

УДК 536.46.539.219.3

ФОРМИРОВАНИЕ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ В СИНТЕЗИРОВАННОМ В РЕЖИМЕ ТЕПЛООВОГО ВЗРЫВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОМ СОЕДИНЕНИИ Ni_3Al

В. Е. Овчаренко^{1,2}, Е. Н. Боянгин¹, К. О. Акимов³, К. В. Иванов¹¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055 Томск, ove45@mail.ru²Технологический институт Томского политехнического университета, 634050 Томск³Томский государственный университет, 634050 Томск

Исследовано влияние предварительной нагрузки и времени задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза в условиях теплового взрыва порошковой смеси стехиометрического состава на размер зерна в синтезированном соединении Ni_3Al , на характер его разрушения, прочность и пластичность.

Ключевые слова: тепловой взрыв, высокотемпературный синтез под давлением, интерметаллическое соединение Ni_3Al , зеренная структура, прочность, пластичность.

DOI 10.15372/FGV20190208

ВВЕДЕНИЕ

Интерметаллическое соединение Ni_3Al относится к сплавам с $L1_2$ -сверхструктурой, имеющим высокую энергию упорядочения. Упорядоченная структура сохраняется вплоть до температуры плавления, поэтому Ni_3Al отличается крайне низкой пластичностью и высокой склонностью к межкристаллитному разрушению [1, 2]. Интерметаллическое соединение Ni_3Al имеет широкую область применения в качестве, прежде всего, основы современных жаропрочных сплавов: лопатки турбин для реактивных двигателей, высокотемпературные штампы и формы, зажимные приспособления в высокотемпературных печах, роллеры для прокатки стальных слябов, детали роторов гидротурбин, режущий инструмент и т. п. [3]. Более широкому его применению мешает недостаточная пластичность и, соответственно, прочность при повышенных температурах [4].

Основное внимание при решении проблемы повышения прочности интерметаллических сплавов уделяется таким технологиям, как комплексное легирование и направленная кристаллизация [5]. При этом остается практически без внимания перспектива повышения

прочности основного компонента сплавов — интерметаллической фазы, содержание которой в сплавах может достигать 89 %, путем измельчения ее зеренной структуры. В настоящее время в мировой практике отсутствуют технологии получения интерметаллидов с высокодисперсной зеренной структурой.

Известным направлением в области материаловедения высокопрочных сплавов различного назначения является развитие технологий получения сплавов с высокодисперсной зеренной структурой путем их обработки методами интенсивной пластической деформации [6]. Применение таких методов к интерметаллическим соединениям, отличающимся крайне низкими значениями пластичности и высокой склонностью к межкристаллитному разрушению, возможно в условиях объемной экзотермической реакции высокотемпературного синтеза [7]. Теплофизические условия этой реакции обеспечивают синхронность протекания фазовых превращений одновременно во всем объеме порошковой заготовки, что позволяет консолидировать отдельные структурные фрагменты продукта высокотемпературного синтеза в момент достижения термореагирующей порошковой системой стадии кристаллизации интерметаллида и формирования его зеренной структуры [8]. Однако высокие скорости фазовых превращений в порошковой смеси $3Ni + Al$ создают значительные трудности в управлении процессом формирования зеренной структуры

Исследования проведены при финансовой поддержке в рамках программы фундаментальных исследований Российской академии наук на 2013–2020 гг.

© Овчаренко В. Е., Боянгин Е. Н., Акимов К. О., Иванов К. В., 2019.

в синтезированном интерметаллиде [9].

Создание контролируемых условий формирования зеренной структуры в синтезированном интерметаллиде Ni_3Al заключается в синхронизации объемной экзотермической реакции образования интерметаллида и процесса силового компактирования продукта высокотемпературного синтеза. Целью настоящей работы являлось исследование влияния ключевых параметров высокотемпературного синтеза соединения Ni_3Al в режиме теплового взрыва порошковой смеси $3\text{Ni} + \text{Al}$ на формирование зеренной структуры и прочности синтезированного интерметаллида — влияние предварительной нагрузки на прессовку в пресс-форме реактора и времени задержки приложения давления к продукту после снижения в процессе нагрева предварительной нагрузки до минимума.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Высокотемпературный синтез под давлением интерметаллида Ni_3Al был реализован на автоматизированном технологическом стенде на основе гидравлического пресса, оснащенного устройствами для высокочастотного нагрева стальной пресс-формы реактора, цифровой системой фиксации предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь в пресс-форме и таймером контроля времени приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза. Интерметаллид синтезировали в режиме теплового взрыва прессовки из смеси никеля (ПНК-1Л6, размер частиц ≈ 2.0 мкм) и алюминия (АСД-4, размер частиц ≈ 1.0 мкм) стехиометрического состава в цилиндрической пресс-форме с диаметром внутренней полости 60 мм. Фазовый состав образцов интерметаллида исследовали методом рентгенофазового анализа на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 в $\text{Co } K_\alpha$ -излучении при ускоряющем напряжении 35 кВ и токе 20 мА. Металлографические исследования проводили с использованием микроскопа Neophot 32 на образцах размером $40 \times 15 \times 5$ мм (образцы вырезали из центральной части синтезированных под давлением заготовок). Металлографические шлифы готовили механической шлифовкой с постепенным уменьшением размера алмазного абразива до 1 мкм. Зеренную структуру выявляли травлением ионами аргона при ускоряющем напряжении 0.6 кВ. Размер зерна определяли мето-

дом случайных секущих с осреднением по 150 измерениям. Фрактограммы образцов синтезированного под давлением интерметаллида исследовали на сканирующем электронном микроскопе SEM-515 Philips. Испытания на растяжение образцов проводили на машине LFM-125 (Walter+Bai ag Testing Machines, Швейцария) со скоростью деформации $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ (при размерах рабочей части образцов $10 \times 3 \times 1.2$ мм).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены зависимости давления на порошковую прессовку в пресс-форме реактора от времени, полученные по двум сценариям высокотемпературного синтеза под давлением интерметаллида Ni_3Al .

1. Прессовка из исходной порошковой смеси предварительно нагружается в цилиндрической пресс-форме реактора до заданного давления и нагревается путем разогрева стенок пресс-формы токами высокой частоты. Нагрев прессовки сопровождается ее усадкой по высоте до минимума, который соответствует моменту образования в прессовке жидкой фазы и инициирования экзотермической реакции межфазного взаимодействия частиц никеля и алюминия. Образовавшийся продукт реакции высокотемпературного синтеза нагружается путем включения рабочего хода плунжера гидравлического пресса.

2. При сохранении последовательности этапов первого сценария после инициирования в порошковой прессовке экзотермической реакции задается фиксированное время задержки включения рабочего хода плунжера гидравлического пресса с последующим сжатием продукта высокотемпературного синтеза.

Исследование зеренной структуры в образцах синтезированного под давлением интерметаллида Ni_3Al показало, что средний размер зерна (d) зависит как от предварительного давления на порошковую прессовку (p_0), так и от времени задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза (τ) после снижения предварительной нагрузки на прессовку до минимальной величины. На рис. 2 представлены зеренные структуры образцов интерметаллида, синтезированных при различной предварительной нагрузке на порошковую прессовку и без задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза ($\tau = 0$).

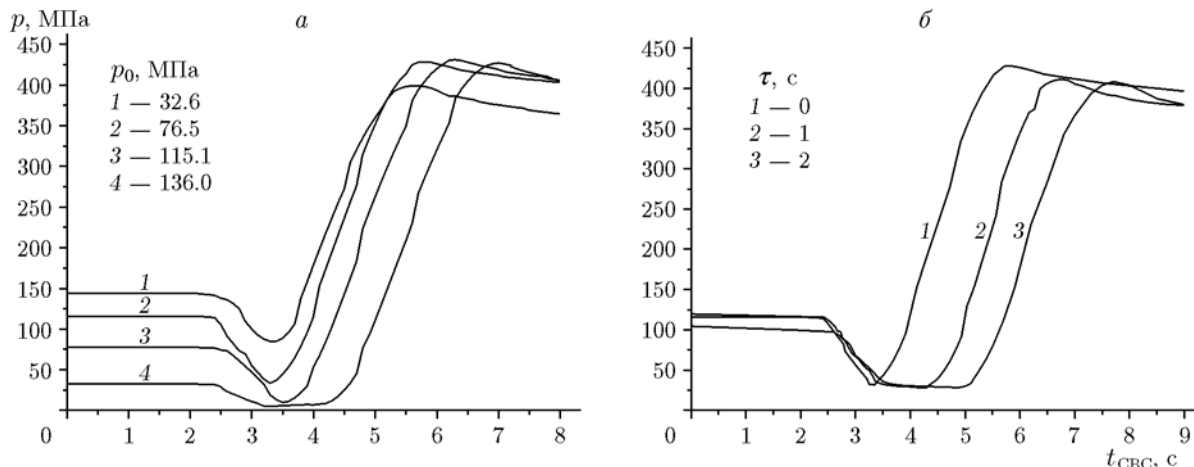


Рис. 1. Зависимости давления на прессовку из исходной порошковой смеси от времени высокотемпературного синтеза соединения Ni_3Al при непрерывном нагреве прессовки в цилиндрической пресс-форме реактора при различной предварительной нагрузке на прессовку (а) и изменении времени приложения давления к продукту Ni_3Al (б)

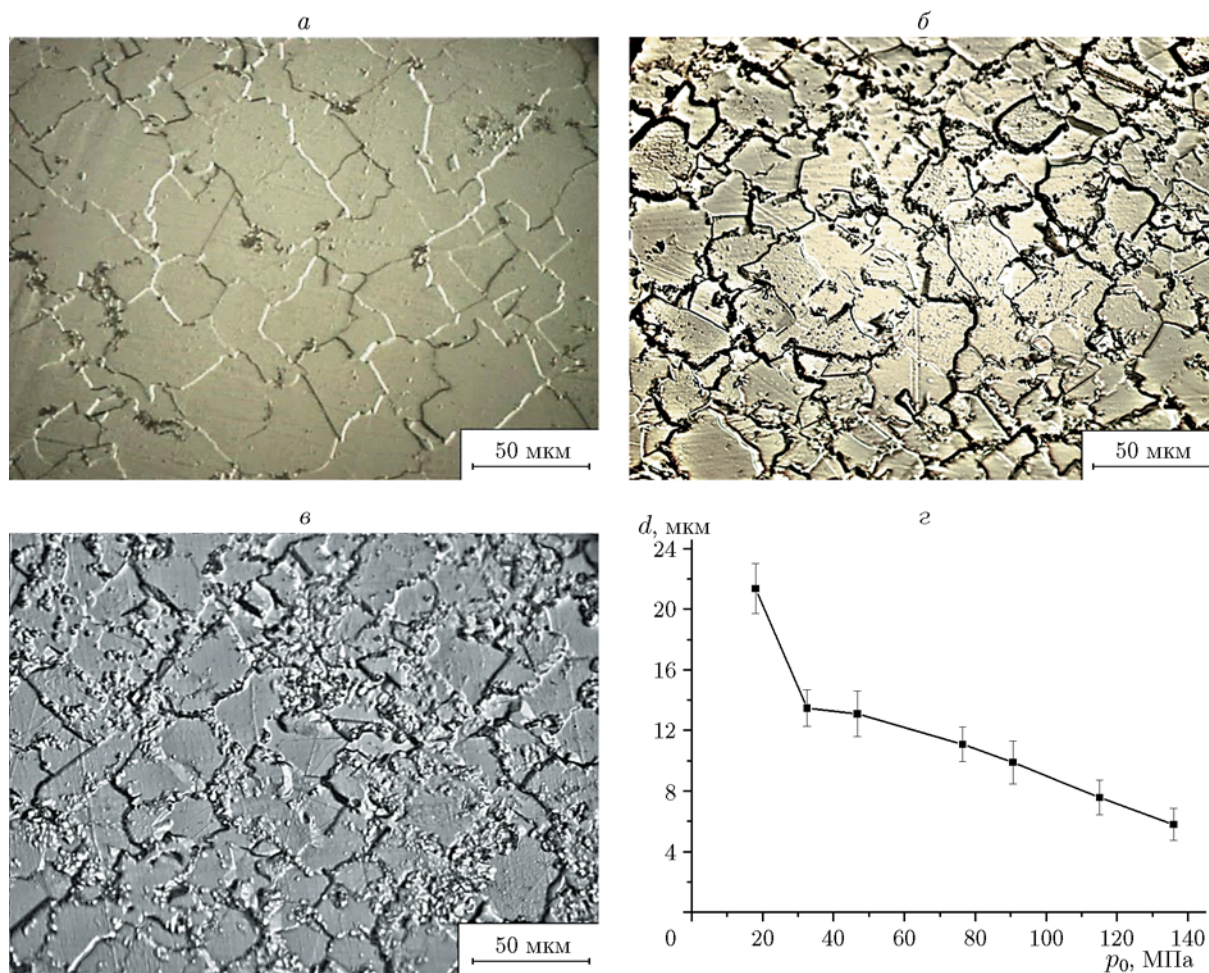


Рис. 2. Примеры зеренной структуры синтезированных под давлением образцов интерметаллида Ni_3Al при предварительной нагрузке на прессовку из исходной порошковой смеси 18.1 (а), 90.7 (б), 136.0 МПа (в). Зависимость среднего размера зерна от предварительной нагрузки на прессовку (г)

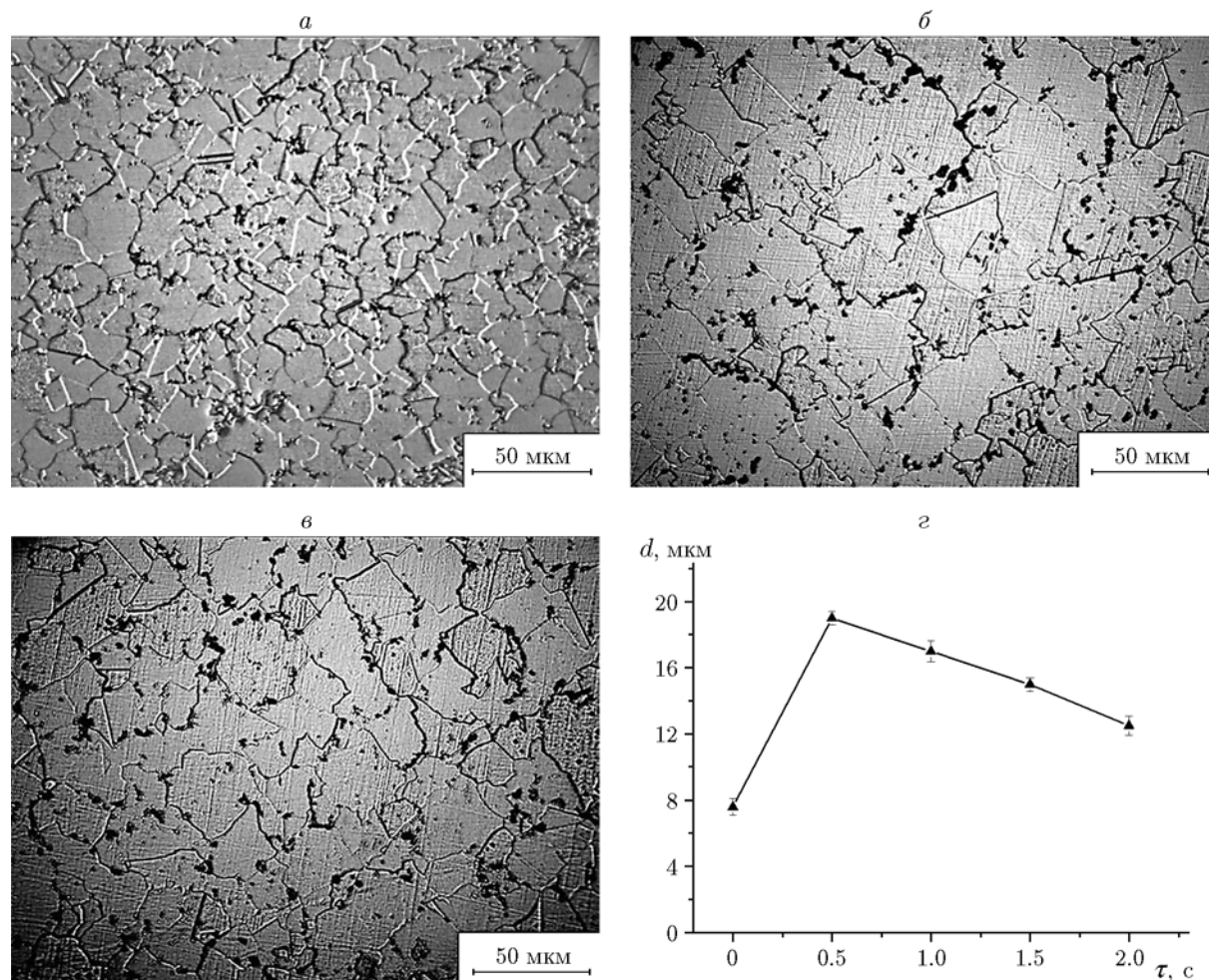


Рис. 3. Примеры зеренной структуры образцов синтезированного интерметаллида Ni_3Al при постоянной предварительной нагрузке на исходную порошковую прессовку (115.1 МПа) и времени задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза $\tau = 0$ (а), 1.0 (б), 2.0 с (в). Зависимость среднего размера зерна в интерметаллиде от времени задержки приложения нагрузки (г)

Представленные на рис. 2 данные металлографического исследования наглядно демонстрируют значительную зависимость размерности зеренной структуры от предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь никеля с алюминием: с увеличением предварительной нагрузки средний размер зерна в синтезированном интерметаллиде уменьшается с 21.4 мкм при величине предварительной нагрузки $p_0 = 18.1$ МПа до 5.8 мкм при $p_0 = 136.0$ МПа.

Иной характер зависимости среднего размера зерна наблюдается при изменении времени задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза после снижения предварительной нагрузки на порошковую

прессовку до минимальной величины. На рис. 3 представлены примеры зеренных структур образцов Ni_3Al , сформированных в процессе высокотемпературного синтеза интерметаллида с вариацией времени задержки приложения давления к продукту синтеза. При первоначальном увеличении времени задержки приложения давления до $\tau = 0.5$ с наблюдается скачкообразное увеличение размера зерна, а затем незначительное его снижение при увеличении времени задержки до 1.0, 1.5 и 2.0 с.

Различие характера зависимостей среднего размера зерна интерметаллида Ni_3Al от предварительной нагрузки на исходную порошковую прессовку и от времени задержки приложения давления к продукту высокотемператур-

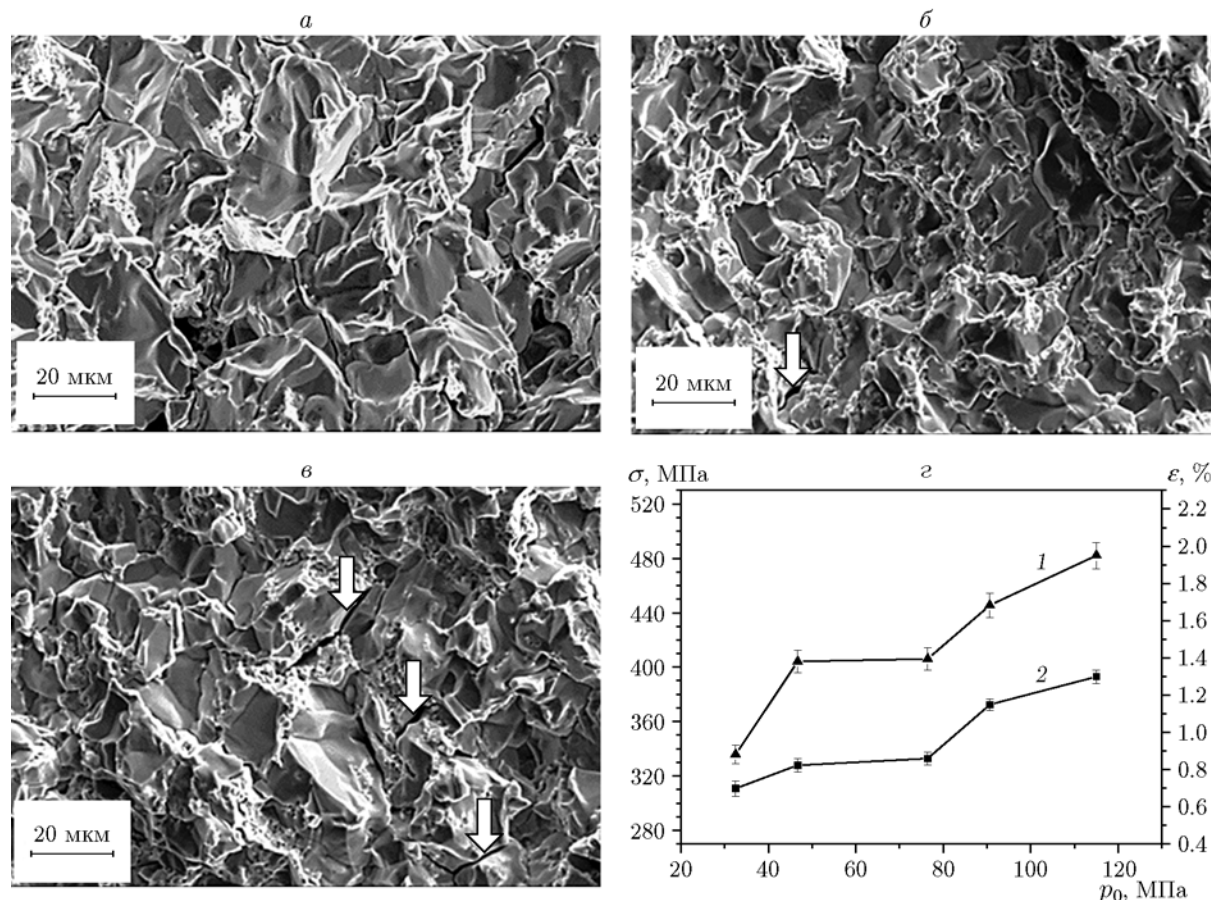


Рис. 4. Фрактограммы образцов синтезированного соединения Ni_3Al при предварительной нагрузке на порошковую прессовку в пресс-форме реактора 32.2 (а), 76.5 (б), 115.1 МПа (в). Зависимости (г) предела прочности (1) и степени деформации образцов при растяжении (2) от предварительной нагрузки на исходную порошковую прессовку в режиме теплового взрыва

ного синтеза обусловлено особенностями термограммы теплового взрыва исходной смеси. В первом случае на фоне высокой скорости повышения температуры и образования интерметаллида Ni_3Al в режиме теплового взрыва исходной смеси приложение внешнего давления к термореагирующей системе консолидирует образовавшиеся фрагменты интерметаллического продукта, ускоряя охлаждение системы и замедляя рост зерна в синтезированном интерметаллиде. Можно полагать, что при высокой предварительной нагрузке на прессовку консолидация образовавшихся фрагментов интерметаллида сопровождается их пластической деформацией, инициирующей образование в интерметаллиде ультрадисперсной (наноразмерной) составляющей зеренной структуры [10]. Во втором случае при минимальной задержке приложения внешнего давления к продукту вы-

сокотемпературного синтеза продукт в период задержки находится в свободном состоянии при высоких, близких к температуре плавления интерметаллида Ni_3Al температурах. Последнее определяет высокий уровень диффузионной подвижности никеля и алюминия на границах зерен, стимулирующей миграцию границ зерен и рост зерен в синтезированном интерметаллиде. С увеличением времени задержки значительная часть фазовых превращений в исходной порошковой смеси происходит при минимальном давлении на прессовку (см. рис. 2, б), максимальная температура разогрева термореагирующей системы в режиме теплового взрыва снижается, размер зерна в синтезированном интерметаллиде уменьшается, и тем в большей степени, чем больше время задержки приложения давления к продукту синтеза.

Изменение размера зерна в синтезирован-

ном интерметаллиде оказывает влияние на характер разрушения и прочность образцов интерметаллида при их растяжении при комнатной температуре. На рис. 4 представлены фрактограммы образцов интерметаллида, синтезированного при различной предварительной нагрузке на исходную порошковую прессовку, и зависимости предела прочности σ и степени деформации ε интерметаллида от предварительной нагрузки на прессовку.

Из рис. 4, а–в следует, что по мере увеличения предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь на поверхности разрушения синтезированного интерметаллида появляются микроучастки вязкого разрушения (отмечены стрелкой на рис. 4, б), а при максимальной предварительной нагрузке на поверхности излома образуются микротрещины интеркристаллитного разрушения (показаны стрелками на рис. 4, в). Последнее означает проявление микропластичности в первом случае и частичный переход от межкристаллитного к интеркристаллитному разрушению интерметаллида во втором случае и определяет потенциальную возможность повышения прочностных свойств интерметаллида. Представленные на рис. 4 зависимости предела прочности и степени деформации синтезированного под давлением интерметаллида от предварительной нагрузки на порошковую прессовку подтверждают это повышение предела прочности и пластичности синтезированного под давлением интерметаллида.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что предварительная нагрузка на прессовку из исходной порошковой смеси в пресс-форме реактора и время задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза оказывают полярное влияние на формирование зеренной структуры в синтезированном интерметаллиде: средний размер зерна при повышении предварительной нагрузки уменьшается, а с ростом времени — увеличивается. С уменьшением размера зерна с 13.5 до 7.6 мкм прочность интерметаллида при растяжении повышается в 1.5 раза, что обусловлено изменением механизма разрушения интерметаллида с хрупкого на хрупковязкий.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Sikka V. K., Deevi S. C., Visvanathan S., Swindeman R. W., Santella M. L.** Advances in processing of Ni₃Al-based intermetallics and applications // *Intermetallics*. — 2000. — V. 8, iss. 9-11. — P. 1329–1337.
2. **Гринберг Б. А., Иванов М. А.** Интерметаллиды Ni₃Al и TiAl: микроструктура, деформационное поведение. — Екатеринбург: УрО РАН, 2002.
3. **Jozwik P., Polkowski W., Bojar Z.** Review-applications of Ni₃Al based intermetallic alloys — current stage and potential perceptivities // *Materials*. — 2015. — V. 8. — P. 2537–2568.
4. **Stoloff N. S., Liu C. T., Deevi S. C.** Emerging application of intermetallics // *Intermetallics*. — 2008. — V. 8. — P. 1313–1320.
5. **Поварова К. Б.** Перспективы развития конструкционных сплавов на основе интерметаллидов // *Перспективные материалы*. — 2007. — № 5. — С. 481–489.
6. **Valiev R. Z., Korznikov A. V., Mulyukov R. R.** Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation // *Mater. Sci. Eng.* — 1993. — V. A168. — P. 141–148.
7. **Sheng L. Y., Zhang W., Guo J. T., Wang Z. S., Ovcharenko V. E., Zhou L. Z., Ye H. Q.** Microstructure and mechanical properties of Ni₃Al fabricated by thermal explosion and hot extrusion // *Intermetallics*. — 2009. — V. 17, iss. 7. — P. 572–577.
8. **Овчаренко В. Е., Лапшин О. В., Рамазанов И. С.** Формирование зеренной структуры в интерметаллическом соединении Ni₃Al при высокотемпературном синтезе под давлением // *Физика горения и взрыва*. — 2006. — Т. 42, № 3. — С. 64–70.
9. **Лапшин О. В., Боянгин Е. Н., Овчаренко В. Е.** Термокинетические характеристики конечной стадии теплового взрыва порошковой смеси 3Ni + Al + TiC // *Физика горения и взрыва*. — 2005. — Т. 41, № 1. — С. 73–80.
10. **Ovcharenko V. E., Boyangin E. N., Myshlyayev M. M., Ivanov Yu. F., Ivanov K. V.** Formation of a multigrain structure and its influence on the strength and plasticity of the Ni₃Al intermetallic compound // *Phys. Solid State*. — 2015. — V. 57, N 7. — P. 1293–1299.

Поступила в редакцию 06.03.2018.

После доработки 11.04.2018.

Принята к публикации 11.07.2018.