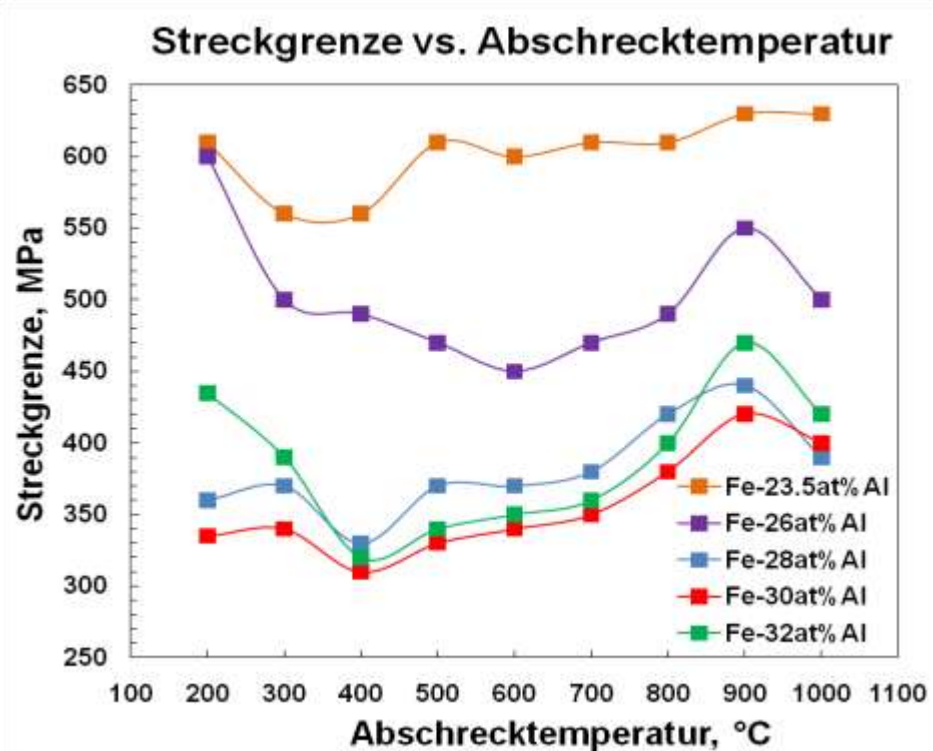
- mechanische Kennwerte: $\sigma_{0,2}$, ε_{pl} und Verfestigungsrate (WHR) bei 1 % plastischer Dehnung
- anfänglicher Dehnrates von 10^{-3} s^{-1}

2. Experimentelles

- Leerstellenkinetik und -migration
- 900 °C/1 d + 600 °C/Haltezeit variabel → *B2*-Phasengebiet (außer 23,5 at%Al)
- Ziel: Streckgrenzenreduktion durch „Ausheilen“ thermischer Leerstellen
- XRD-Analyse → Erfolg der Wärmebehandlung
- Pulver eingekapselt in Quarzröhrchen und Ar-Atmosphäre
- Glühen: einphasige *B2* (900 °C/1 d) bzw. *D0₃* (*B2* gegläht + 300 °C/5 d)
- *A2*-Struktur bei 900 °C/1 d für Fe-23,5at%Al erwartet
- Metallografie zur Korngrößenbestimmung (~600 µm)

3. Ergebnisse

- Streckgrenze & Verfestigungsrate (WHR) in Abhängigkeit der Abschrecktemperatur (T_q):

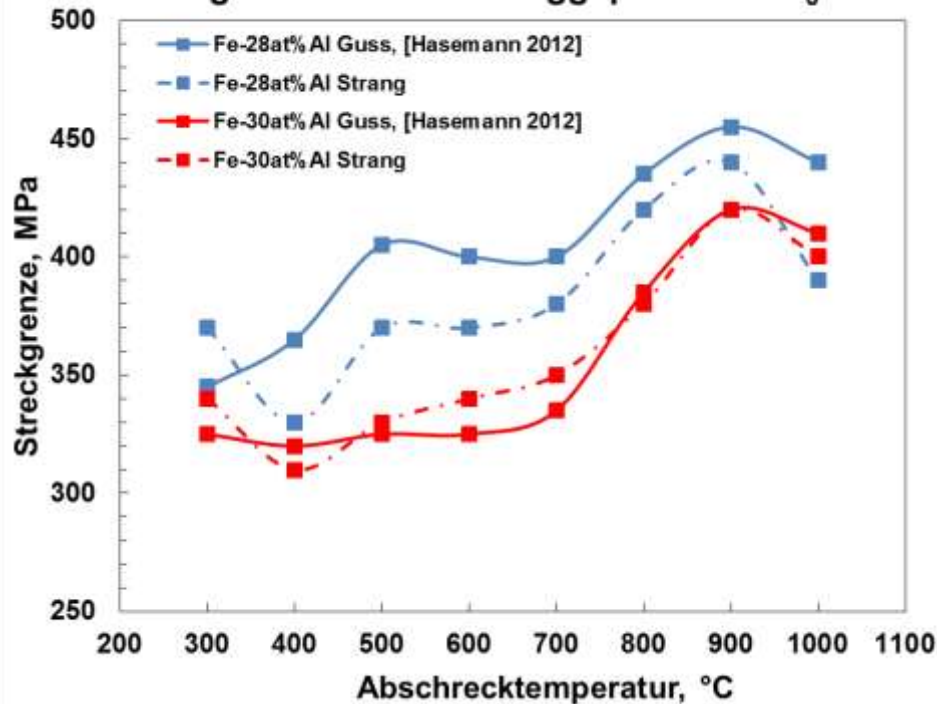


- Verhalten von 23,5 at%Al und 26 at%Al grundlegen unterschiedlich als Al-Gehalte↑
- 28 at%Al bis 32 at%Al ähnliche Tendenzen: Festigkeitsanstieg bei $T_q \nearrow$, max. bei 900 °C

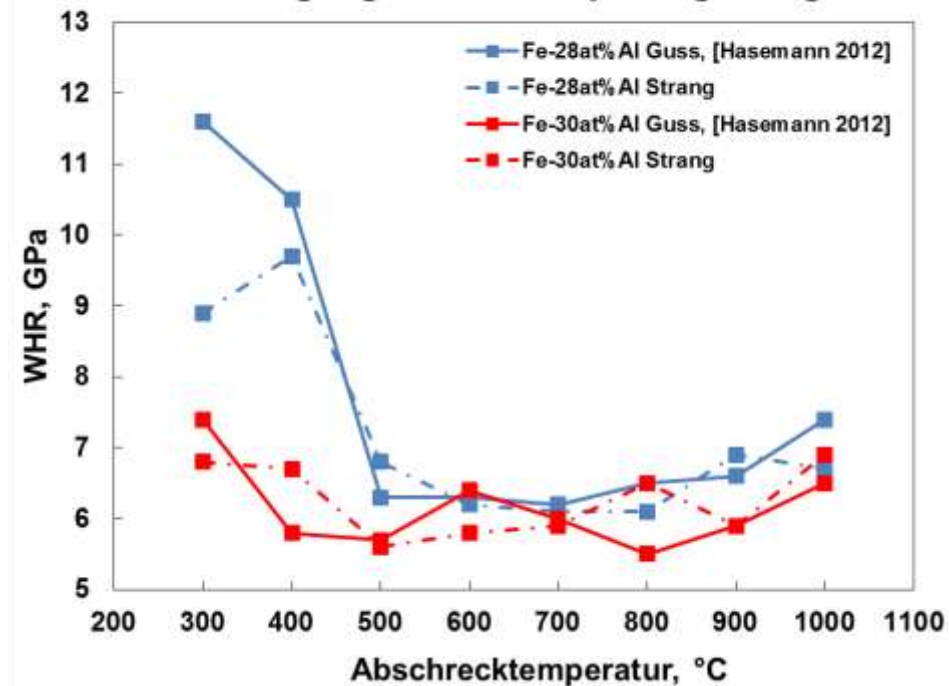
3. Ergebnisse

- Vergleich Fe-28at%Al und Fe-30at%Al Guss und extrudiert: [Hasemann 2012]

Gegossenes und stranggepresstes Fe₃Al



Verfestigungsrate von Fe₃Al-Legierungen



- $\sigma_{0,2} \nearrow$ mit $T_q \nearrow$

- $\sigma_{0,2} \uparrow$ bei 300 °C für extrudierte Materialien

- WHR \uparrow bei $\sigma_{0,2} \downarrow$ und umgekehrt [Morris 1993]

- guten Übereinstimmung/Reproduzierbarkeit (aber Streuung Gusslegierungen)

4. Diskussion

a) Einfluss der Leerstellenkonzentration auf die Festigkeit

- bilden sich bei hohen Temperaturen, verbleiben nach Abschrecken im Metallgitter
- Leerstellenkonzentration aus Literatur für Fe-23,7at%Al abgeschätzt:

$$C_V = \exp\left(\frac{S^F}{k}\right) \cdot \exp\left(-\frac{H^F}{k \cdot T}\right) = \exp(5) \cdot \exp\left(-\frac{1,18\text{eV}}{8,614 \cdot 10^{-5} \text{eV/K} \cdot T}\right) \quad (1)$$

[Schaefer 1999]

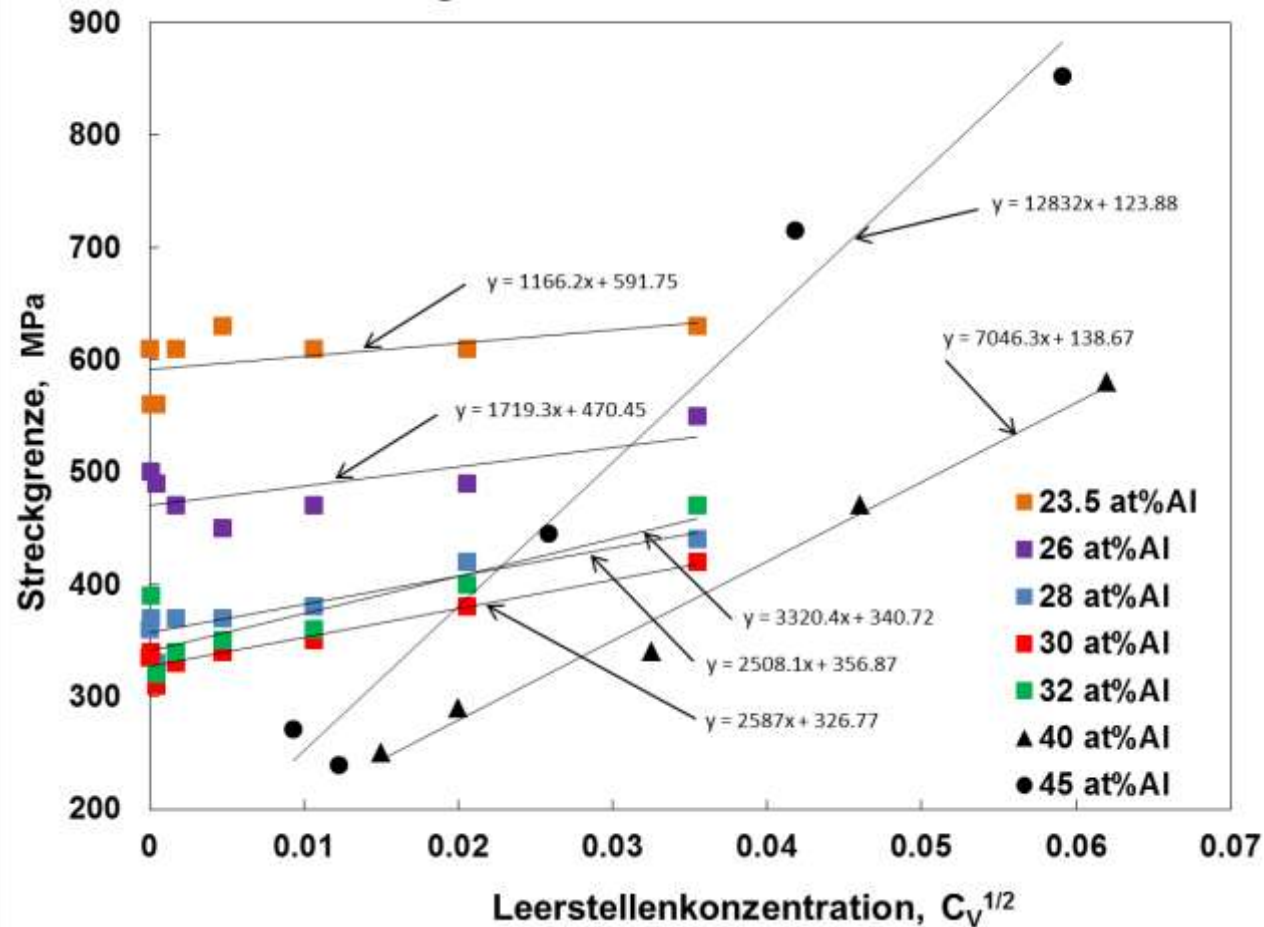
- Festigkeitsänderung $\Delta\sigma_V$ durch therm. Leerstellen nach Gleichung:

$$\Delta\sigma_V = K \cdot \sqrt{C_V} \quad (2)$$

- Konstante K konsistent mit Leerstellenhärtung in Fe_3Al

4. Diskussion

Streckgrenze und Leerstellenkonzentration



	K, MPa
23,5 at%Al	1160
26 at%Al	1700
28 at%Al	2500
30 at%Al	2600
32 at%Al	3300

[Schaefer 1999, Yang & Baker 1998, Schneibel 1998]

4. Diskussion

- bei 900 °C $\Delta\sigma_{0,2} \sim 110$ MPa für 28 at%Al & 30 at%Al
- für Fe-32at%Al $\Delta\sigma_{0,2}(900 \text{ °C}) = 150$ MPa
- nach Gl.(2) und Abschätzung nach Schaefer et al. mit C_V für Fe-23,7at%Al:

	$\Delta\sigma_V$, MPa				
T , °C	Fe-23,5at%Al	Fe-26at%Al	Fe-28at%Al	Fe-30at%Al	Fe-32at%Al
900	41,1	60,3	88,7	92,2	117,0

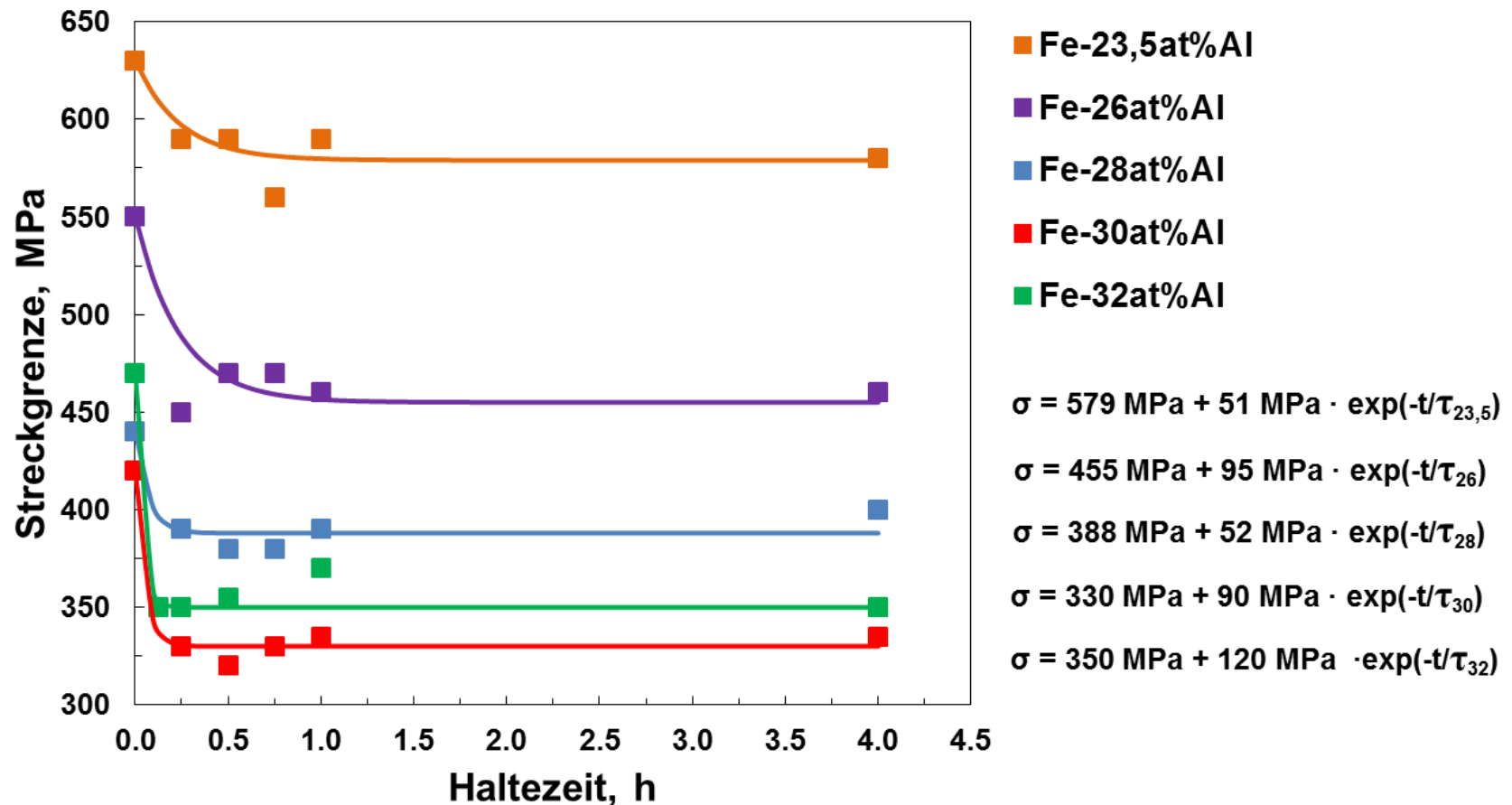
- derzeitige bestmögliche Abschätzung für Härtung mittels thermischer Leerstellen
- 28 at%Al bis 32 at%Al höhere C_V erwartet
- Anstieg $\sigma_{0,2}$ konsistent mit Härtung durch „Einfrieren“ thermischer Leerstellen
- aus $\Delta\sigma_V$ und mechanischen Eigenschaften Leerstelleneffekt für Fe-23,5at%Al unwahrscheinlich



4. Diskussion

b) Kinetik der Leerstellenmigration und -annihilierung

Kinetik der Streckgrenzenreduktion bei 600 °C



4. Diskussion

- beachte: max. $\sigma_{0,2}$ -Reduktion ↗ von 28 bis 32 at%Al im Maße 52, 90 und 120 MPa



konsistent mit $C_V \uparrow$ bei ↗ Al-Konzentration

- ermittelte Zeitkonstante für Streckgrenzenreduktion:

	Fe-23,5at%Al	Fe-26at%Al	Fe-28at%Al	Fe-30at%Al	Fe-32at%Al
τ, s	610	860	250	180	130




- Leerstellenkinetik und $\sigma_{0,2}$ -reduktion für Fe-30at%Al nach Köhler et al. [Köhler et al. 1999]
- zwei Ausheilstadien mit unterschiedlicher Migrationsenthalpy
- abhängig, ob im $B2$ -Phasengebiet oder in $D0_3$ -Gebiet geglüht & abgeschreckt wurde

4. Diskussion

- Wärmebehandlung in dieser Arbeit ausschließlich im *B2*-Phasengebiet

 Stadium 1 der Leerstellenreduktion entscheidend, beschrieben durch:

$$\tau_1 = 3,94 \cdot 10^{-4} \cdot \exp\left(\frac{H_1^M}{k \cdot T}\right) = 3,94 \cdot 10^{-4} \cdot \exp\left(\frac{1,0eV}{8,614 \cdot 10^{-5} eV/K \cdot T}\right) \quad (3) \quad [\text{Köhler et al. 1999}]$$

 Zeitkonstante für Leerstellenmigration:

$T, \text{ }^\circ\text{C}$	$\tau_1, \text{ s}$
600	235
900	8
1000	3,6

eigene Messung



$\tau_{30} = 180 \text{ s}$

- zu beachten: Wärmebehandlung im *DO₃*-Gebiet bei Köhler et al., kann Einfluss auf Extrapolation haben
- 600 °C-Wert aus Messwerten zwischen 350 °C bis 400 °C extrapoliert

4. Diskussion

des Weiteren:

- Streckgrenzenreduktion auch von Dichte der Senken abhängig (kann nach Herstellung variieren)
- Extrapolation der Köhler'schen Daten zu 900 °C → Zeitkonstante von ~8 s
- „Einfrieren“ hohen Anteils thermische Leerstellen durch Abschrecken von 900 °C zu rechnen
- konsistent mit Beobachtungen aus $\sigma_{0,2}$ vs. T_q
- T_q höher → τ ↓ → können keine weiteren Leerstellen eingefroren werden



$\sigma_{0,2}$ steigt nicht weiter an!

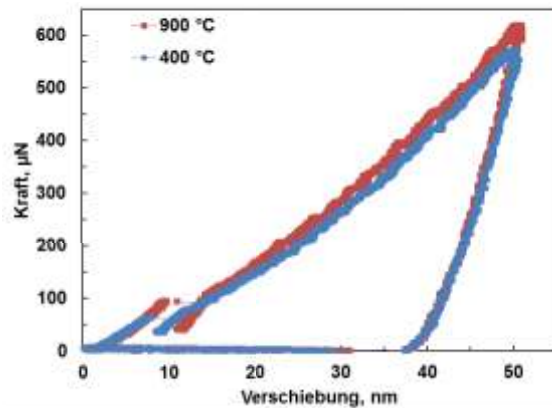
5. Zusammenfassung

- Einfluss der Wärmebehandlung auf mechanisches Verhalten bei RT
- Streckgrenzanstieg mit steigender Abschrecktemperatur für 28 at%Al bis 32 at%Al
- MK-Härtungsmodell und Literaturdaten zur Leerstellenkonzentration
- gute Übereinstimmung mit Leerstellenhärtung bei RT
- Konstante K steigt mit höherem Al-Gehalt ($\text{Fe}_3\text{Al} < \text{FeAl}$)
- Kinetik der Reduzierung der Streckgrenze für $T < T_q$ untersucht (900 °C/1 d + 600 °C/variable Haltezeit)
- Zeitkonstante τ für Streckgrenzenreduktion korreliert gut mit τ für Leerstellenmigration und -ausheilung [Köhler 1999]
- über 900 °C keine weiteren Leerstellen „eingefroren“ \rightarrow hohe Kinetik, $\tau \downarrow \rightarrow \sigma_{0,2} \downarrow$

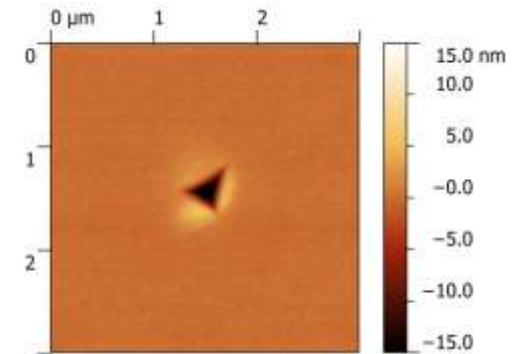
5. Zusammenfassung

Ausblick: Nanoindentation an Fe-30at%Al

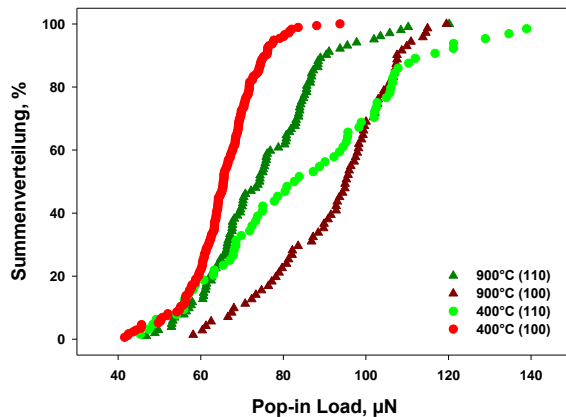
Kraft-Weg-Kurve in (100)-Orientierung



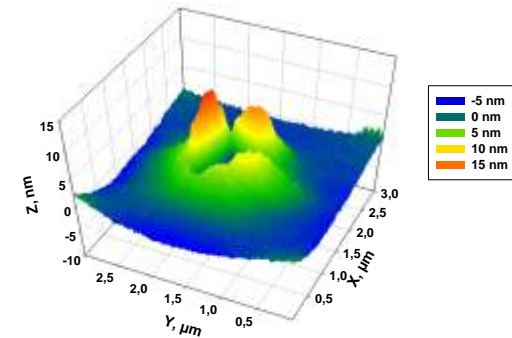
Oberflächentopografie in (100)-Orientierung



Pop-in Load Verhalten für unterschiedliche Orientierungen




Bewertung des Pile-ups in (100)-Orientierung



5. Zusammenfassung

Ausblick:

- Positronen-Annihilation für Messung der Leerstellenkonzentration in Fe_3Al
- Einfluss des Ordnungsgrades mittel XRD-Analyse untersuchen
 $D0_3/B2$ -Übergang sowie in einphasige Gebiete
- Beitrag anderer Härtungsmechanismen
 - Beitrag von Antiphasengrenzen (APB)
 - Behinderung von Leerstellenklettern
 - Versetzungsaufspaltung
- Antiphasendomänengrenzen (APDB) mittels TEM

6. Literatur

- E.P. George, I. Baker, Phil. Mag. A (1998) Vol. 77, 737-750
- J. Herrmann, G. Inden, G. Sauthoff, Acta Mater. 51 (2003) 3233-3242
- J. Herrmann, G. Inden, G. Sauthoff, Acta Mater. 51 (2003) 2847-2857
- D.G. Morris, M.A. Muñoz-Morris, L.M. Requejo, Mater. Sci. Eng. A460-461 (2007) 163-173
- D.G. Morris, M.A. Muñoz-Morris, Intermetallics 13 (2005) 1269-1274
- M. Palm, Int. J. Mat. Res. 100 (2009) 277-287
- G. Hasemann, J.H. Schneibel, E.P. George, Intermetallics 21 (2012) 56-61
- H.E. Schaefer, K. Frenner, R. Würschum, Intermetallics 7 (1999) 277-287
- Y. Yang, I. Baker, Intermetallics 6 (1998) 167-175
- J.H. Schneibel, L.M. Pike, Intermetallics 12 (2004) 85-90
- B. Köhler, J. Wolff, M. Franz, A. Broska, Th. Hehenkamp, Intermetallics 7 (1999) 269-176

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

www.ovgu.de