

УДК 536.46.539.219.3

## ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО НАГРУЖЕНИЯ И ДЕФОРМАЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ЗЕРЕННУЮ СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТЬ СИНТЕЗИРОВАННОГО ПОД ДАВЛЕНИЕМ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ $Ni_3Al$

© 2019 г. В. Е. Овчаренко<sup>1,2, \*</sup>, К. О. Акимов<sup>1</sup>, Е. Н. Боянгин<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup>Юргинский технологический институт Национального исследовательского политехнического университета, Ленинградская ул., 26, Юрга, 622055 Россия

\*e-mail: ove45@mail.ru

Поступила в редакцию 12.12.2018 г.

После доработки 28.03.2019 г.

Принята к публикации 01.04.2019 г.

Исследовано влияние предварительного нагружения порошковой смеси исходных элементов и деформации продукта высокотемпературного синтеза в условиях объемной экзотермической реакции на зеренную структуру и температурную зависимость прочности интерметаллического соединения  $Ni_3Al$ . Показано, что в условиях объемной экзотермической реакции образования интерметаллического соединения под давлением в закрытой пресс-форме происходит изменение среднего размера зерна по вертикальному срезу от минимального значения на верхней поверхности через максимум в центральной части и далее к минимуму на нижней поверхности синтезированного образца. При увеличении предварительного нагружения исходной порошковой смеси уменьшается средний размер зерна при сохранении характера распределения размера зерна по поперечному сечению образца. Деформация продукта высокотемпературного синтеза в пресс-форме с частичной его экструзией снижает в значительной степени размер зерна при существенном усреднении его размеров в объеме синтезированного образца, повышает прочность интерметаллида при растяжении в диапазоне температур 20–1000°C.

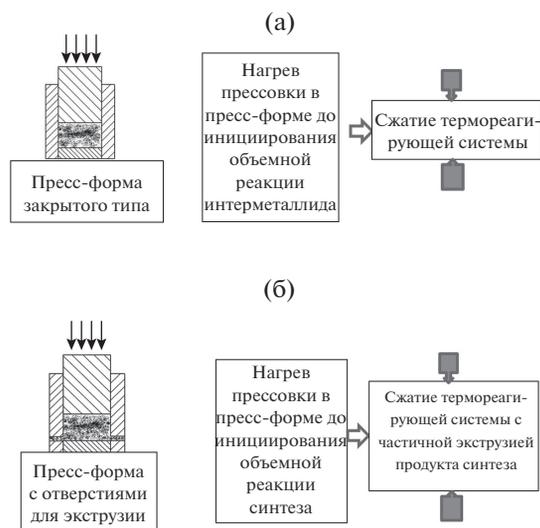
**Ключевые слова:** интерметаллид, тепловой взрыв, предварительная нагрузка, деформация продукта синтеза, зеренная структура

**DOI:** 10.1134/S0002337X19080128

### ВВЕДЕНИЕ

Интерметаллическое соединение  $Ni_3Al$  является основой широкого спектра современных сплавов, предназначенных для эксплуатации в условиях тепловых и силовых нагрузок: в качестве ковочных штампов, деталей турбокомпрессоров и двигателей внутреннего сгорания, лопаток турбин реактивных двигателей и компонентов камеры сгорания, теплообменников, микрореакторов и т.п. [1–3]. Повышение прочностных свойств интерметаллических сплавов в широком диапазоне температур их эксплуатации является актуальной задачей, связанной с повышенной хрупкостью интерметаллического компонента сплавов, содержание которого в современных никелевых суперсплавах может достигать 89% [4]. Повышение пластичности и, соответственно, прочности интерметаллического соединения  $Ni_3Al$  возможно либо путем его легирования (например, бором [5, 6]), либо измельче-

нием его зеренной структуры. В [7] на примере полученного методом литья с последующей прокаткой и рекристаллизацией легированного цирконием и бором интерметаллического соединения  $Ni_3Al$  показано, что уменьшение размера зерна с 83 до 1 мкм повышает в 14 раз пластичность, в 3.5 раза предел текучести и в 5 раз предел прочности интерметаллида при его растяжении при комнатной температуре. Применение известных методов интенсивной деформации [8–10] для измельчения зерна в низкопластичном интерметаллическом соединении  $Ni_3Al$  очень ограничено, но возможно в условиях объемной экзотермической реакции образования интерметаллида в порошковой смеси никеля и алюминия [11]. Совмещение процессов высокотемпературного синтеза и пластической деформации продукта возможно в двух технологических вариантах: синтез интерметаллида под давлением в пресс-форме без (а) и с



**Рис. 1.** Блок-схемы высокотемпературного синтеза интерметаллического соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  в порошковой смеси никеля с алюминием стехиометрического состава под давлением (а) и под давлением с частичной экструзией (б).

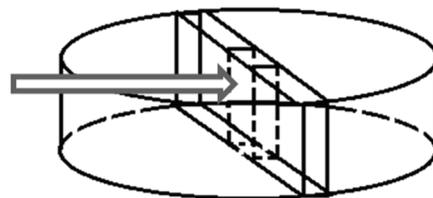
частичной экструзией продукта в процессе его синтеза (б) (рис. 1).

Реализация представленных на рис. 1 блок-схем высокотемпературного синтеза под давлением интерметаллического соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  в закрытой пресс-форме (а) и с частичной экструзией продукта (б) позволяет оценить вклады в формирование зеренной структуры интерметаллида таких ключевых параметров, как величина предварительного нагружения порошковой смеси исходных элементов и степень деформации продукта.

Целью настоящей работы явилось исследование характера распределения зерен по размерам на вертикали от нижней до верхней плоскости в центре синтезированного под давлением интерметаллического компакта  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , зависимости указанного распределения от величины предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь и деформации продукта высокотемпературного синтеза в условиях объемной экзотермической реакции образования интерметаллида, а также влияния технологического варианта высокотемпературного синтеза (рис. 1а и 1б) на температурную зависимость прочности синтезированного интерметаллида.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных материалов для высокотемпературного синтеза интерметаллического соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  использовали порошки никеля (ПНК 1Л8, размер частиц  $\sim 2.0$  мкм) и алюминия



**Рис. 2.** Схема подготовки образцов из синтезированных интерметаллидов для исследования фазового состава, зеренной структуры и микротвердости.

(АСД-4, размер частиц  $\sim 1.0$  мкм). Порошковую смесь стехиометрического состава  $3\text{Ni} + \text{Al}$  помещали в стальную цилиндрическую пресс-форму с внутренним диаметром 60 мм, которую нагревали токами высокой частоты. Инициирование в порошковой смеси реакции образования интерметаллического соединения синхронизировали с включением гидравлического пресса в режиме компактирования продукта синтеза.

Фазовый состав синтезированного интерметаллида исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 в  $\text{CoK}_\alpha$ -излучении при ускоряющем напряжении 35 кВ и токе 20 мА. Зеренную структуру и микротвердость синтезированных интерметаллидов исследовали по вертикали на вырезанных из центральной части образцов пластинчатой формы (рис. 2).

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 методом случайных секущих с усреднением по 150 измерениям. Микротвердость измеряли на моторизованном микротвердометре Triboindenter TI 950 при нагрузке 0.98 Н. Испытания на растяжение образцов интерметаллида проводили на машине LFM125 (Walter+Bai ag Testing Machines, Switzerland) со скоростью деформации  $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  (при размерах рабочей части образцов  $10 \times 3 \times 1.2$  мм).

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 представлены дифрактограммы, полученные с эталона (1) и с синтезированного под давлением интерметаллического образца — с центральной (2) и с периферийной (3) его частей. Видно, что высокотемпературный синтез под давлением обеспечил полное превращение исходной порошковой смеси в интерметаллическое соединение  $\text{Ni}_3\text{Al}$  заданного фазового состава во всем объеме.

Результаты исследования зеренной структуры в образцах синтезированного под давлением

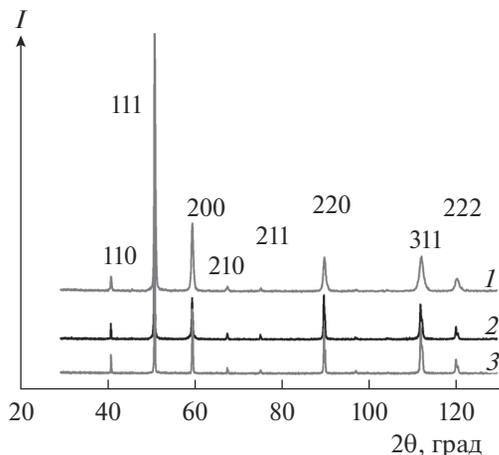


Рис. 3. Дифрактограммы эталонной (1) и синтезированной под давлением (2 – центральная и 3 – периферийная части) образцов интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

интерметаллида при различных значениях предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь представлены на рис. 4. Общей чертой представленных на рис. 4а и 4б зависимостей является увеличение среднего размера зерна, и снижение микротвердости при перемещении от внешней поверхности к центральной части образца с последующим уменьшением среднего размера зерна и увеличением микротвердости при смещении к его противоположной поверхности. Изменение величины предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь оказывает значительное влияние на абсолютные значения среднего размера зерна и микротвердости: с увеличением предварительной нагрузки снижается средний размер зерна и повышается микротвердость по всему поперечному сечению синтезированных интерметаллических образцов.

Деформация продукта высокотемпературного синтеза в режиме его частичной экструзии из пресс-формы в состоянии экзотермической реакции образования интерметаллида оказывает еще более значительное влияние на изменение среднего размера зерна и микротвердости по поперечному сечению образцов  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при заданных значениях предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь. На рис. 5 представлены зависимости среднего размера зерна (а) и микротвердости (б) в синтезированных под давлением образцах при предварительной нагрузке 32.6 МПа на исходную порошковую смесь без и с частичной (20%) экструзией продукта высокотемпературного синтеза.

Видно, что при сравнительно низкой величине предварительного нагружения исходной порошковой смеси (32.6 МПа) средний размер зерна увеличивается при смещении от верхней поверхности синтезированного интерметаллического образца к

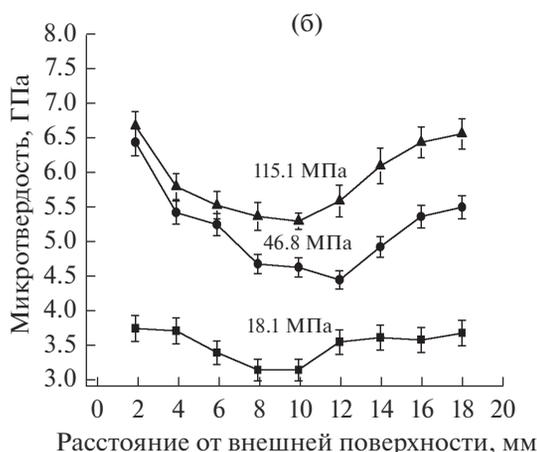
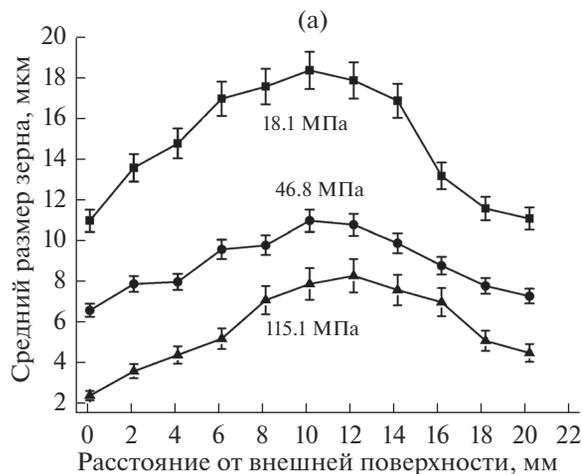
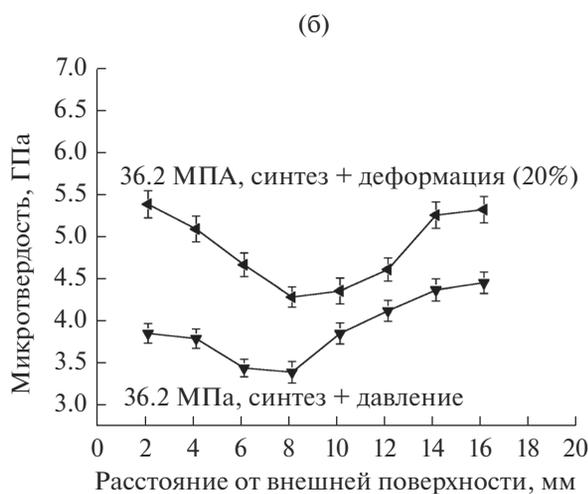
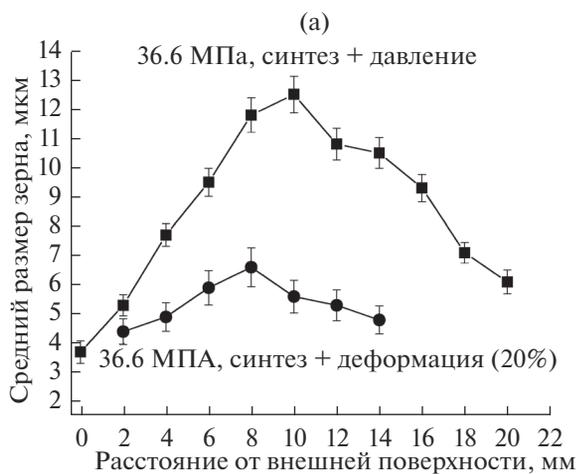


Рис. 4. Изменение среднего размера зерна (а) и микротвердости (б) по поперечному сечению синтезированных образцов интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при заданных значениях предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь.

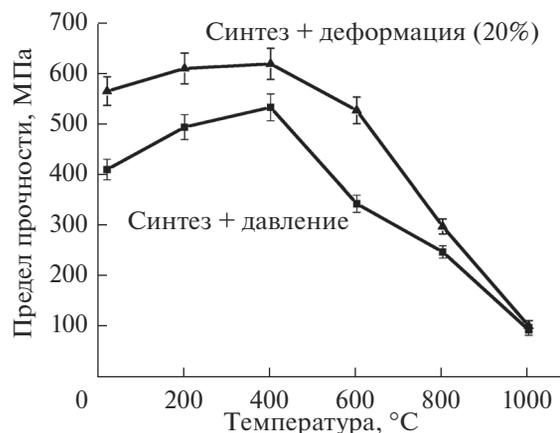
его центральной части и снижается при дальнейшем смещении к нижней поверхности, при этом микротвердость снижается к центральной части и вновь повышается при смещении к нижней поверхности образца. Отличительной особенностью является кратное снижение размера зерна в центральной части синтезированного образца в случае деформирования с частичной экструзией продукта высокотемпературного синтеза. При этом уменьшается разброс размера зерен по высоте образца.

Представленные данные свидетельствуют о том, что процесс формирования зеренной структуры в интерметаллическом соединении  $\text{Ni}_3\text{Al}$  в условиях его высокотемпературного синтеза под давлением зависит от двух ключевых факторов: градиента температуры в объеме порошковой смеси и пластической деформации образующего-



**Рис. 5.** Изменение среднего размера зерна (а) и микротвердости (б) синтезированных под давлением без и с частичной экструзией продукта синтеза по поперечному сечению образцов интерметаллида  $Ni_3Al$  при заданных значениях предварительной нагрузки на исходную порошковую смесь.

ся продукта. Градиент температуры в объеме порошковой смеси обусловлен разностью температур нагрева ее периферийной и центральной частей в результате преимущественной теплоотдачи от периферийной части стенке стальной пресс-формы. С увеличением сжатия смеси повышаются плотность и теплопроводность продукта синтеза, увеличивается отток тепла от образовавшегося продукта синтеза, замедляется и прекращается в первую очередь рост зерна в периферийной части интерметаллида, формируется распределение зерен по размерам с максимальной величиной зерна в центральной части и минимальной на периферии. В случае деформации продукта синтеза с его частичной экструзией из пресс-формы в объеме порошковой смеси происходят множественные сдвиги микрообъемов экзотермической реакции образования интерметаллического соединения от-



**Рис. 6.** Температурные зависимости прочности при растяжении синтезированного под давлением без и с частичной экструзией интерметаллического соединения  $Ni_3Al$ .

носителем друг друга с дополнительным перемешиванием, что приводит к снижению эффективной энергии активации как функции поверхности контакта между частицами никеля и алюминия и ускорению реакции высокотемпературного синтеза интерметаллида во всем объеме [12]. В результате увеличивается количество центров кристаллизации интерметаллического соединения и, в конечном счете, уменьшается размер зерен при более равномерном их распределении по размерам в объеме синтезированного интерметаллида.

Полученное различие в размерах зерен в синтезированных образцах оказывает значительное влияние на температурную зависимость их прочности: в результате деформации продукта высокотемпературного синтеза прочность синтезированного под давлением интерметаллического соединения в значительной мере повышается во всем исследованном температурном интервале (рис. 6).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Формирование зеренной структуры интерметаллического соединения  $Ni_3Al$  в исходной порошковой смеси в режиме объемной экзотермической реакции под давлением определяется двумя ключевыми параметрами: величиной предварительной нагрузки на порошковую смесь и деформацией продукта высокотемпературного синтеза с его частичной экструзией из пресс-формы. В результате образования в порошковой смеси температурного градиента формирование зеренной структуры происходит от периферийной части к центральной с минимальными размерами зерна на периферии и максимальными в центральной части синтезированного образца. С увеличением предварительной нагрузки на порошковую смесь аб-

солютные значения размера зерна уменьшаются при сохранении общего характера распределения зерен по размерам в объеме синтезированного интерметаллида. Деформация продукта высокотемпературного синтеза с его частичной экструзией из пресс-формы кратно уменьшает абсолютные значения размера зерен в синтезированном под давлением интерметаллическом соединении  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , одновременно усредняя распределение зерен по размерам в объеме. Деформация продукта высокотемпературного синтеза оказывает значительное влияние на температурную зависимость прочности интерметаллида при растяжении: прочность повышается во всем исследованном температурном интервале (до  $1000^\circ\text{C}$ ).

### БЛАГОДАРНОСТЬ

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

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sikka V.K., Deevi S.C., Viswanathan S., Swindeman R.W., Santella M.L.* Advances in Processing of  $\text{Ni}_3\text{Al}$ -Based Intermetallics and Applications // *Intermetallics*. 2000. № 8. P. 1329–1337.
2. *Stoloff N.S., Liu C.T., Deevi S.C.* Emerging Application of Intermetallics // *Intermetallics*. 2008. № 8. P. 1313–1320.
3. *Jozwik P., Polkowski W., Bojar Z.* Review – Applications of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  Based Intermetallic Alloys—Current Stage and Potential Perceptivities // *Materials*. 2015. № 8. P. 2537–2568.
4. *Pope D.P., Ezz S.S.* Mechanical Properties of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  and Nickel-Base Alloys with High Volume Fraction of  $\gamma$  // *Int. Met. Rev.* 1984. V. 29. № 3. P. 136–167.
5. *Aoki K., Izumi O.* Improvement in Room Temperature Ductility of the L12 Type Intermetallic Compound  $\text{Ni}_3\text{Al}$  by Boron Addition // *J. Jpn. Inst. Metals*. 1979. V. 43. № 12. P. 1190–1196.
6. *Kim M.S., Hanada S., Watanabe S., Izumi O.* Effect of Grain Size on Strength, Ductility and Fracture in Recrystallized  $\text{Ni}_3\text{Al}$  Doped with Boron // *Trans. Jpn. Inst. Metals*. 1988. V. 29. № 4. P. 274–283.
7. *Jozwik P., Bojar Z.* Analysis of Grain Size Effect on Tensile Properties of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  – Based Intermetallic Strips // *Arch. Metall. Mater.* 2007. V. 52. № 2. P. 321–327.
8. *Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J.* Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation // *JOM*. 2006. V. 58. № 4. P. 33–399.
9. *Ситдииков О.Ш.* Эволюция микроструктуры в процессе высокотемпературного равноканального углового прессования сплава  $\text{Al}-3\%\text{Cu}$  // *Физ. мезомеханика*. 2017. Т. 20. № 2. С. 95–109.
10. *Москвичев Е.Н., Скрипняк В.А., Скрипняк В.В., Козулин А.А., Лычагин Д.В.* Исследование структуры и механических свойств алюминиевого сплава 1560 после интенсивной пластической деформации методом прессования с рифлением // *Физ. мезомеханика*. 2017. Т. 20. № 4. С. 85–93.
11. *Morsi K.* Review: Reaction Synthesis Processing of Ni–Al Intermetallic Materials // *Mater. Sci. Eng. A*. 2001. V. 299. P. 1–15.
12. *Mukasyan A.S., Shuk C.E.* Kinetics of SHS Reactions: A Review // *Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth.* 2017. V. 26. № 3. P. 145–165.