НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, 2020, том 56, № 11, с. 1183–1187

УДК 536.46.539.219.3

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА РАЗМЕР ЗЕРНА В СИНТЕЗИРОВАННОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ ИНТЕРМЕТАЛЛИДЕ Ni_3Al

© 2020 г. В. Е. Овчаренко[1, *], К. О. Акимов[1]

[1]Институт физики прочности и материаловедения СО Российской академии наук, Академический пр., 2/4, Томск, 634055 Россия

*e-mail: ove45@mail.ru

Поступила в редакцию 04.02.2020 г.
После доработки 04.06.2020 г.
Принята к публикации 08.06.2020 г.

Исследовано влияние основных параметров процесса деформирования в условиях объемной экзотермической реакции образования интерметаллического соединения Ni_3Al на размер зерна. Показано, что размер зерна в синтезированном под давлением интерметаллиде уменьшается с увеличением времени задержки приложения давления и с повышением интенсивности деформирования.

Ключевые слова: интерметаллическое соединение Ni_3Al, высокотемпературный синтез, продукт синтеза, давление, деформация, размер зерна

DOI: 10.31857/S0002337X20110111

ВВЕДЕНИЕ

Интерметаллическое соединение Ni_3Al в ряду алюминидов отличается высокими значениями жаростойкости и стойкости к ползучести, к коррозии и окислению, что и определило его широкое применение в металлургии современных жаропрочных сплавов для производства авиационной и ракетной техники, в качестве компонента каталитических сплавов и матриц композиционных материалов [1, 2]. Интерметаллическое соединение Ni_3Al является основной упрочняющей фазой никелевых суперсплавов (γ'-фаза, упорядоченный твердый раствор), его содержание в современных сплавах достигает 0.89. Существенным ограничением применения Ni_3Al в современной технике является зернограничная хрупкость интерметаллида [3]. Проблема низкой пластичности является ключевой при разработке перспективных интерметаллических сплавов и композиционных материалов и решается применительно к конкретным условиям эксплуатации различными высокотехнологическими методами: легированием, направленной кристаллизацией и выращиванием монокристаллических изделий [4–10].

В то же время известно, что повышение пластичности и, соответственно, прочности интерметаллида Ni_3Al возможно путем измельчения его зеренной структуры. Теоретически показано, что для упорядоченных интерметаллических соединений, для которых характерна низкая пластичность при растяжении в результате разрушения по границам зерен, существует критический размер зерна, ниже которого происходит повышение трещинностойкости поликристалла (увеличивается коэффициент интенсивности напряжения K_{1c}, повышается пластичность) [11]. На примере полученных из фольг толщиной 300–500 мкм образцов интерметаллида Ni_3Al с размером зерна от 1 до 83 мкм показано, что измельчение зерна основной γ'-фазы сопровождается интенсивным увеличением пределов текучести и прочности при растяжении: при уменьшении размера зерна с 18 до 1.34 мкм пределы текучести и прочности при растяжении увеличиваются с 280 до 1254 МПа и с 350 до 1757 МПа соответственно [12]. Отмечается, что наиболее значимое увеличение предела прочности при одновременном снижении пластичности интерметаллида наблюдается при размере зерна менее 10 мкм. Сказанное относится к образцам Ni_3Al в виде тонких фольг, полученным либо методом направленной кристаллизации с последующей холодной прокаткой, либо методами контролируемой деформации литого интерметаллида для применения в производстве микросхем, микродатчиков, деталей тепловых испарителей, химических реакторов и т.п. [13]. Для получения массивных образцов интерметаллического соединения Ni_3Al с низкоразмерной зеренной структурой вопрос технологического обеспечения остается открытым.

Основными параметрами, оказывающими прямое влияние на кинетику зарождения и формирования зеренной структуры в металлах при охла-

ждении расплавов, являются температура и время, увеличение которых стимулирует рост зерна в металле. Применительно к алюминиду никеля к таким процессам относится высокотемпературный синтез интерметаллида под давлением в условиях объемной экзотермической реакции его образования в порошковой смеси исходных элементов. Технология высокотемпературного синтеза под давлением получила развитие с конца прошлого века как новое направление при изучении композитных керамических и интерметаллических материалов с низкоразмерной зеренной структурой [14]. Установлено, что механизм формирования низкоразмерных зеренных структур в условиях высокотемпературного синтеза под давлением определяется особенностями пластической и сдвиговой деформаций продукта синтеза на стадии его кристаллизации [15–17].

Целью настоящей работы являлось исследование зависимостей деформируемости продукта в процессе высокотемпературного синтеза интерметаллида Ni_3Al под давлением и размера зерна от времени задержки приложения давления и интенсивности деформации в пресс-форме.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Образцы интерметаллического соединения Ni_3Al синтезировали в порошковой смеси никеля с алюминием стехиометрического состава (размер частиц никеля ~2.0 мкм, алюминия ~1.0 мкм). Высокотемпературный синтез интерметаллида инициировали нагревом стальных цилиндрических пресс-форм с внутренним диаметром 60 мм токами высокой частоты со скоростью 10°C/мин до самовоспламенения порошковой прессовки. Величина давления на продукт синтеза (434 МПа) была определена экспериментально как обеспечивающая плотность синтезированных образцов, практически соответствующую эталонному значению без образования дефектов.

Образцы интерметаллида синтезировали на автоматизированном технологическом стенде, состоящем из гидравлического пресса с системой автоматического контроля величины давления, высокочастотным нагревом пресс-форм, таймером контроля времени приложения давления к продукту синтеза (рис. 1). С целью обеспечения возможности повышения интенсивности деформации продукта синтеза образцы интерметаллида синтезировали в режиме частичной экструзии продукта через калиброванные отверстия в нижней части пресс-форм диаметром 3, 4 и 5 мм.

Фазовый анализ синтезированных образцов интерметаллида проводили на дифрактометре ДРОН-7 в CoK_α-излучении при ускоряющем напряжении 35 кВ и токе 20 мА. Статистические оценки размера зерна были проведены на образцах пластинчатой формы, вырезанных из центральной части цилиндрических компактов. Металлографические шлифы готовили механической шлифовкой с постепенным уменьшением размера алмазного абразива до 1 мкм, с последующим выявлением зеренной структуры методом химического травления в растворе состава 1.4 мл HNO_3 + 3.8 мл CH_3COOH + 2.4 мл H_3PO_4. Размер зерна определяли методом случайных секущих с усреднением по 150 измерениям. Микротвердость измеряли на микротвердомере Triboindenter TI 950 при нагрузке 100 г.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 представлены дифрактограммы эталонного образца интерметаллида Ni_3Al (*1*) и образцов, синтезированных с задержкой по времени приложения давления к продукту синтеза 0 (*2*), 0.3 (*3*), 1.0 (*4*) и 1.7 с (*5*). Можно констатировать, что фазовый состав синтезированных под давлением образцов интерметаллида соответствует эталонному Ni_3Al.

На рис. 3 представлены зависимости величины линейного перемещения пуансона пресс-формы при постоянной величине давления на продукт высокотемпературного синтеза с задержкой приложения давления 0, 0.3, 1.0 и 1.7 с. Представленные зависимости имеют достаточно общий характер, но отличаются величинами линейного перемещения пуансона пресс-формы: с увеличением времени задержки уменьшается величина линейного перемещения пуансона. Другими словами, повышается сопротивление деформации продукта синтеза.

Сказанное подтверждается при рассмотрении зависимостей величины линейного перемещения пуансона пресс-формы от времени задержки приложения давления к продукту высокотемпературного синтеза при различном диаметре отверстий в пресс-формах для его экструзии (рис. 4). Увеличение диаметра отверстия повышает величину перемещения плунжера пресса при всех значениях времени задержки. Другими словами, увеличение диаметра отверстия для экструзии продукта повышает интенсивность его деформации в пресс-форме. Последнее оказывает непосредственное влияние на процессы формирования зеренной структуры в синтезированном под давлением интерметаллиде.

На рис. 5 представлены зависимости размера зерна в синтезированных под давлением (*1*) и под давлением с частичной экструзией через отверстия диаметром 3, 4 и 5 мм (*2–4*) продуктах от времени задержки приложения давления. Характерной особенностью представленных зависимостей является уменьшение размера зерна в интерметаллиде при переходе от синтеза под давлением к

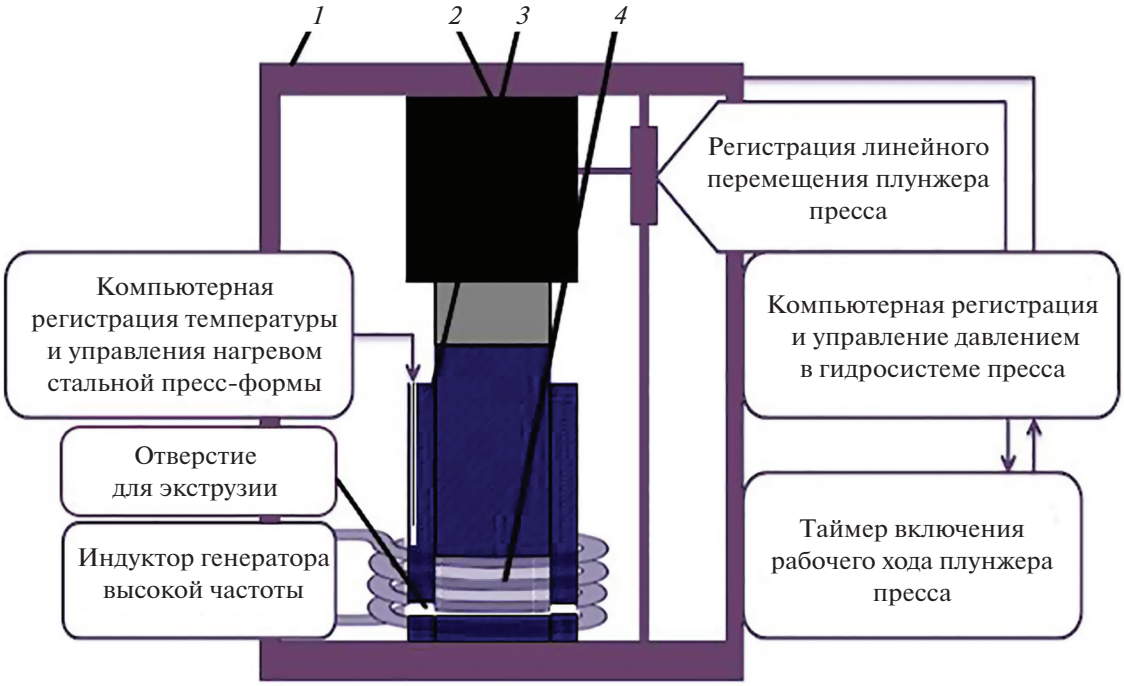

Рис. 1. Схема автоматизированного технологического стенда для высокотемпературного синтеза интерметаллического соединения Ni_3Al под давлением в контролируемых условиях с возможностью частичной экструзии продукта синтеза.

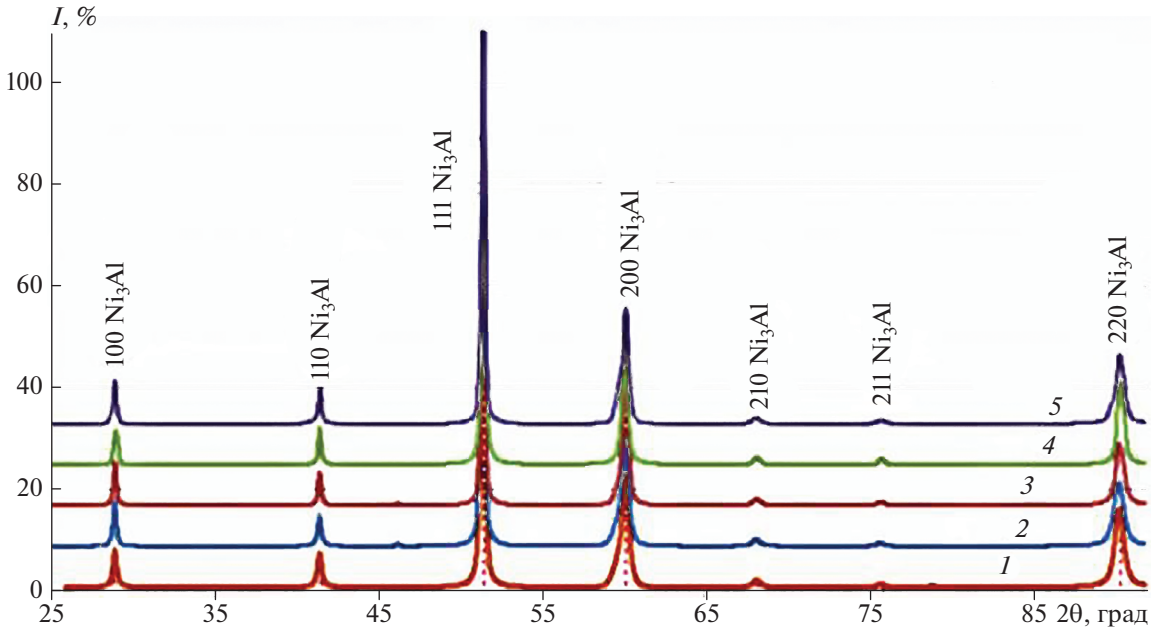

Рис. 2. Дифрактограммы образцов интерметаллида Ni_3Al – эталонного (*1*) и синтезированных под давлением с различной задержкой по времени приложения давления к продукту синтеза: 0 (*2*), 0.3 (*3*), 1.0 (*4*) и 1.7 с (*5*).

синтезу с частичной экструзией продукта при всех исследованных временах задержки приложения давления. Размер зерна в синтезированных под давлением образцах тем меньше, чем больше размер отверстия в пресс-форме для экструзии продукта, т.е. чем выше интенсивность деформации продукта синтеза в пресс-форме. Представленным на рис. 5 зависимостям соответствует за-

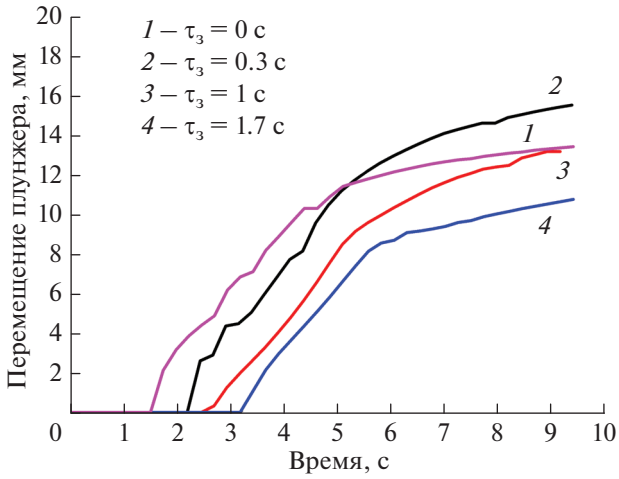

Рис. 3. Зависимости величины линейного перемещения пуансона пресс-формы в процессе высокотемпературного синтеза интерметаллического соединения при различном времени задержки приложения давления ($\tau_з$) к продукту синтеза.

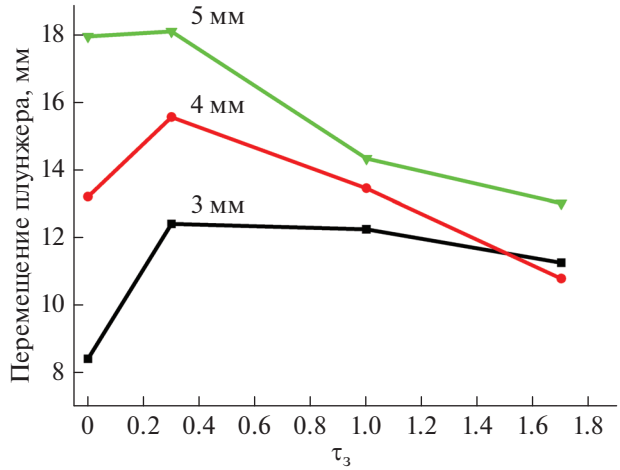

Рис. 4. Зависимости величины линейного перемещения пуансона пресс-формы от времени задержки приложения давления при высокотемпературном синтезе интерметаллида Ni_3Al с частичной экструзией через отверстия диаметром 3, 4 и 5 мм.

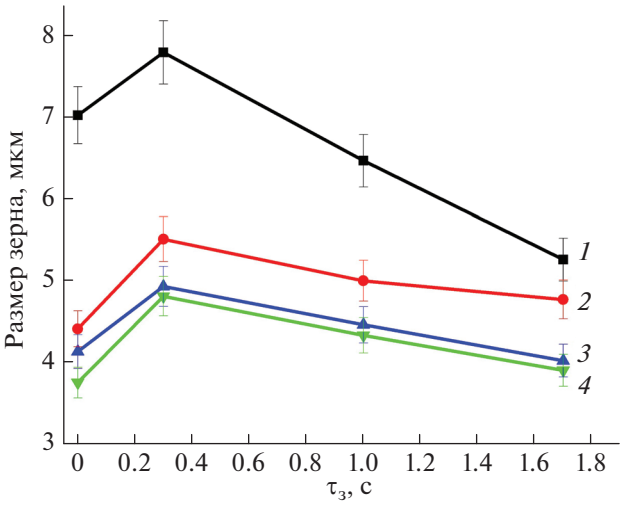

Рис. 5. Зависимости размера зерна от времени задержки приложения давления в образцах интерметаллида Ni_3Al, синтезированных под давлением (*1*) и с частичной экструзией через отверстия диаметром 3 (*2*), 4 (*3*) и 5 мм (*4*).

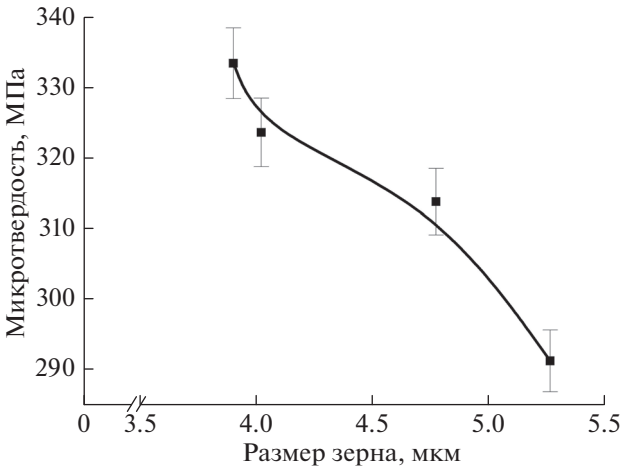

Рис. 6. Зависимость микротвердости от размера зерна в синтезированном интерметаллиде при задержке приложения давления к продукту синтеза 1.7 с.

висимость микротвердости от размера зерна в синтезированном под давлением интерметаллиде (рис. 6). С уменьшением размера зерна от 5.25 до 3.7 мкм микротвердость интерметаллида увеличивается с 290 до 336 МПа. Последнее позволяет предполагать, что повышение интенсивности деформации продукта высокотемпературного синтеза инициирует увеличение числа зародышей зеренной структуры и, в конечном счете, формирование более мелкозернистой структуры.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ключевыми параметрами процесса высокотемпературного синтеза под давлением интерметаллического соединения Ni_3Al, влияющими на размерность его зеренной структуры, являются время задержки приложения давления и интенсивность деформирования. Размер зерна в синтезированном под давлением интерметаллиде уменьшается с увеличением времени задержки приложения давления и с повышением интенсивности деформирования продукта высокотемпературного синте-

за. Полученные в работе закономерности могут быть использованы при разработке практических технологий производства высокопрочных интерметаллических сплавов с низкоразмерной зеренной структурой.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований Российской академии наук на 2013–2020 годы (проект № 23.2.2).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Stoloff N.S., Liu C.T., Deevi S.C.* Emerging Applications of Intermetallics // Intermetallics. 2000. № 8(9–11). P. 1313–1320.
2. *Sikka V.K., Deevi S.C., Viswanathan S., Swindeman R.W., Santella M.L.* Advances in Processing of Ni_3Al-Based Intermetallics and Applications // Intermetallics. 2000. № 8(9–11). P. 1329–1337.
3. *Jozwik P., Polkowski W., Bojar Z.* Review – Applications of Ni_3Al Based Intermetallic Alloys–Current Stage and Potential Perceptivities // Materials. 2015. № 8. P. 2537–2568. https://doi.org/10.3390/ma8052537
4. *Schulson E.M., Weihs T.P., Viens D.V., Baker I.* The Effect of Grain Size on the Yield Strength of Ni_3Al // Acta Metall. 1985. № 33. P. 1587–1591.
5. *Jozwik P., Bojar Z.* Analysis of Grain Size Effekt on Tensile Properties of Ni_3Al – Based Intermetallic Strips // Arch. Metall. Mater. 2007. V. 52(2). P. 321–327.
6. *Aoki K., Izumi O.* Improvement in Room Temperature Ductility of the L12 Type Intermetallic Compound Ni_3Al by Boron Addition // J. Jpn. Inst. Met. 1979. № 43. P. 1190–1196. https://doi.org/10.2320/jinstmet1952.43.12_1190
7. *Kim M.S., Hanada S., Watanabe S., Izumi O.* Effect of Grain Size on Strength, Ductility and Fracture in Recrystallized Ni_3Al Doped with Boron // Trans. Jpn. Inst. Metals. 1988. V. 29. № 4. P. 274–283.
8. *Feng T., Li S.P., Luo H.L.* Microsturcture and Properties of Modified Cast Ni_3Al Base MX246 Alloys // Acta Metall. Sinica. 2002. № 31. P. 547–551.
9. *Giamei A.F., Anton D.L.* Rhenium Additions to a Ni-base Superalloy: Effect on Microstructure // Metall. Trans. A. 1985. V. 16. № 11. P. 1997–2005.
10. *Reed R.C., Tao T., Warnken N.* Alloys-By-Design: Application to Nickel-Based Single Crystal Superalloys // Acta Mater. 2009. № 57. P. 5898–5913.
11. *Chan K.S.* Theoretical Analysis of Grain Size Effects on Tensile Ductility // Scr. Metall. Mater. 1990. V. 24. P. 1725–1750. https://doi.org/10.1016/0956-716X(90)90536-P
12. *Jozwik P., Bojar Z.* Analysis of Grain Size Effect on Tensile Properties of Ni_3Al-Based Intermetallic Strips // Arc. Metall. Mater. 2007 V. 52. № 2. P. 322–327.
13. *Polkowski W., Jozwik P., Bojar Z.* Differential Speed Rolling of Ni_3Al Based Intermetallic Alloy–Analysis of the Deformation Process // Mater. Lett. 2015. № 139. P. 46–49. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.09.129
14. *Bazhin P.M., Stolin A.M., Alymov M.I.* Preparation of Nanostructured Composite Ceramic Materials and Products under Conditions of a Combination of Combustion and High-temperature Deformation (SHS Extrusion) // Nanotechnol. Russ. 2014. V. 9. № 11–12. P. 583–600.
15. *Stolin A.M., Bazhin P.M.* Manufacture of Multipurpose Composite and Ceramic Materials in the Combustion Regime and High_Temperature Deformation (SHS Extrusion) // Theor. Found. Chem. Eng. 2014. V. 48. № 6. P. 751–763.
16. *Ovcharenko V.E., Akimov K.O., Boyangin E.N.* Influence of Preloading and Deformation on the Grain Structure and Strength of the Ni_3Al Intermetallic Compound Synthesized under Pressure // Inorg. Mater. 2019. V. 55. № 10. P. 989–993. https://doi.org/10.1134/S0020168519080120
17. *Ovcharenko V.E., Boyangin E.N., Akimov K.O., Ivanov K.V.* Formation of Grain Structure in Ni_3Al Intermetallic Compound Synthesized by Thermal Explosion // Combust., Explos. Shock Waves. 2019. V. 55. № 2. P. 191–196. https://doi.org/10.1134/S0010508219020084