

01,07

Формирование мультимерной структуры и ее влияние на прочность и пластичность интерметаллического соединения Ni_3Al

© В.Е. Овчаренко^{1,2}, Е.Н. Боянгин¹, М.М. Мышляев³, Ю.Ф. Иванов⁴, К.В. Иванов¹

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Томск, Россия

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Томск, Россия

³ Институт металлургии и материаловедения РАН им. А.А. Байкова,
Москва, Россия

⁴ Институт сильноточной электроники СО РАН,
Томск, Россия

E-mail: ove45@mail.ru

(Поступила в Редакцию 12 января 2015 г.)

В окончательной редакции 6 февраля 2015 г.)

Приведены результаты исследования структуры интерметаллического соединения Ni_3Al , синтезированного в порошковой смеси исходных элементов под давлением с пластической деформацией интерметаллида. Показано, что пластическая деформация формирует в интерметаллическом соединении бимодальную зеренную структуру, состоящую из зерен микронного диапазона размерности, мультимеров из микрочастиц субмикронного диапазона размерности и межзеренных прослоек, содержащих наноразмерные кристаллиты Al_2O_3 , Ni_2Al_3 и $NiAl$. С увеличением степени деформации в зеренной структуре интерметаллида увеличивается количество мультимеров, повышаются прочность и пластичность интерметаллического соединения.

1. Введение

В качестве конструкционных сплавов высокотемпературного назначения никелевые жаропрочные сплавы на основе интерметаллического соединения Ni_3Al занимают лидирующие позиции по масштабам производства и применения в химической промышленности, энергетике, авиастроении, космической технике и т.п. Интерметаллическое соединение Ni_3Al (γ' -фаза, упорядоченный твердый раствор) является основной упрочняющей фазой и его поведение под нагрузкой в значительной мере определяет ресурс работы жаропрочных сплавов в целом. Поэтому интерметаллическое соединение Ni_3Al является предметом систематических исследований [1–3]. Классическим подходом к повышению прочности и пластичности интерметаллида при повышенных температурах, возможности которого к настоящему времени практически исчерпаны, является применение комплексного легирования [4]. Использование известных способов повышения прочности и пластичности металлов и сплавов путем измельчения зеренной структуры при интенсивной пластической деформации также не представляется возможным, поскольку интерметаллическое соединение Ni_3Al характеризуется высокой склонностью к хрупкому межкристаллитному разрушению [5,6]. Уникальной возможностью пластически деформировать интерметаллическое соединение Ni_3Al является его нагружение в узком временном интервале кристаллизации интерметаллида из расплава в условиях высокотемпературного синтеза в режиме теплового взрыва порошковой

смеси никеля с алюминием стехиометрического состава (рис. 1, а) [7–11].

В работах [12,13] приведены результаты исследований микроструктуры и прочностных свойств синтезированных под давлением интерметаллида Ni_3Al и композита Ni_3Al/Al_2O_3 . Показано, что в процессе синтеза под давлением в интерметаллическом соединении формируется поликристаллическая структура с широким диапазоном размеров зерен: от 200 нм до 10 мкм. Пластическая деформация продукта высокотемпературного синтеза повышает однородность химического состава синтезированного интерметаллида Ni_3Al и композита Ni_3Al/Al_2O_3 , увеличивая их прочность и пластичность.

Целью настоящей работы является исследование закономерностей формирования зеренной структуры в зависимости от степени пластической деформации продукта высокотемпературного синтеза и ее влияния на прочность и пластичность интерметаллического соединения Ni_3Al .

2. Образцы и методика исследования

Влияние интенсивной пластической деформации на зеренную структуру интерметаллического соединения Ni_3Al было исследовано на слитках интерметаллида, синтезированных в режиме теплового взрыва под давлением в порошковой смеси никеля ($\sim 2.0 \mu m$) с алюминием ($\sim 1.0 \mu m$) стехиометрического состава в конусной пресс-форме открытого типа (рис. 1, б). Диаметр пресс-формы составлял 58.0 мм в верхней части и 7.0 мм в нижней части при высоте пресс-формы 50 мм и диамет-

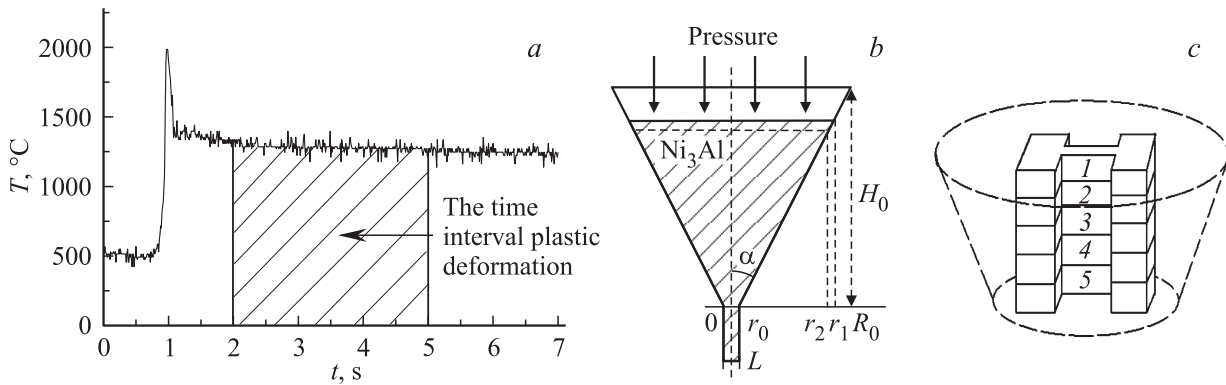


Рис. 1. Термограмма теплового взрыва порошковой смеси $3\text{Ni} + \text{Al}$ с указанием временного интервала деформирования синтезированного интерметаллида (а), технологическая схема синтеза интерметаллического соединения Ni_3Al с пластической деформацией в конусной пресс-форме открытого типа (б) и схема получения образцов синтезированного интерметаллического соединения Ni_3Al с различной степенью пластической деформации для испытаний на растяжение (с).

ре отверстия в нижней части 7.0 mm. Из интерметаллического компакта конусной формы была вырезана заготовка прямоугольного сечения, которая была разрезана на образцы для растяжения размером $30 \times 10 \times 1.5$ mm при размерах рабочей части 10×4 mm (рис. 1, с).

Рентгенофазовый анализ образцов интерметаллида был проведен в излучении $\text{CuK}\alpha$ при 40 kV и 40 mA. Микроструктура образцов исследовалась методами оптической металлографии (Neophot 32), сканирующей электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп SEM-515 Philips с энергодисперсионным анализатором элементного состава EDAX ECON IV) и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (JEM-2100). Образцы для просвечивающей дифракционной электронной микроскопии готовились методом ионного травления поверхности. Исследование прочности образцов на растяжение проводилось на машине „INSTRON“ со скоростью растяжения 0.2 mm/min.

3. Результаты исследования и их обсуждение

3.1. Оценка величины пластической деформации продукта высокотемпературного синтеза в конусной пресс-форме. Пусть пресс-форма для высокотемпературного синтеза интерметаллического соединения в порошковой смеси исходных элементов имеет форму конуса высотой H_0 с радиусом нижнего основания r_0 и верхнего R_0 (рис 1, б). Начальный объем синтезированного в конусной пресс-форме интерметаллического соединения равен

$$V_0 = (1/3)\pi H_0(R_0^2 + R_0r_0 + r_0^2). \quad (1)$$

При приложении давления к синтезированному интерметаллиду происходит его экструзия из отверстия в нижней части конусной пресс-формы, величина смещения верхней границы интерметаллического компакта в

пресс-форме ΔH определяется с помощью уравнений

$$\pi r_0^2 L = (1/3)\pi \Delta H(R_0^2 + R_0R + R^2), \quad (2)$$

$$R_0 - R = \Delta H \operatorname{tg} \alpha, \quad (3)$$

где R — текущий радиус верхнего основания пресс-формы, α — половина угла конуса пресс-формы, L — линейный размер экструдированного из пресс-формы интерметаллического компакта цилиндрической формы.

Процесс экструзии интерметаллического соединения из отверстия в нижней части конусной пресс-формы сопровождается его пластической деформацией в пресс-форме (рис. 1, б):

$$\varepsilon = \frac{r_1^2 - r_2^2}{r_1^2}, \quad (4)$$

где

$$r_1 = (r_2^3 + 3Lr_0^2)^{1/3}. \quad (5)$$

Численные оценки величины пластической деформации интерметаллического соединения Ni_3Al в процессе его высокотемпературного синтеза в конусной пресс-форме с экструзией интерметаллида в нижней ее части были проведены для пяти равных по толщине поперечных слоев синтезированного интерметаллического компакта конусной формы (рис. 1, с, табл. 1).

Таблица 1. Значения величины пластической деформации интерметаллического соединения Ni_3Al для пяти равных по толщине поперечных слоев компакта конической формы

Номер слоя (начиная с верхней части конуса)	Степень пластической деформации в слое, %
1	4.2
2	5.6
3	7.4
4	10.6
5	15.2

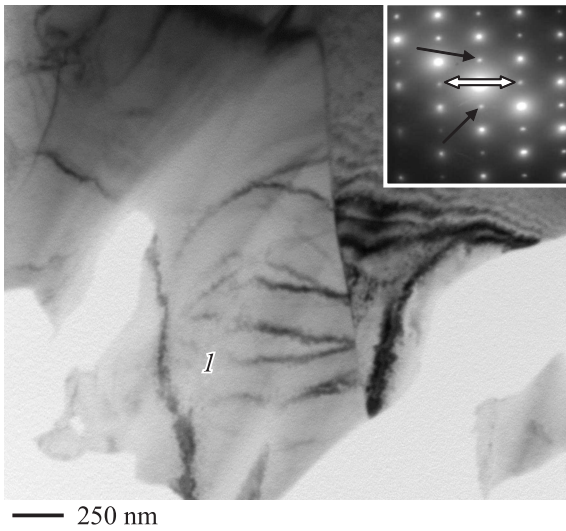


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение структуры синтезированного под давлением интерметаллида Ni_3Al . На вставке — микроэлектроннограмма, полученная для зерна, обозначенного цифрой 1. Темные и светлые стрелки указывают на сверхструктурные рефлексы $\{001\}$ и $\{110\}$ соответственно.

По мере перемещения от верхней к нижней части синтезированного слитка конусной формы степень пластической деформации интерметаллического соединения увеличивается, достигая 15 и более процентов.

3.2. Исследования микроструктуры.

Основной фазой всех исследованных образцов синтезированного сплава является интерметаллид Ni_3Al , что подтверждается наличием на соответствующих микроэлектроннограммах сверхструктурных рефлексов, свидетельствующих об упорядоченном состоянии материала (рис. 2).

Исследование зеренной структуры образцов интерметаллического соединения Ni_3Al , синтезированного под давлением с пластической деформацией продукта синтеза в конусной пресс-форме, показало, что пластическая деформация приводит к формированию в интерметаллическом соединении бимодальной зеренной структуры, представленной зернами микронных размеров ($10\ \mu\text{m}$ и более) и „мультизернами“, состоящими из зерен субмикронного ($0.1\text{--}0.5\ \mu\text{m}$) диапазона размерности (рис. 3).

В зернах микронных размеров синтезированного интерметаллического соединения Ni_3Al присутствует дис-

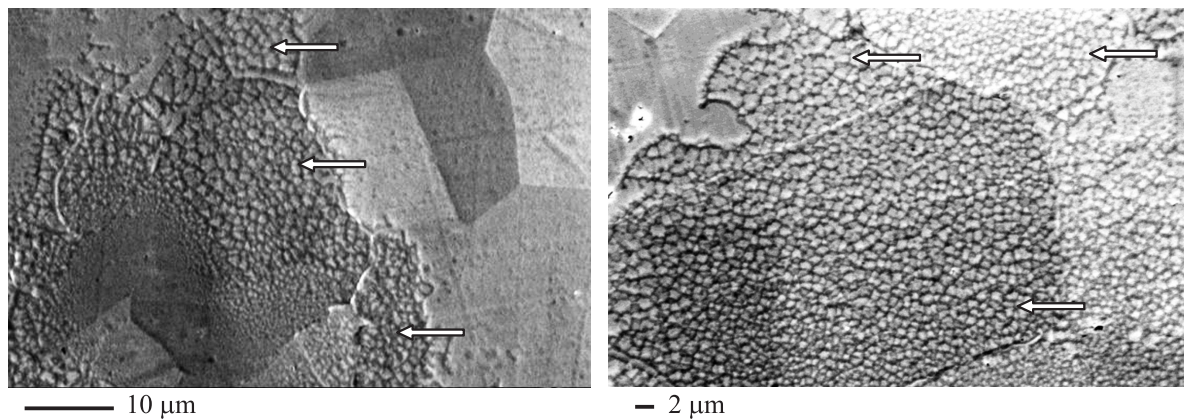


Рис. 3. Бимодальная поликристаллическая структура интерметаллического соединения Ni_3Al , синтезированного в конусной пресс-форме (слой № 3 интерметаллического слитка конусной формы). Стрелками указаны зерна субмикронного размера.

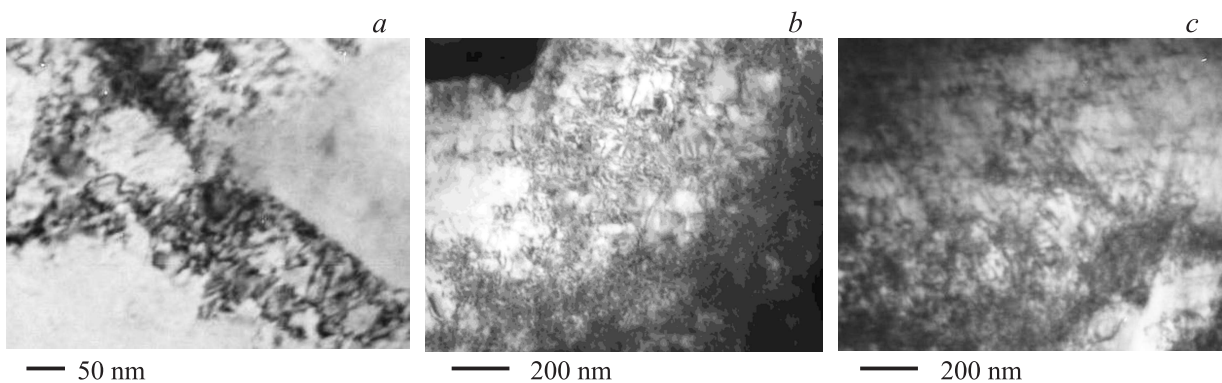


Рис. 4. Дислокационные субструктуры в образцах синтезированного интерметаллического соединения Ni_3Al , полученных из верхнего (a), среднего (b) и нижнего (c) слоев интерметаллического слитка конусной формы.

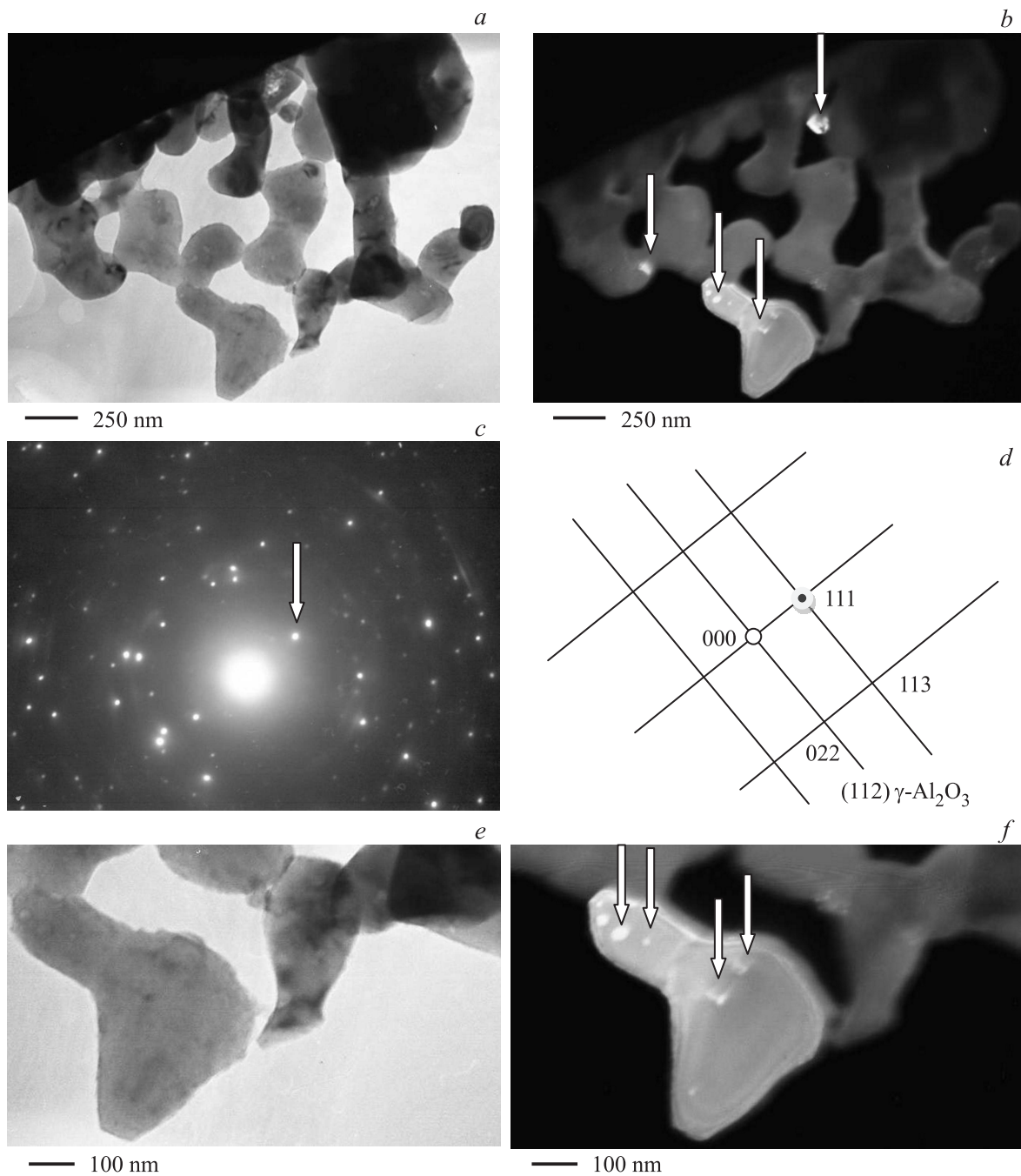


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение межзеренных прослоек в зеренной структуре синтезированного интерметаллида Ni_3Al (*a, e*); темные поля, полученные в совпадающих рефлексах $[111]\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + [002]\text{Ni}_2\text{Al}_3$ (*b, f*); микроэлектроннограмма (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле) (*c*); схема индирования микроэлектроннограммы (*d*). Стрелками на частях *b* и *f* указаны частицы оксида алюминия.

локационная субструктура в виде сеток, ячеек и полосовой субструктуры (рис. 4). С увеличением степени пластической деформации скалярная плотность дислокаций снижается от $\sim 8.6 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ в верхнем слое (№ 1) до $4.0 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ в нижнем слое (№ 5) интерметаллического слитка конусной формы.

Исследование тонкой структуры интерметаллида методом просвечивающей дифракционной электронной

микроскопии показало, что верхний слой интерметаллического слитка конусной формы является многофазным материалом. При начальных степенях деформации интерметаллида бимодальная зеренная структура состоит из зерен γ' -фазы и областей с субмикроструктурной структурой, содержащих частицы вторых фаз (Al_2O_3 и в незначительном количестве Ni_2Al_3 и NiAl) размером 10–50 нм и расположенных в стыках и на границах

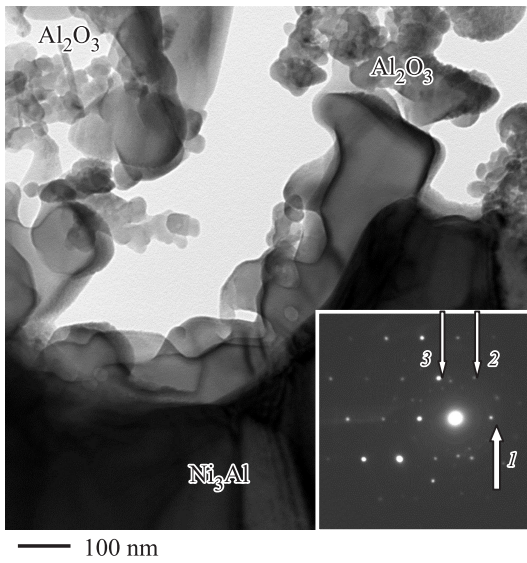


Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение бимодальной зеренной структуры, формирующейся при синтезе под давлением с пластической деформацией продукта синтеза в конусной пресс-форме (слой № 5 интерметаллического слитка конусной формы), светлопольное изображение. На вставке — микроэлектроннограмма, полученная для наноразмерных зерен, стрелками указаны рефлексы оксида алюминия γ - Al_2O_3 (параметры решетки $a = 0.310$ nm, $c = 0.499$ nm): 1 — $[100]$, 2 — $[01\bar{2}]$, 3 — $[\bar{1}1\bar{2}]$.

зерен γ' -фазы (рис. 5). С увеличением степени пластической деформации интерметаллида на границах раздела отдельных микрозерен бимодальной зеренной структуры образуются прослойки из наноразмерных кристаллитов Al_2O_3 , Ni_2Al_3 и NiAl (рис. 6).

Результаты микродифракционного анализа интерметаллида с бимодальной зеренной структурой соответствуют результатам микрорентгеноспектрального анализа элементного состава интерметаллида. На рис. 7 и в табл. 2 представлены результаты элементного анализа отдельных участков фольги синтезированного интерметаллида Ni_3Al с бимодальной зеренной структурой, представленной на рис. 6. Можно констатировать, что зерна микронного размера синтезированного интерметаллида состоят преимущественно из никеля и алюминия (участки 1 и 4), а наноразмерные кристаллиты на границах раздела отдельных зерен интерметаллида состоят из кислорода и алюминия (участки 2, 3 и 5).

3.3. Прочностные свойства.

3.3.1. Микротвердость. В зависимости от способа получения интерметаллического соединения Ni_3Al (вакуумная плавка, высокотемпературный синтез под давлением, высокотемпературный синтез с пластической деформацией продукта синтеза) изменяется его микротвердость: увеличивается при переходе от литого интерметаллида к синтезированному под давлением и

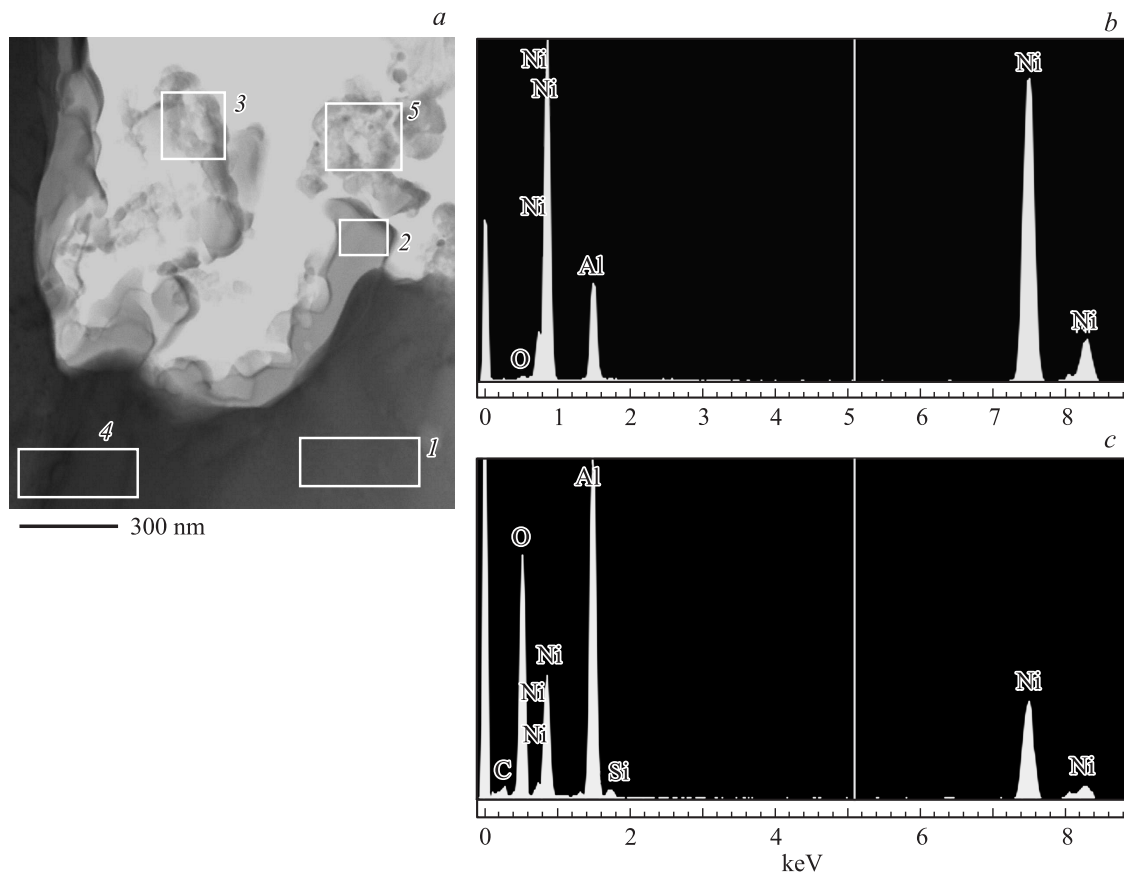


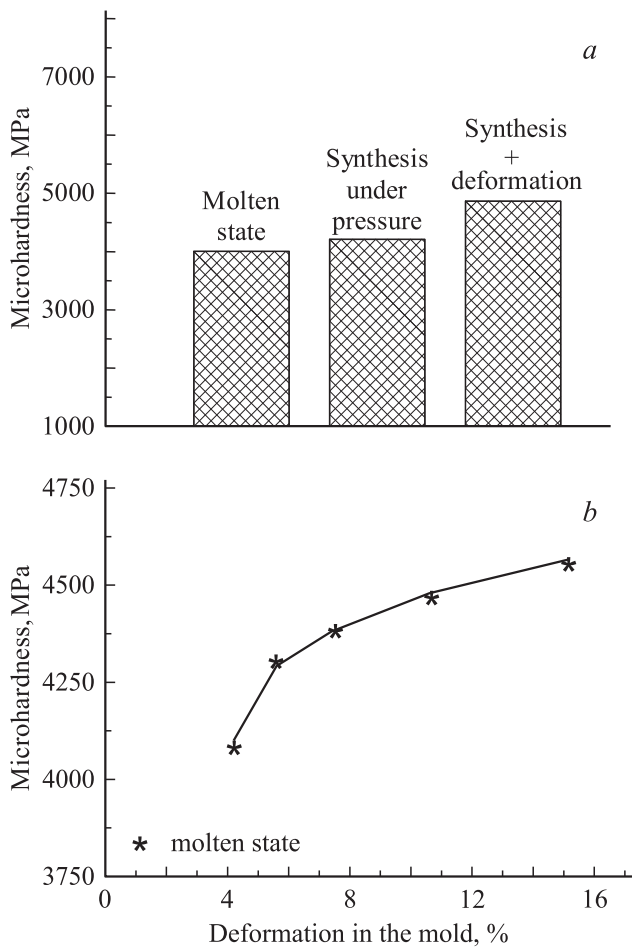
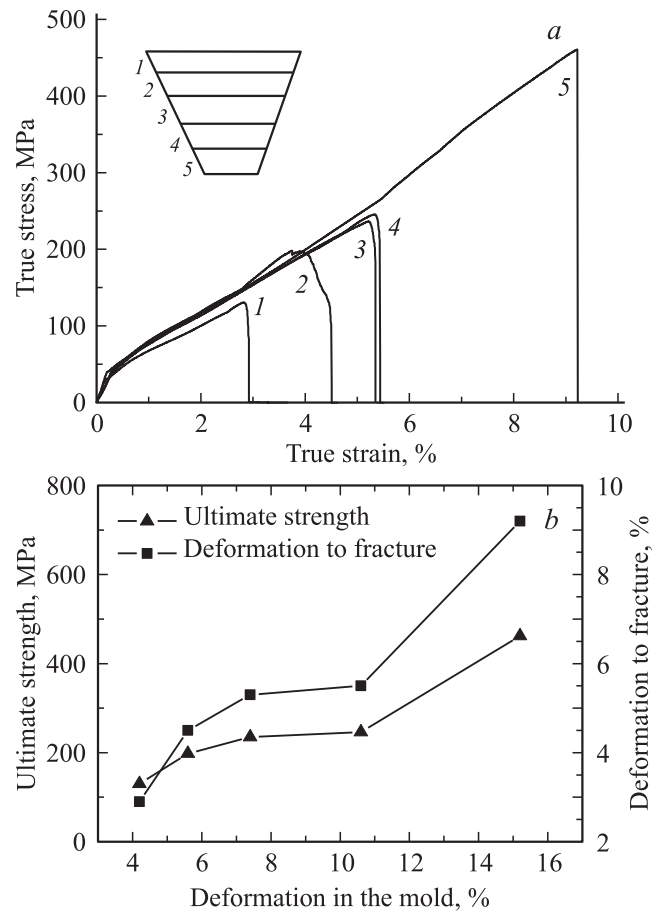
Рис. 7. Электронно-микроскопическое изображение фрагмента фольги синтезированного интерметаллида Ni_3Al с отмеченными участками (1–5) микрорентгеноспектрального элементного анализа (a) и энергетические спектры, полученные для участков фольги 1 (b) и 3 (c).

Таблица 2. Элементный состав участков фольги синтезированного интерметаллида Ni_3Al , представленной на рис. 7, *a*

Номер участка	Ni, at.%	Al, at.%	O, at.%
1	70.2	27.8	2.0
2	3.8	32.9	63.3
3	7.2	26.7	66.1
4	75.9	22.7	1.4
5	10.0	22.2	67.8

далее к синтезированному под давлением с пластической деформацией интерметаллида (рис. 8, *a*). При исследовании зависимости величины микротвердости синтезированного интерметаллида от степени пластической деформации установлено, что величина его микротвердости повышается с увеличением степени пластической деформации (рис. 8, *b*).

3.3.2. Прочность и пластичность при растяжении. На рис. 9, *a* приведены кривые растяжения

**Рис. 8.** Зависимости величины микротвердости интерметаллического соединения Ni_3Al от технологии высокотемпературного синтеза (*a*) и степени пластической деформации интерметаллида в пресс-форме (*b*).**Рис. 9.** Кривые растяжения образцов интерметаллического соединения Ni_3Al , полученных из поперечных слоев синтезированного под давлением с пластической деформацией в конусной пресс-форме интерметаллического компакта (*a*), и зависимости предела прочности и деформации до разрушения при растяжении синтезированного интерметаллида от степени его пластической деформации в конусной пресс-форме (*b*).

образцов интерметаллического соединения Ni_3Al , полученных из указанных в табл. 1 поперечных слоев интерметаллического слитка конусной формы. Можно констатировать, что с увеличением степени пластической деформации интерметаллида в пресс-форме происходит значительное повышение предела прочности, степени деформации до разрушения интерметаллического соединения Ni_3Al при растяжении (рис. 9, *b*).

С увеличением степени деформации интерметаллида в пресс-формекратно повышаются значения его предела прочности и величины деформации до разрушения при растяжении.

4. Выводы

1. Пластическая деформация интерметаллического соединения Ni_3Al в процессе его высокотемпературного синтеза в порошковой смеси никеля с алюминием

стехиометрического состава формирует в синтезированном интерметаллическом соединении бимодальную зеренную структуру, состоящую из зерен микронного диапазона размерности, мультимерен из микрозерен субмикронного диапазона размерности и межзеренных прослоек из наноразмерных кристаллитов Al_2O_3 , Ni_2Al_3 и NiAl .

2. Формирование в интерметаллическом соединении Ni_3Al бимодальной зеренной структуры оказывает прямое влияние на механические характеристики интерметаллического соединения: наблюдается повышение микротвердости интерметаллида и кратное увеличение его предела прочности и величины деформации до разрушения при растяжении.

Список литературы

- [1] N.S. Stoloff, S.C. Liu, S.C. Deevi S.C. *Intermetallics* **8**, 1313 (2000).
- [2] V.K. Sikka, S.C. Deevi S.C., S. Viswanathan, R.W. Swindeman, M.L. Santella *Intermetallics* **8**, 1329 (2000).
- [3] D.P. Pope, S.S. Ezz. *Int. Met. Rev.* **29**, 3, 136 (1984).
- [4] M.S. Kim, S. Hanada, S. Watanabe, O. Izumi. *Trans. Jap. Inst. Met.* **29**, 4, 274 (1988).
- [5] R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Tsenev. *Mater. Sci. Eng. A* **137**, 35 (1991).
- [6] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zechetbauer, V.T. Zhu. *JOM* **58**, 4, 33 (2006).
- [7] C. Nishimura, C.T. Liu. *Scripta Met. Mater.* **26**, 381 (1992).
- [8] J.P. Lebrat, A. Varma. *Combust. Sci. Technol.* **88**, 211 (1993).
- [9] A.G. Merzhanov. *Ceram. Int.* **21**, 371 (1995).
- [10] J.J. Moore, H.J. Feng. *Progr. Mater.* **39**, 243 (1995).
- [11] A. Hibino, S. Matsuoka, M. Kiuchi. *J. Mater. Proc. Technol.* **112**, 127 (2001).
- [12] L.A. Sheng, W. Zhang, J.T. Guo, Z.S. Wang, V.E. Ovcharenko, L.Z. Zhou, H.Q. Ye. *Intermetallics* **17**, 572 (2009).
- [13] L.Y. Sheng, F. Yang, T.F. Xi, J.T. Guo, H.Q. Ye. *Mater. Sci. Eng. A* **555**, 15, 131 (2012).