

УДК 538.73:669.245

## Исследование влияния баротермической обработки на структуру поликристаллического жаропрочного никелевого сплава

Н. В. Гусева \*, Н. Н. Лобанов \*, А. Г. Падалко †

*\* Лаборатория рентгенографии и кристаллохимии  
Российский университет дружбы народов  
Россия, 117198, Москва, ул. Миклуто-Маклая, 6*

*† Институт физико-химических проблем керамических материалов РАН  
Россия, 119361, Москва, ул. Озерная, 48*

Методом рентгендифракционного анализа изучено влияние статического баротермического воздействия на кристаллическую структуру никелевого сплава. Установлено, что баротермическая обработка при определённых параметрах (давлении, температуре и времени изобарно-изотермической экспозиции) приводит к структурным изменениям основных фазовых составляющих сплава.

Жаропрочные сплавы на никелевой основе занимают ведущее место по масштабам производства и объёму применения среди высокотемпературных материалов конструкционного назначения. Это стало возможным благодаря интенсивному развитию научно-исследовательских, конструкторских и технологических работ в областях металлургии и металловедения жаропрочных сплавов. В современном материаловедении жаропрочные никелевые сплавы являются наиболее сложными по легированию и структуре и содержат до 12–15 основных легирующих элементов [1].

Сложнолегированные жаропрочные никелевые суперсплавы представляют собой твёрдые растворы на основе никеля с ГЦК структурой, упрочнённые вторичными выделениями  $\gamma'$ -фазы [2], являющейся твёрдым раствором на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с упорядоченной ГЦК решёткой. Основными структурными составляющими никелевых сплавов являются  $\gamma$ -твёрдый раствор на основе  $\text{Ni}$  с содержанием от 70 до 25 об. %,  $\gamma'$ -фаза на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с содержанием от 25 до 70 об. %, эвтектика  $\gamma + \gamma'$  (до 2 об. %), карбиды  $\text{M}_x\text{B}_y$  (до 2 об. %), а также поры различного происхождения.  $\gamma'$ -фаза оказывает основное влияние на повышение термической устойчивости материала и сопротивление деформации ползучести, а её содержание определяется химическим составом сплава [3]. Разность параметров решётки  $\gamma$ -твёрдого раствора и  $\gamma'$ -фазы приводит к возникновению локальных механических напряжений, повышающих механические свойства никелевых сплавов. Подбор оптимального соотношения фазовых составляющих в этих материалах является непростой задачей, которая решается с помощью различных методов физико-химического анализа, в том числе рентгендифракционными исследованиями.

Статическое баротермическое воздействие на жаропрочные никелевые сплавы позволяет приблизить реальную микроструктуру сплава к оптимальной, а также улучшить некоторые механические характеристики материалов. Установлены изменения и кристаллической структуры монокристаллического сплава [4], поэтому представляет значительный интерес исследование влияния баротермической обработки (БТО) на структуру менее совершенного поликристаллического жаропрочного никелевого сплава, относящегося к гораздо более обширной группе никелевых материалов.

## 1. Методика эксперимента

В качестве исходного материала использовался поликристаллический никелевый жаропрочный сплав следующего состава (масс. %): Cr — 14,8; Mo — 0,5; W — 6,7; Al — 4; Co — 8,8; Ti — 3,7; Ni — остальное. Баротермическую обработку проводили по методике, изложенной в [4–7], при следующих параметрах:  $P_1 = P_2 = P_3 = 180$  МПа;  $t_1 = 1212^\circ\text{C}$ ,  $t_2 = 1260^\circ\text{C}$ ,  $t_3 = 1310^\circ\text{C}$ . Шлифы для рентгендифракционных исследований исходного и подвергшихся баротермической обработке образцов вырезали электроэрозией, затем проводили механическую шлифовку и полировку алмазными пастами. Завершающие операции заключались в электролитической полировке и травлении шлифов в трёхкислотном реактиве. Измерение рентгендифракционных спектров исходного образца и образцов после баротермической обработки при температурах  $1212^\circ\text{C}$  (образец 1),  $1260^\circ\text{C}$  (образец 2),  $1310^\circ\text{C}$  (образец 3) проводили с помощью дифрактометра ДРОН-3 (монохроматизированное излучение  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучение,  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ) в интервале углов  $2\theta$  от  $20^\circ$  до  $145^\circ$ .

Непрерывную съёмку дифрактограмм всех образцов проводили со скоростью  $2^\circ/\text{мин}$  в режиме  $\theta$ – $2\theta$  сканирования при быстром вращении образца вокруг своей оси, и без вращения. Для изучения распределения зёрен в сплавах сконструировали специальную приставку для дифрактометра, позволяющую снимать профили дифракционных отражений относительно угла  $\psi$ , вращая образец в своей плоскости при фиксированных углах дифракции  $2\theta_{hkl}$ . Для получения профилей ряда дифракционных отражений ( $hkl$ ) относительно угла  $\psi$  счётчик выставляли в отражающее положение для различных углов  $2\theta_{hkl}$  и записывали развёртку дифракционного профиля при медленном вращении образца на  $360^\circ$  относительно своей оси со скоростью  $40^\circ/\text{мин}$ .

На заключительном этапе проводили цифровое сканирование рентгендифракционных спектров всех образцов в интервале углов  $2\theta$  от  $20^\circ$  до  $145^\circ$  с шагом сканирования  $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$  и временем экспозиции в точке 5 с. при быстром вращении образца относительно азимутального угла  $\psi$ . Это позволило выявить общую дифракционную картину с учётом различной ориентации зёрен. Угловые зависимости интенсивности дифрагированного рентгеновского излучения  $I = f(2\theta)$  от образцов, преобразованные в цифровой сигнал, накапливали в персональном компьютере. Обработку рентгендифракционных спектров и дальнейшие расчёты проводили с помощью программного обеспечения [8–10].

## 2. Обсуждение результатов

На рис. 1 представлены рентгендифракционные спектры для всех образцов — псевдо трёхмерное изображение. Ближний спектр соответствует исходному образцу, последующие спектры — образцам 1, 2 и 3, соответственно. Результаты обработки рентгендифракционных спектров образцов (межплоскостное расстояние  $d_z$ , экспериментальный брэгговский угол  $2\theta_z$ , относительная интенсивность  $I_{\text{отн}}$ ), индирования и полученных средних параметров элементарных ячеек сплавов в представлены в таблице 1. Средние отклонения между экспериментальными и вычисленными значениями  $2\theta$  составляют  $0,01$ – $0,02^\circ$ , максимальное отклонение —  $0,05$ – $0,07^\circ$  и находятся в пределах ошибки измерений. Как видно, наблюдается последовательное увеличение средних параметров элементарных ячеек сплавов в результате их баротермической обработки.

Для более детального исследования преимущественной ориентации зёрен в образцах были изучены формы профилей ряда дифракционных отражений относительно угла  $\psi$ . Профиль пика дифракционного отражения  $hkl$  при статистической разупорядоченности кристаллитов (блоков) должен иметь практически постоянную интенсивность дифракционного отражения относительно  $\psi$ . При неоднородном распределении кристаллитов (блоков), наличии их большего (или меньшего) количества в каком-либо направлении поверхности образца, происходит изменение интенсивности дифракционного отражения. На рис. 2 представлены развёртки профилей дифракционных отражений  $200$  относительно  $\psi$ , полученные для

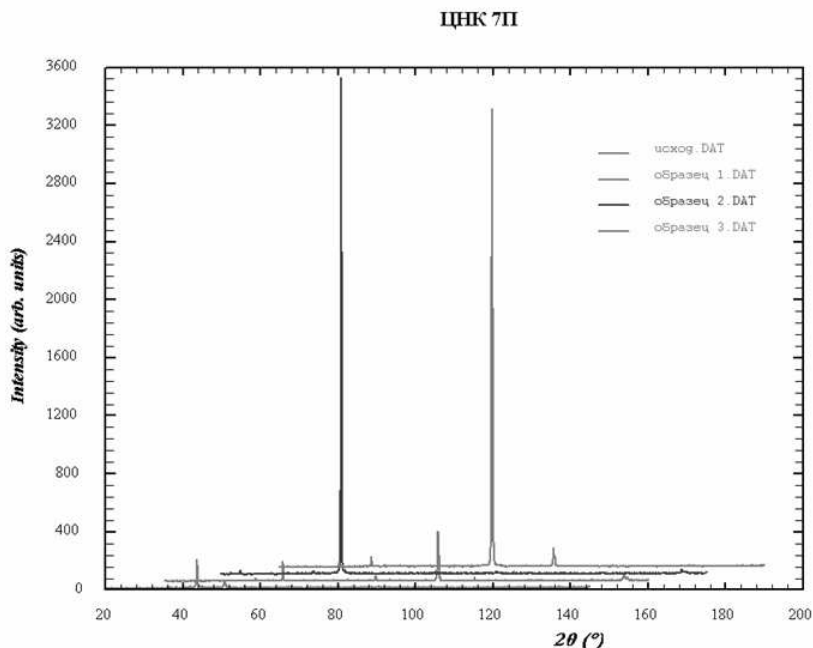


Рис. 1. Рентгендифракционные спектры для исходного образца и образцов, подвергнутых БТО при  $t^\circ = 1212^\circ\text{C}$  (образец 1),  $t^\circ = 1260^\circ\text{C}$  (образец 2),  $t^\circ = 1310^\circ\text{C}$  (образец 3), полученные при быстром вращении образца относительно азимутального угла.

исходного образца и образцов 1 и 2 (после баротермической обработки при температурах  $1212^\circ\text{C}$  и  $1260^\circ\text{C}$ ). Как видно из этого рисунка, вид профилей отражений  $2\ 0\ 0$  в исходном образце и образце 1 (рис. 2а и 2б) имеет сложный характер: имеется несколько направлений  $\psi$  с более высокой отражающей способностью. С увеличением температуры баротермической обработки наблюдается исчезновение ряда пиков с сохранением лишь одной преимущественной ориентации (рис. 2в). Интервал между соседними пиками равен  $180^\circ$ . Значения интенсивностей пиков исходного образца гораздо выше значений интенсивностей пиков, принадлежащих образцам, подвергшимся БТО. На дифракционном профиле более дальнего отражения  $3\ 1\ 1$  образца 1 характер распределения и период между пиками был аналогичен профилю отражения  $2\ 0\ 0$  этого образца (рис. 2б): происходит лишь некоторое перераспределение между интенсивностями, связанное с долей кристаллитов, находящихся в отражающем направлении. Дифракционный профиль отражения  $2\ 2\ 0$  образца 3 ( $t_{\text{БТО}} = 1310^\circ\text{C}$ ) имел аналогичную форму, характерную для дифракционного профиля  $2\ 0\ 0$  образца 2 (рис. 2в), — два пика с периодом  $180^\circ$ , т. е. наблюдалось также только одно направление преимущественной ориентации.

Таким образом, анализируя форму профилей дифракционных отражений образцов относительно угла  $\psi$ , а также сами рентгендифракционные спектры образцов, можно сказать о том, что исходный образец имеет, по-видимому, более крупные разориентированные блоки, приводящие к нескольким анизотропным направлениям в поверхности образца. По мере увеличения температуры БТО происходит, вероятно, уменьшение размеров  $\gamma'$ -микрочастиц в  $\gamma$ -матрице, которые все больше становятся статически разориентированы, и сохраняется лишь одно преимущественное направление, возможно, связанное с ориентацией оси дендрита. Кроме того, в результате баротермической обработки образцов наблюдается последовательное увеличение средних параметров элементарных ячеек данного сплава. Однако следует заметить, что интерпретация полученных результатов осложняется и из-за возможных особенностей индивидуальной структуры образцов данного поликристаллического сплава.

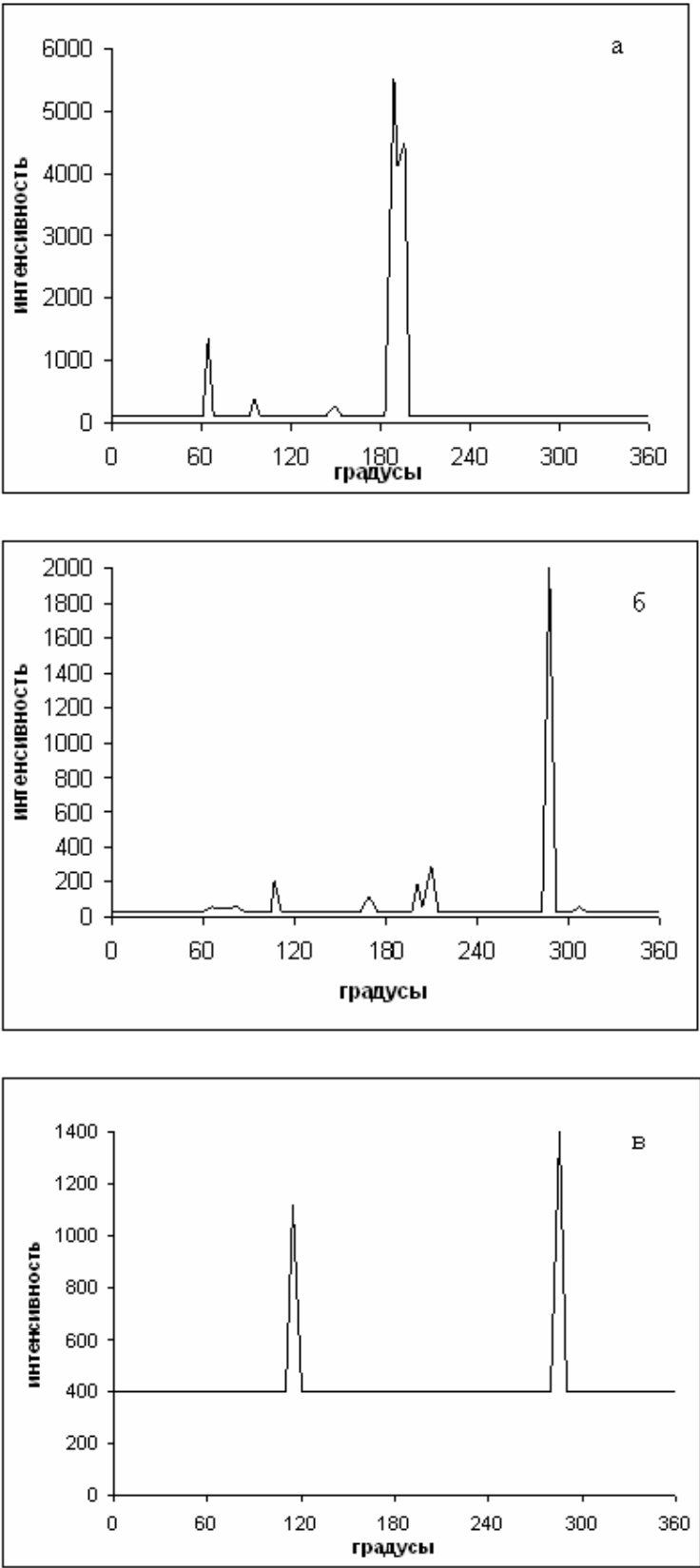


Рис. 2. Профили дифракционного отражения 2 0 0 относительно угла  $\psi$ , полученные для исходного образца (а), образца 1 (б) и образца 2 (в).

Таблица 1  
Результаты обработки и индифирования рентгендифракционных спектров, полученных с быст-  
рым вращением образцов в своей плоскости.

| №    | hkl | Исходный образец   |      |                     |                     |         | Образец № 1        |      |                     |                     |         |
|------|-----|--------------------|------|---------------------|---------------------|---------|--------------------|------|---------------------|---------------------|---------|
|      |     | d <sub>э</sub> , Å | I, % | 2θ <sub>э</sub> , ° | 2θ <sub>в</sub> , ° | Δ 2θ, ° | d <sub>э</sub> , Å | I, % | 2θ <sub>э</sub> , ° | 2θ <sub>в</sub> , ° | Δ 2θ, ° |
| 1    | 100 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 2    | 110 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 3    | 111 | 2,072              | 100  | 43,65               | 43,65               | 0,00    | 2,074              | 4    | 43,61               | 43,68               | -0,07   |
| 4    | 200 | 1,795              | 32   | 50,83               | 50,85               | -0,02   | 1,795              | 34   | 50,82               | 50,88               | -0,06   |
| 5    | 210 | 1,604              | 12   | 57,39               | 57,37               | 0,02    | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 6    | 220 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | 1,269              | 8    | 74,77               | 74,81               | -0,04   |
| 7    | 311 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | 1,081              | 100  | 90,86               | 90,85               | 0,01    |
| 8    | 331 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | 0,823              | 25   | 138,86              | 138,83              | 0,03    |
| в, Å |     | 3,588±0,002        |      |                     |                     |         | 3,586±0,001        |      |                     |                     |         |

| №    | hkl | Образец № 2        |      |                     |                     |         | Образец № 3        |      |                     |                     |         |
|------|-----|--------------------|------|---------------------|---------------------|---------|--------------------|------|---------------------|---------------------|---------|
|      |     | d <sub>э</sub> , Å | I, % | 2θ <sub>э</sub> , ° | 2θ <sub>в</sub> , ° | Δ 2θ, ° | d <sub>э</sub> , Å | I, % | 2θ <sub>э</sub> , ° | 2θ <sub>в</sub> , ° | Δ 2θ, ° |
| 1    | 100 | 3,581              | 1    | 24,84               | 24,79               | 0,05    | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 2    | 110 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | 2,538              | 1    | 35,33               | 35,31               | 0,01    |
| 3    | 111 | 2,076              | 1    | 43,60               | 43,65               | -0,05   | 2,074              | 2    | 43,61               | 43,62               | -0,01   |
| 4    | 200 | 1,793              | 100  | 50,87               | 50,84               | 0,03    | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 5    | 210 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| 6    | 220 | —                  | —    | —                   | —                   | —       | 1,269              | 100  | 74,72               | 74,70               | 0,02    |
| 7    | 311 | 1,083              | 1    | 90,72               | 90,77               | -0,05   | 1,083              | 4    | 90,67               | 90,69               | -0,02   |
| 8    | 331 | 0,823              | 2    | 138,66              | 138,64              | 0,02    | —                  | —    | —                   | —                   | —       |
| в, Å |     | 3,588±0,002        |      |                     |                     |         | 3,586±0,001        |      |                     |                     |         |

## Литература

1. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов / Р. Е. Шалин, И. Л. Светлов, Е. Б. Качанов и др. — Машиностроение, 1997. — 336 с.
2. Термостабильность структуры на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  и его применение в рабочих лопатках малоразмерных ГТД / К. Б. Поварова, Н. К. Казанская, В. П. Бунтушкин и др // Металлы. — № 3. — 2003.
3. *Bhadeshia H. K. D. H. Nickel Based Superalloys* // *ISIJ International*. — Vol. 38. — 1998. — Рр. 495–502.
4. Рентгендифракционное исследование влияния баротермической обработки на кристаллическую структуру никелевого сплава / Н. Н. Лобанов, О. С. Лабынцева, А. Г. Падалко и др // ЖНХ. — Т. 52, № 1. — 2007. — С. 116–119.
5. Морфологические изменения карбидных фаз в никелевом сплаве при баротермическом воздействии / А. Г. Падалко, А. Н. Веселов, С. П. Авдюхин и др // Металлы. — № 4. — 2004. — С. 117–122.
6. Поведение эвтектики  $\gamma + \gamma'$  в сплаве на основе никеля при баротермическом воздействии / А. Г. Падалко, С. П. Авдюхин, А. Н. Веселов и др // Физика и химия обраб. материалов. — № 5. — 2004. — С. 88–93.
7. Выделение  $\gamma'$ -фазы в никелевом сплаве в условиях статического баротермического воздействия / А. Г. Падалко, А. Н. Веселов, С. П. Авдюхин и др // Металлы. — № 1. — 2006. — С. 80–88.
8. *Lobanov N. N. Software packages for X-ray powder diffraction analysis: data evaluation, determination microstructural data & residual stress analysis* // *6<sup>th</sup> European powder diffraction conference*. — Budapest: 1998. — Р. 360.
9. *Иванов Ю. А., Лобанов Н. Н.* Программное обеспечение рентгендифракционных поликристаллических исследований: 1. Обработка данных // Тез. докл. XXXIII научн. конфер. факультета физ.-мат. и естеств. наук. Химическая секция. — М.: РУДН, 1997. — С. 34.
10. *Лобанов Н. Н., Шарова П. Ю.* Определение и уточнение параметров элементарной ячейки в операционной системе Windows // XLI Всероссийская научная конференция по проблемам математики, информатики, физики и химии. 18–22 апреля 2005 г. Тезисы докладов. — М.: РУДН, 2005. — С. 19–21.

UDC 538.73:669.245

## Research of Influence of Barothermal Treatment on the Structure of the Polycrystalline Heat Resisting Nickel Alloy

N. V. Guseva \*, N. N. Lobanov \*, A. G. Padalko †

\* *Laboratory of X-ray Analysis and Crystal Chemistry  
Peoples' Friendship University of Russia  
6, Miklukho-Maklaya str., Moscow, 117198, Russia*

† *Institute of Physicalchemical Problems in Ceramics  
Russian Academy of Sciences  
48, Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia*

The effect of a barothermal batch treatment on the crystal structure of a nickel alloy is studied by X-ray diffraction. It is established, that the barothermal treatment at certain parameters (pressure, temperature and duration of isobaric-isothermal exposure) leads to structural changes of the basic phase components of the alloy.