

Структура и механические свойства быстрозакаленного интерметаллида Ni_3Al

Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова,
В. А. Гончарук, А. А. Голубенко, Н. А. Ефимов,
И. В. Гончарова, В. В. Куприн, Н. М. Мордовец

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича
НАН Украины, Киев, e-mail: irina@ipms.kiev.ua

Исследовано механическое поведение в широком температурном интервале интерметаллида Ni_3Al с мелким зерном 7 мкм, полученного методом быстрой закалки из жидкого состояния. Отжиги позволили варьировать размер зерна (от 10 до 50 мкм). При измерении твердости и испытаниях на изгиб в широком интервале температур обнаружен аномальный ход температурной зависимости предела текучести, твердости, прочности и пластичности, присущий интерметаллиду Ni_3Al .

Ключевые слова: интерметаллид Ni_3Al , механические свойства, температура, деформация.

Введение

Фаза Ni_3Al является основой для создания суперсплавов нового поколения на никелевой основе [1—3]. Фаза со сверхструктурой $L1_2$ на основе Ni_3Al обозначается как γ' -фаза, в отличие от неупорядоченного твердого раствора с ближним атомным порядком состава $Ni-Al$, который обозначается как γ -фаза (рис. 1). В γ' -фазе наблюдается аномальная температурная зависимость механических свойств [1].

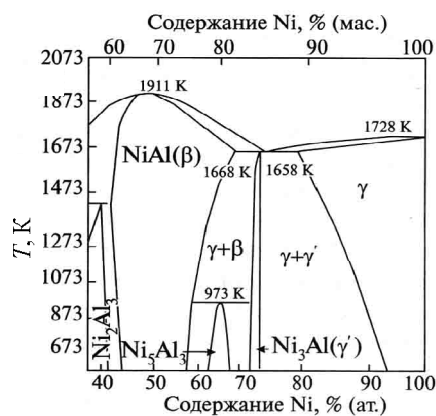
В современных жаропрочных никелевых сплавах эта аномалия проявляется в виде повышения предела текучести с ростом температуры в определенном температурном интервале. Такое поведение наблюдается исключительно в сплавах с дальним атомным порядком, то есть со сверхструктурой. Сверхструктура $L1_2$ (γ' -фаза) реализуется при комнатной температуре в интервале концентраций 22,3—27% (ат.) Al. С увеличением температуры концентрационная область существования γ' -фазы уменьшается.

Развитие работ по созданию суперсплавов на никелевой основе привело к постепенному перемещению их составов вдоль двухфазной области ($\gamma + \gamma'$) от незначительного содержания γ' -фазы к почти полному доминированию ее в объеме сплава [2]. В последние 20 лет область концентраций меньше 75% (ат.) Ni является основой для поиска новых суперсплавов.

Авторами монографии [2] показано, что как в самой простой форме A_3B (Ni_3Al), так и в сложной $A_3(BC)$, например $Ni_3(AlTi)$, и в еще более сложных вариантах $Ni_3(AlTiHf)$ свойства фазы Ni_3Al во многом определяют механическое поведение никелевых суперсплавов в широком температурном интервале.

© Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова, В. А. Гончарук, А. А. Голубенко,
Н. А. Ефимов, И. В. Гончарова, В. В. Куприн, Н. М. Мордовец, 2013

Рис. 1. Часть фазовой диаграммы системы Al—Ni [4].



В целом, при разработке жаропрочных сплавов необходимо обеспечивать баланс между жаростойкостью и механическими свойствами сплавов (твёрдостью, прочностью, пластичностью), что достигается комплексным легированием и оптимальной термомеханической обработкой.

В настоящей работе исследовали в широком температурном интервале механическое поведение интерметаллида Ni₃Al, полученного методом быстрой закалки из жидкого состояния.

Материал и методика

В соответствии с двойной диаграммой состояния Ni—Al (рис. 1) выбран состав Ni₃Al и подготовлена шихта. В качестве исходных материалов использовали чистый алюминий (99,99%) и электролитический никель (99,999%). Первичный слиток сплава получен в аргонодуговой плавильной печи, который затем переплавляли на оборудовании для получения аморфных металлических сплавов. Слиток расплавляли током высокой частоты в кварцевом тигле-сопле в инертной атмосфере с последующей разливкой в медную изложницу при температуре, на 100 °С превышающей температуру плавления интерметаллида Ni₃Al, — 1385 °С. Интерметаллид Ni₃Al получали в виде пластинок размером 30 x 40 мм и толщиной 2,35 мм. Последующие высокотемпературные отжиги (800—1300 °С) в вакууме позволили получить Ni₃Al с различным размером зерна.

Фазовый состав интерметаллида исследовали на дифрактометре ДРОН-УМ1 в монохроматическом CuK_α-излучении. Степень дальнего порядка η определяли по соотношениям интегральных интенсивностей дифракционных пиков, соответствующих неупорядоченному ГЦК твёрдому раствору, а именно линий (111), (200), (220), (311) и (222), к интенсивностям максимумов, которые свидетельствуют об упорядочении твёрдого раствора — линии (100), (110), (210), (211).

Образцы для металлографических исследований готовили электролитической полировкой в уксусно-хлорном электролите с последующим травлением в реактиве: H₂SO₄ — 20%, HNO₃ — 60% и HCl — 20%. Микроструктуру образцов после травления изучали на микроскопе НЕОРНОТ-32.

Микротвёрдость определяли при комнатной температуре на твердомере ПМТ-3 с использованием индентора Виккерса при нагрузке 2 Н. При этой же нагрузке измеряли твёрдость в жидком азоте на специальной установке, описанной в работе [5]. Твёрдость при высоких температурах (20—900 °С) исследовали в вакууме при давлении не ниже 10⁻³ Па на модернизированной установке ВИМ-1 [6]. Каждое значение твёрдости получено в результате усреднения 8—10 измерений.

Характеристики прочности и пластичности исследуемых образцов в интервале температур 20—1300 °С измеряли при испытании на трехточечный изгиб на испытательной машине типа INSTRON в вакууме. При этом определяли предел текучести $\sigma_{0,02}$, предел прочности σ_b и пластичность до разрушения крайних волокон δ . Механическое напряжение σ в образце (для крайних волокон) вычисляли по формуле

$$\sigma = \frac{1,5PL}{bh^2}, \quad (1)$$

где P — нагрузка, приложенная к образцу; L — расстояние между опорами, равное 18 мм; b и h — соответственно ширина и высота образца (4 x 1,5 мм).

Относительную деформацию ε крайних волокон образца при изгибе находили как

$$\varepsilon = \frac{6hf}{L^2}, \quad (2)$$

где f — стрела прогиба.

Модуль нормальной упругости E также измеряли при испытании образцов на трехточечный изгиб на специальном приспособлении, погрешность определения E составляла 3,5%. Для интерметаллида Ni_3Al в исходном состоянии модуль Юнга равен 181 ГПа, а после отжига при 1200 и 1250 °С — 171 и 165 ГПа соответственно.

Большинство современных высокопрочных материалов (за исключением металлов и металлических сплавов) малопластичные и даже хрупкие при стандартных механических методах испытаний. Это относится к керамическим материалам, квазикристаллам, нанокристаллическим материалам и интерметаллидам. Однако пластическое поведение этих материалов можно изучать методом индентирования. В работе [7] предложено характеризовать пластичность безразмерным параметром δ_H , который равен доле пластической деформации в общей упруго-пластической деформации под индентором. Для индентора Виккерса [7]

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}, \quad (3)$$

где HV — твердость; ν — коэффициент Пуассона; E — модуль Юнга.

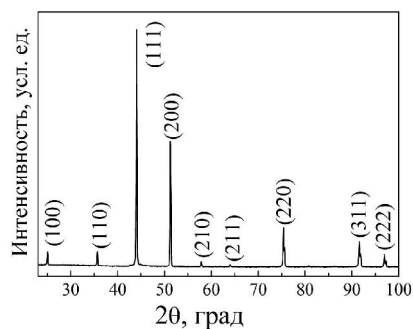
Характеристика пластичности δ_H , определенная методом индентирования, получена при исследовании влияния температуры на твердость в интервале 20—900 °С.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Интерметаллид Ni_3Al , полученный методом быстрой закалки из жидкого состояния, представляет собой фазу Ni_3Al как упорядоченную γ' , так и неупорядоченную γ (рис. 2). Методом рентгеноструктурного анализа исследованы структурные изменения, которые происходят в интерметаллиде Ni_3Al после отжига при температурах 1000, 1050, 1150, 1200 и 1250 °С, в сравнении с исходным быстрозакаленным состоянием.

Сравнение ширины дифракционных линий интерметаллида Ni_3Al на примере линии (311) приведено на рис. 3, а. Видно, что увеличение температуры отжига до 1050 °С приводит к уменьшению ширины дифрак-

Рис. 2. Рентгенограмма с поверхности образца интерметаллида Ni_3Al в исходном литом состоянии.



ционных линий. С ростом температуры выше $1050\text{ }^\circ\text{C}$ уширение всех дифракционных линий увеличивается. Ширины линий, соответствующие отжигам при 1200 и $1250\text{ }^\circ\text{C}$, превышают величину, соответствующую исходному состоянию (рис. 3, б). Причина уширения дифракционных линий при высокотемпературном отжиге требует дальнейшего изучения.

Выполненные отжиги приводили к смене степени упорядочения твердого раствора фазы Ni_3Al . Так, максимальное упорядочение, близкое к 1, отмечалось при температурах 1050 и $1150\text{ }^\circ\text{C}$, близких к температуре, при которой наблюдается минимальная ширина дифракционных линий. Дальнейшее повышение температуры вызывало уменьшение степени упорядочения (рис. 4). Как уже отмечалось, высокотемпературный отжиг (1200 и $1250\text{ }^\circ\text{C}$) приводит также к снижению модуля Юнга E . Комплекс указанных свойств дает основание предположить, что при температурах 1200 и $1250\text{ }^\circ\text{C}$ состав изученного сплава оказывается в двухфазной $\gamma + \gamma'$ области. Это обуславливает формирование межфазных границ, что подтверждается структурными исследованиями сплава после пластической деформации (рис. 5).

Исследовано влияние термической обработки на зеренную структуру Ni_3Al . После травления на поверхности образца, кроме зерен, выявляются дендриты (рис. 6, а). При этом в исходном состоянии величина зерна d составляет ~ 7 мкм. За размер зерна d в настоящей работе принимали среднее расстояние между большеугловыми границами (межзеренными и образованными дендритами).

Дендритная структура частично сохраняется после отжигов в течение 2 ч при 800 , 900 и $1000\text{ }^\circ\text{C}$. После отжига при $1150\text{ }^\circ\text{C}$ формируется равноосная зеренная структура с размером зерна 17 мкм (рис. 6, б, 7, а)

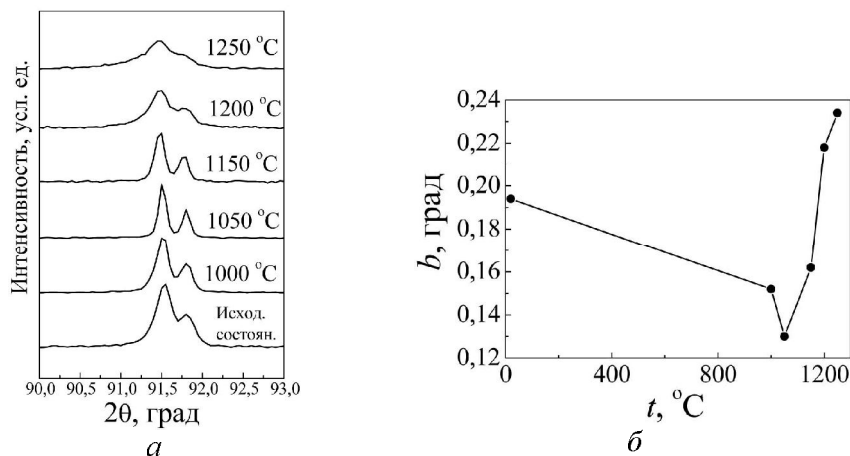


Рис. 3. Влияние температуры отжига на спектр (а) и ширину (б) дифракционной линии (311) Ni_3Al .

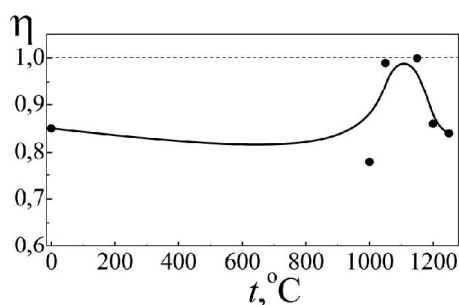


Рис. 4. Влияние температуры отжига на степень дальнего порядка η .

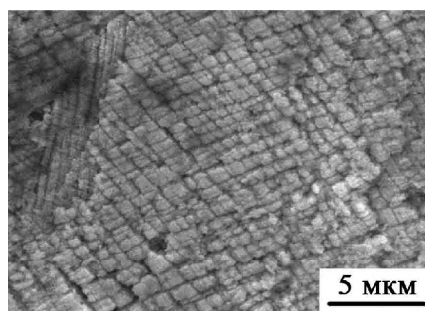
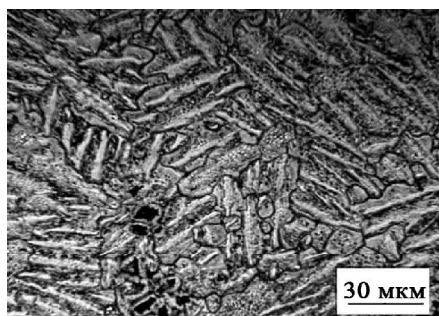
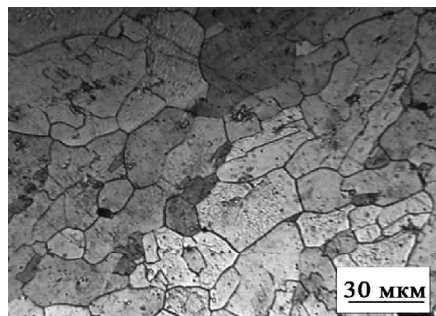


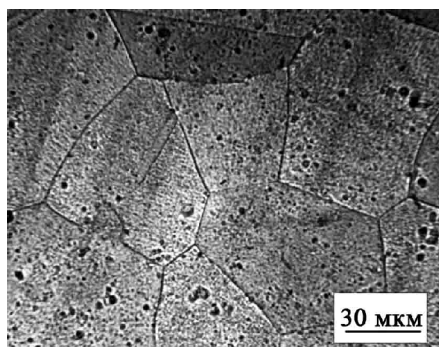
Рис. 5. Структура интерметаллида Ni_3Al после пластической деформации (SEM изображение).



a



б



в

Рис. 6. Микроструктура интерметаллида Ni_3Al в исходном состоянии (*a*) и после отжига в течение 2 ч при температурах 1150 (*б*) и 1200 °C (*в*).

и при незначительном увеличении температуры отжига до 1200 °C размер зерна резко возрастает (рис. 6, *в*, 7). Таким образом, использованная методика плавки интерметаллида позволила получить

мелкозернистый материал со средним значением $d \approx 7$ мкм.

Измерения микротвердости HV отожженных образцов (рис. 7, *б*) показали, что твердость слабо изменяется при температурах отжига 800—900 °C и близка к твердости материала в исходном состоянии $\approx 2,6$ ГПа. При дальнейшем увеличении температуры отжига HV постепенно уменьшается и при максимальной температуре отжига 1300 °C составляет 2 ГПа.

При изучении влияния температуры отжига на изменение механических свойств Ni_3Al при испытаниях на изгиб было принято, что температура 1150 °C является оптимальной для получения такого структурного состояния ($d \approx 17$ мкм), которое обеспечивает удовлетворительный комплекс механических свойств интерметаллида Ni_3Al ($\sigma_b = 380$ МПа, $\sigma_{0,2} = 290$ МПа, $\delta = 1,35\%$) при комнатной температуре (рис. 8).

При определении пластичности интерметаллида Ni_3Al было целесообразно сравнить пластичность δ при стандартных испытаниях образцов

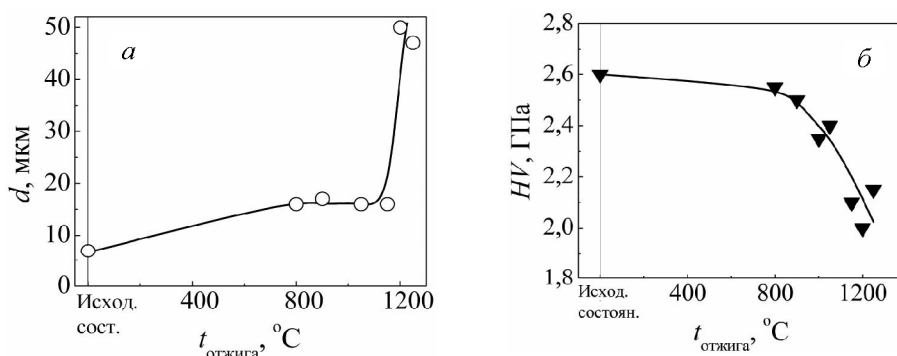


Рис. 7. Влияние температуры отжига на размер зерна (а) и твердость (б) интерметаллида Ni_3Al .

на изгиб и характеристику пластичности δ_H , определенную методом индентирования. На рис. 8, б приведены зависимости пластичности (δ и δ_H) от температуры отжига. Действительно, интерметаллид Ni_3Al имеет макроскопическую пластичность только после отжигов выше $1100\text{ }^\circ\text{C}$ и после отжига при $1250\text{ }^\circ\text{C}$ пластичность δ достигает почти 3%. При этой температуре δ_H также достигает критического значения $\delta_{Hcr} \geq 0,9$, которое близко к δ_H для металлов, когда материал становится пластичным при стандартных испытаниях на растяжение. Ниже температуры отжига $1000\text{ }^\circ\text{C}$ значение δ , которое определено при испытаниях на изгиб, приближается к 0 (для исходного состояния) и пластичность материала целесообразно характеризовать параметром пластичности δ_H .

При исследовании твердости Ni_3Al в широком интервале температур $-196 \dots 900\text{ }^\circ\text{C}$ для материала в исходном состоянии твердость изменяется от 3,7 ГПа (при температуре жидкого азота) до 1 ГПа (при $900\text{ }^\circ\text{C}$). В интервале от комнатной температуры до $700\text{ }^\circ\text{C}$ твердость материала в исходном состоянии с мелким размером зерна ($\sim 7\text{ }\mu\text{m}$) практически не изменяется (аномального роста твердости в этом температурном интервале не происходит) (рис. 9). В то же время после отжига интерметаллида с размером зерна 17 и 50 мкм наблюдается аномальный рост твердости при температуре выше $400\text{ }^\circ\text{C}$.

После оптимальной термообработки образцов интерметаллида Ni_3Al были выполнены испытания на изгиб в интервале температур $20\text{—}1150\text{ }^\circ\text{C}$.

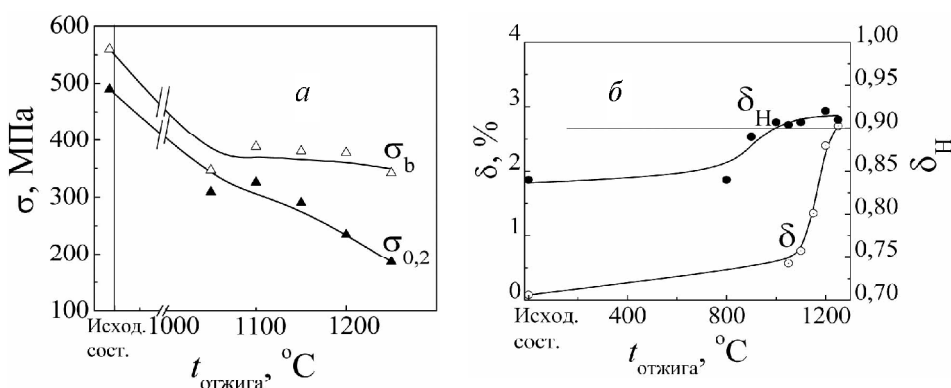


Рис. 8. Зависимость предела прочности σ_b , предела текучести $\sigma_{0,2}$ при испытаниях на изгиб (а) и пластичности (δ и δ_H) (б) от температуры отжига.

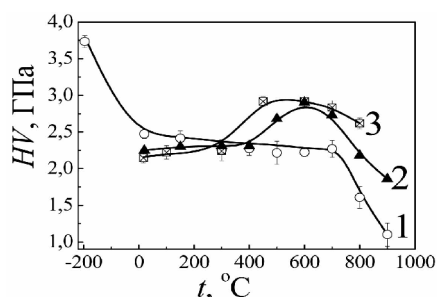


Рис. 9. Температурная зависимость твердости интерметаллида Ni_3Al в разном структурном состоянии: 1 — исходное состояние ($d = 7$ мкм); 2 — после отжига 1150°C ($d = 17$ мкм); 3 — после отжига 1200°C ($d = 50$ мкм).

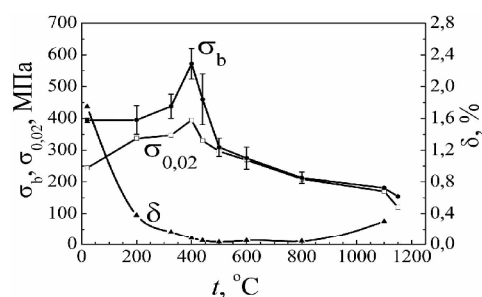


Рис. 10. Температурная зависимость механических свойств (предел прочности σ_{p} , предел текучести $\sigma_{0,02}$, пластичность δ) Ni_3Al после оптимальной термообработки.

На рис. 10 приведена температурная зависимость механических свойств Ni_3Al после термообработки (отжиг 1150°C , 2 ч). Как и в случае измерений "горячей" твердости обнаружена anomальная зависимость предела текучести, при этом максимальное значение $\sigma_{0,02} = 400$ МПа проявляется при 400°C , однако с дальнейшим ростом температуры испытания $\sigma_{0,02}$ постепенно снижается и при 1100°C составляет 200 МПа.

Предел прочности σ_{b} с повышением температуры возрастает и имеет максимальное значение 600 МПа при 400°C . Пластичность δ с повышением температуры снижается почти до 0 при 500°C и только начиная с 800°C увеличивается и при 1100°C составляет 0,3%.

Таким образом, аномалия механических свойств интерметаллида Ni_3Al проявляется не только в росте прочностных характеристик в определенном температурном интервале, но и в снижении пластичности в этом интервале. Снижение пластичности фиксируется и параметром δ_{H} .

Выводы

Впервые исследовано механическое поведение в широком температурном интервале интерметаллида Ni_3Al , полученного методом быстрой закалки из жидкого состояния с использованием оборудования для производства аморфных металлических сплавов.

Получен интерметаллид с мелким зерном 7 мкм в виде пластин размером 30 x 40 мм. Последующие отжиги позволяют изменять размер зерна интерметаллида от 10 до 50 мкм.

Разработанная методика получения слитка с выливкой в охлаждаемую медную изложницу позволяет после отжига получать материал с удовлетворительным сочетанием прочности и пластичности.

При измерении "горячей" твердости и при испытаниях на изгиб в широком интервале температур обнаружен anomальный ход температурной зависимости предела текучести, твердости, прочности и пластичности, присущий интерметаллиду Ni_3Al . Эта anomальная температурная зависимость механических свойств проявляется в интерметаллиде после отжига, однако в случае исходного состояния при наименьшем размере зерна данная anomалия отсутствует. Anomальный рост прочностных характеристик сопровождается снижением пластичности интерметаллида.

1. *Гринберг Б. А.* Интерметаллиды Ni_3Al и $TiAl$: микроструктура, деформационное поведение / Б. А. Гринберг, М. А. Иванов. — Екатеринбург: УрО РАН, 2002. — 360 с.
2. *Колобов Ю. Р.* Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением / [Ю. Р. Колобов, Е. Н. Каблов, Э. В. Козлов и др.] / Под ред. Е. Н. Каблова и Ю. Р. Колобова. — М. : Издательский Дом МИСиС, 2008. — 328 с.
3. *Старенченко В. А.* Термическое и деформационное упрочнение монокристаллов сплавов со сверхструктурой $L1_2$ / [В. А. Старенченко, Ю. В. Соловьева, С. В. Старенченко, Т. А. Ковалевская]. — Томск : Изд-во НТЛ, 2006. — 292 с.
4. *Massalski T. B.* Binary alloy phase diagrams. — Ohio, American Society for Metals: Metals. Park, 1986. — 1. — 1002 p.
5. *Мильман Ю. В.* Исследования в области измерений микротвердости / [Ю. В. Мильман, О. Е. Скляр, А. П. Удовенко и др.] // Тр. Ин-га метрологии СССР. — М.—Л. : Стандарты. — 1967. — 91 (151). — С. 167—169.
6. *Гудцов Н. Т.* Изучение процесса старения металлов и сплавов измерением твердости при нагреве в вакууме / Н. Т. Гудцов, И. Г. Лозинский // Журн. техн. физики. — 1952. — 22, № 8. — С. 1249.
7. *Milman Yu. V.* Plasticity characteristic obtained through hardness measurement (overview No. 107) / Yu. V. Milman, V. A. Galanov, S. I. Chugunova // Acta Metall. Mater. — 1993. — 41(9). — P. 2523—2532.

Структура і механічні властивості швидкозагартованого інтерметаліду Ni_3Al

**Ю. В. Мільман, С. І. Чугунова, В. А. Гончарук, О. А. Голубенко,
М. О. Ефімов, І. В. Гончарова, В. В. Купрін, Н. М. Мордовець**

Досліджено механічну поведінку в широкому температурному інтервалі інтерметаліду Ni_3Al з дрібним зерном 7 мкм, отриманого методом швидкого твердіння з рідкого стану. Відпал дозволила варіювати розмір зерна (від 10 до 50 мкм). При вимірюванні твердості і випробуваннях на згин в широкому інтервалі температур виявлено аномальний хід температурної залежності границі текучості, твердості, міцності і пластичності, який властивий інтерметаліду Ni_3Al .

Ключові слова: інтерметалід Ni_3Al , механічні властивості, температура, деформація.

Structure and mechanical properties of intermetallic Ni_3Al obtained by rapid solidification

**Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, V. A. Goncharuk, O. A. Golubenko,
M. O. Iefimov, I. V. Goncharova, V. V. Kuprin, N. M. Mordovets**

The mechanical behavior in wide temperature range of Ni_3Al intermetallic with fine grain of 7 microns obtained by rapid solidification from the liquid state was investigated. Annealing allowed to modify the grains size from 10 to 50 microns. The anomalous course of temperature dependence of yield stress, hardness, strength and plasticity inherent to Ni_3Al intermetallic was found during hardness measuring and bending tests in wide temperature range.

Keywords: intermetallic Ni_3Al , mechanical properties, temperature, deformation.