

6. Белов Н.А., Алабин А.Н. Перспективные алюминиевые сплавы с повышенной жаропрочностью для арматуростроения как возможная альтернатива сталям и чугунам // Арматуростроение. 2010. №2. С. 50–54.
7. Belov N.A. Principles of Optimising the Structure of Creep Resisting Casting Aluminium Alloys Using Transition Metals // Journal of Advanced Materials. 1994. 1 (4). P. 321–329.
8. Белов Н.А. Использование многокомпонентных диаграмм состояния для оптимизации структуры и состава высокопрочных литейных алюминиевых сплавов // Изв. вузов. Цветная металлургия. 1995. №1. С. 48–57.
9. Belov N.A., Alabin A.N., Eskin D.G., Istomin-Kastrovskiy V.V. Optimization of Hardening of Al–Zr–Sc Casting Alloys // Journal of Material Science. 2006. V. 41. P. 5890–5899.

УДК 669.018.44:669.24

И.А. Тренингов, А.А. Алексеев, Д.В. Зайцев, Е.В. Филонова

ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВЫХ И СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ, А ТАКЖЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПРОЦЕССЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПОЛЗУЧЕСТИ В СПЛАВЕ ВЖМ4*

Проведен системный анализ строения узлов обратного пространства кристаллической решетки. Определены кристаллографические плоскости (244) и (133), имеющие минимальные искажения, обусловленные остаточными напряжениями. Показано, что для определения периодов решеток γ - и γ' -фаз целесообразно использовать эти плоскости. Исследован характер изменения структуры в процессе высокотемпературной ползучести сплава ВЖМ4. Показано, что начиная с выдержки 200 ч в γ -фазе формируется объемная дислокационная структура. При выдержках 400 и 500 ч она заполняет все пространство γ -фазы. В образцах после испытаний на высокотемпературную ползучесть выявлена дислокационная структура в γ' -фазе. При высокотемпературной ползучести выявлен процесс дополнительного распада, в результате которого выделяются наноразмерные ТПУ фазы. Определены остаточные напряжения в γ - и γ' -фазах.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, γ - и γ' -фазы, ползучесть, монокристалл, рентгеновская дифракция, рафт, ПЭМ, РЭМ, напряжение.

Современные никелевые суперсплавы представляют собой твердые растворы на основе никеля с ГЦК неупорядоченной структурой: γ -фаза (матрица), упрочненная выделениями γ' -фазы, являющейся легированным твердым раствором на основе интерметаллида Ni_3Al с упорядоченной ГЦК кристаллической структурой ($L1_2$) [1]. В настоящее время наиболее перспективными являются литые монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы, легированные рением и рутением (в частности ВЖМ4) так как они позволяют повысить уровень рабочих температур и ресурс деталей [2].

Системный анализ

После полной термической обработки структура сплава ВЖМ4 представляет собой кубоидные частицы γ' -фазы, обрамленные прослойками γ -фазы. Для лучшего понимания дифракционной картины рентгеновских лучей проведен системный анализ

* По материалам доклада на научно-технической конференции «Создание и исследование конструкционных материалов для новой техники», посвященной 100-летию С.З. Бокштейна (Москва, ВИАМ, 18 января 2011 г.)

строения узлов обратного пространства кристаллической решетки. Выделен элементарный объем структуры – кубоидная частица γ' -фазы, обрамленная прослойками γ -фазы (рис. 1, а). Удобно представить γ -фазу в виде набора геометрических фигур. Для полного обрамления куба γ' -фазы необходимы 3 пластины, 3 стержня и один кубик из γ -фазы (рис. 1, б). Наличие прослоек γ -фазы в виде пластин и стержней приводит к возникновению тетрагональных искажений, что может приводить к появлению дополнительных рефлексов на дифрактограмме и размытию рефлексов. Представление γ -фазы в виде пластин и стержней позволяет объяснить эффект размытия рефлексов от сателлитов, наблюдаемого экспериментально.

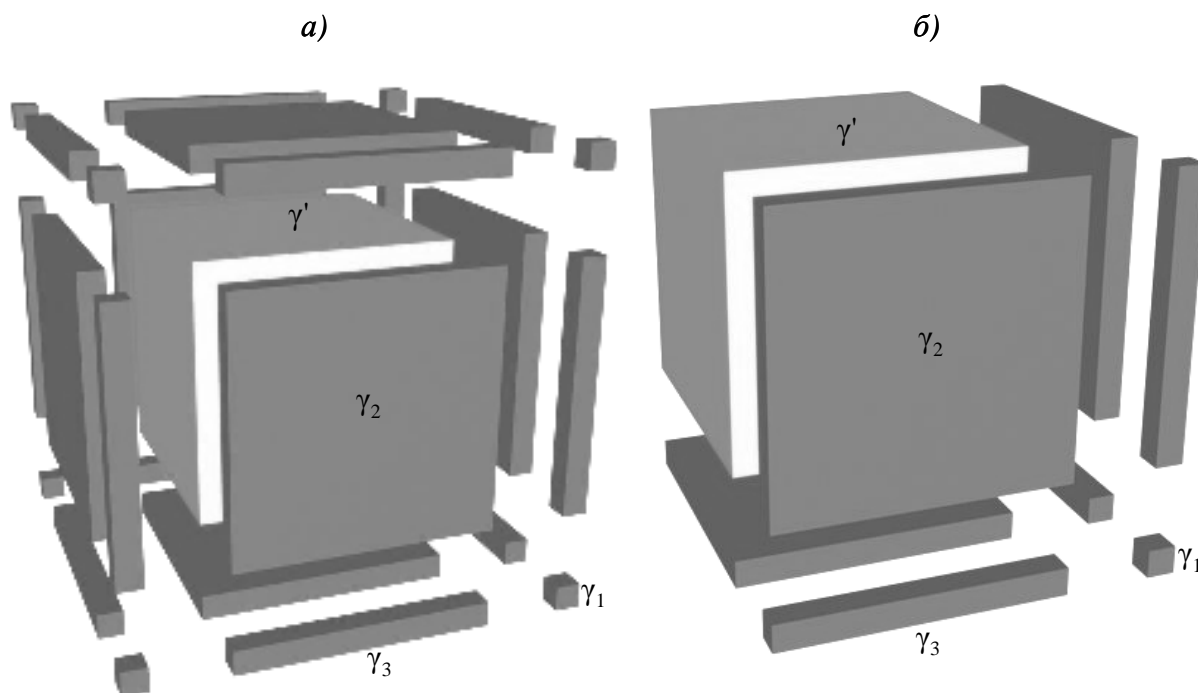


Рис. 1. Схема структуры (γ_1 , γ_2 , γ_3 – набор геометрических фигур γ -фазы) современных литых монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, легированных Re и Ru, после полной термической обработки (а) и элементарный объем структуры (б)

Проведен теоретический расчет объемных долей γ -фазы в виде разных геометрических фигур в зависимости от соотношения объемов γ - и γ' -фаз. Если обозначить размер частицы γ' -фазы как L , а ширину прослоек γ -фазы как h , тогда соотношение объемных долей γ - и γ' -фаз определяется из соотношения $1 = \frac{L^3 + 3hL^2 + 3h^2L + h^3}{(L+h)^3}$. Если принять

$\frac{h}{L} = x$, тогда объемные доли γ -фазы в виде различных геометрических фигур рассчитываются как $\delta_{\gamma_1} = \frac{x^3}{(1+x)^3}$ – кубики; $\delta_{\gamma_2} = \frac{3x^2}{(1+x)^3}$ – пластины; $\delta_{\gamma_3} = \frac{3x}{(1+x)^3}$ – стержни.

Результаты расчетов в виде графиков представлены на рис. 2. При наиболее характерном для сплава ВЖМ4 содержании γ' -фазы 50% видно, что преобладает γ -фаза в виде пластин. Таким образом, интенсивность областей размытия рефлексов (сателлитов) на дифрактограмме может быть достаточно интенсивной.

Проведенный системный анализ позволил построить решетку обратного пространства с сателлитами, обусловленными прослойками γ -фазы в виде разных геомет-

рических фигур (рис. 3). В зависимости от Миллеровских индексов, не равных нулю, возможно образование одного, двух или трех сателлитов.

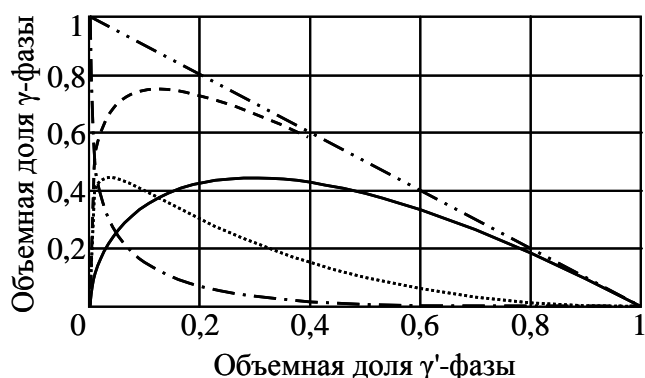


Рис. 2. Теоретический расчет объемных долей γ -фаз разных геометрических форм (см. рис. 1):
 --- кубоиды (γ'); — пластины (γ_2);
 стержни (γ_3); - - - $\gamma_2 + \gamma_3$; - · - · $\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3$

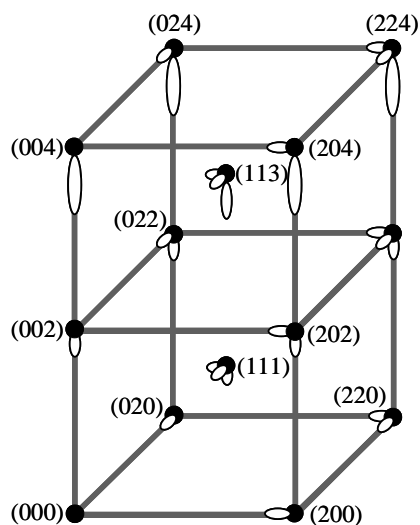


Рис. 3. Кристаллическая решетка обратного пространства с сателлитами, обусловленными прослойками γ -фазы в виде разных геометрических фигур

Экспериментальное подтверждение построенной решетки обратного пространства получено в работе [3]. Количество сателлитов и их расположение совпадают с результатами системного анализа, представленными в данной работе.

Анализ строения узлов обратного пространства кристаллической решетки позволяет оценить количество и месторасположения сателлитов в обратном пространстве, что дает возможность повысить эффективность исследований при моделировании трехмерного строения узлов обратного пространства.

С помощью системного анализа обратного пространства кристаллической решетки исследованы дифрактограммы, полученные от образца из сплава ВЖМ4. Узел обратного пространства (004) должен иметь один размытый сателлит, а узел обратного пространства (204) – два сателлита: первый ближе к рефлексу γ' -фазы, второй – отдаленный размытый (см. рис. 3).

На рис. 4, а представлена дифрактограмма, полученная от плоскости (004), на которой присутствует размытый рефлекс от сателлита. На дифрактограмме (204) (рис. 4, б), помимо размытого рефлекса ближе к рефлексу γ' -фазы, присутствует еще один рефлекс. Полученные дифрактограммы подтверждают данные системного анализа.

Для наиболее точного определения периодов решеток γ - и γ' -фаз необходимо выбрать такой рефлекс и условия съемки (геометрия сканирования), которые позволяли бы исключить появление на дифрактограмме от монокристалла сателлитов (других синглетов) и приводили бы к наименьшему смещению рефлексов. Для этого необходимо точно выводить в отражающее положение ту область узла обратной решетки, которая соответствует максимальной интенсивности. Для чего необходимо последовательно уточнять положение осей гониометра. На дифрактограмме, полученной от плоскости (224) (рис. 4, в), должно присутствовать 3 сателлита. Зная количество и месторасположение сателлитов, удалось отстроиться от них, что необходимо делать для прецизионного измерения периодов решеток γ - и γ' -фаз.

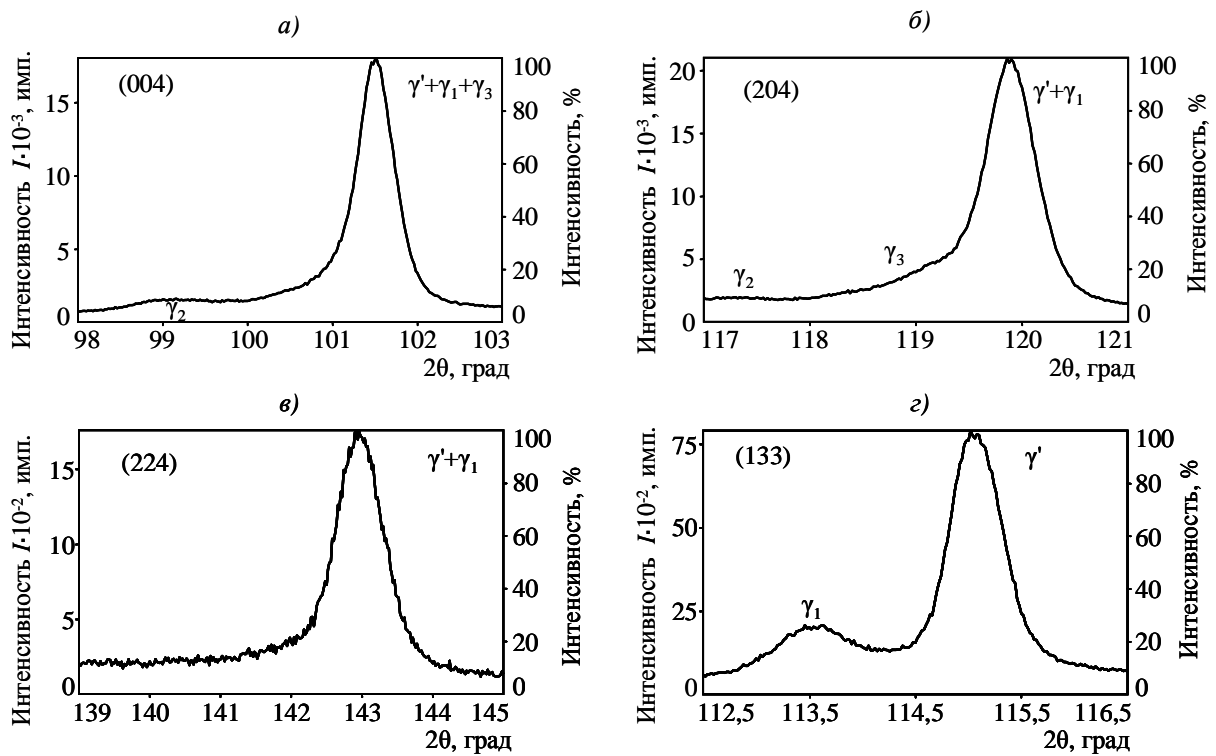


Рис. 4. Радиальное сечение рефлексов (004), (204), (224), (133) γ - и γ' -фаз (а, б, в, з – соответственно); $\text{Cu } K_{\beta}$ -излучение

Напряжения в кристаллографических плоскостях

Для создания экспресс-методики оценки несоответствия периодов кристаллических решеток проведены расчеты с целью выявления плоскостей $\{HKL\}$ с минимальным влиянием остаточных напряжений на период решетки. Такая плоскость $\{HKL\}$ определяется из уравнения $a_{HKL} = a_0$, где a_{HKL} – период решетки, экспериментально определенный по положению центра тяжести рентгеновского рефлекса (HKL); a_0 – период решетки фазы без искажений, обусловленных остаточными напряжениями.

Преобразуя закон Гука [4] и уравнение Вульфа–Брега с учетом уравнения упругой деформации плоскостей $\{HKL\}$, получим уравнение остаточных напряжений $\sigma = E(1 - \nu) \frac{k_{\text{экс}}}{a_0}$, где σ – напряжение в кристаллографической плоскости; E – анизотропный модуль Юнга; ν – анизотропный коэффициент Пуассона; $k_{\text{экс}}$ – коэффициент, определяемый по экспериментальным данным [5, 6].

Принимая напряжения равными нулю, получаем равенство, которое позволяет определять плоскости, имеющие минимальные искажения, обусловленные остаточными напряжениями:

$$\frac{1 - \nu}{1 + \nu} = \frac{L^2}{H^2 + K^2 + L^2},$$

где H, K, L – индексы интерференции.

Путем сопоставления семейств плоскостей с интервалом значений коэффициента Пуассона получено графическое решение этого уравнения и построена номограмма (рис. 5). Жаропрочные никелевые сплавы имеют коэффициент Пуассона, близкий к 0,38 [7]. Белой точкой отмечена область, в которой выполняется условие $a_{HKL} = a_0$. Из

номограммы следует, что периоды решеток, определяемые по положению рефлексов от плоскостей (244) и (133), имеют минимальные смещения, обусловленные остаточными напряжениями. Приведенные оценки справедливы для нерафтированной структуры.

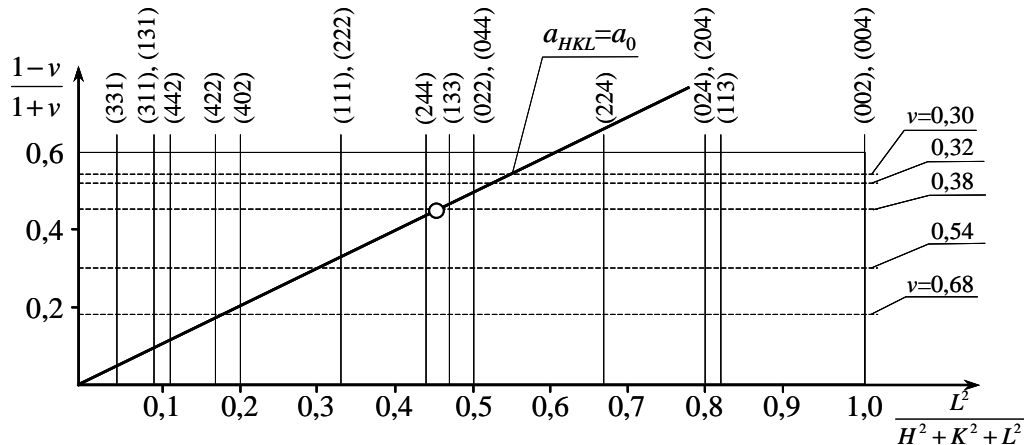


Рис. 5. Номограмма определения условий рентгеновской съемки

Фазы γ и γ' имеют разные периоды решеток. Упругое взаимодействие стремится уменьшить разницу экспериментально наблюдаемых периодов.

Из номограммы следует, что в плоскостях (004) и (204) действуют повышенные напряжения, которые стремятся минимизировать разницу между межплоскостными расстояниями γ - и γ' -фаз, что приводит к сближению рефлексов от этих фаз на дифрактограмме (см. рис. 4, а, б). В плоскости (133) действуют минимальные напряжения, соответственно на дифрактограмме рефлекс от γ - и γ' -фаз хорошо разделяются (см. рис. 4, г), и по этой плоскости можно определить периоды решеток фаз с минимальными искажениями от остаточных напряжений.

Использование межплоскостных расстояний, рассчитанных по другим рефлексам, например (222), приводит к систематическому уменьшению измеряемого несоответствия решеток γ - и γ' -фаз [8] по сравнению с истинным значением, хотя измеренное несоответствие коррелирует с истинным значением. Соответственно период решетки γ -фазы, определенный по этой плоскости, будет меньше реального значения, а период решетки γ' -фазы – больше.

Экспериментальная часть

Проведены исследования образцов из монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ВЖМ4 (6% Re, 4% Ru) с ориентировкой [010]. Литые образцы прошли полную термическую обработку (гомогенизация, старение). Испытания на ползучесть проводились при температуре 1000°C и нагрузке 210 МПа. Образцы не доводились до разрушения, а снимались со стенда по очереди через заданное время: 200, 300, 400 и 500 ч. Аналогичные образцы при тех же условиях испытания разрушались через 640–650 ч.

На растровом электронном микроскопе (РЭМ) получены изображения микроструктуры образцов, которая представляет собой рафт-структуру (рис. 6). В образце после 200 ч рафт-структура сформировалась не полностью. Установлено, что в интервале 200–500 ч в γ - и γ' -фазах протекают процессы ползучести с одновременным изменением морфологии γ - и γ' -фаз и формированием инверсионных структур. В образцах после 400 и 500 ч прошла топологическая инверсия.

Методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) исследована неоднородность дислокационной структуры в γ -фазе и на (γ/γ')-границах. Установлено, что начиная с выдержки 200 ч в γ -фазе формируется объемная дислокационная струк-

тура (см. рис. 6). При выдержках 400 и 500 ч (рис. 7, *а*, *б*) она заполняет все пространство γ -фазы. Такая объемная дислокационная структура обычно характерна для горячедеформированного состояния. После 500 ч достаточно большие области γ' -фазы занимают сетки дислокаций (рис. 7, *в*).

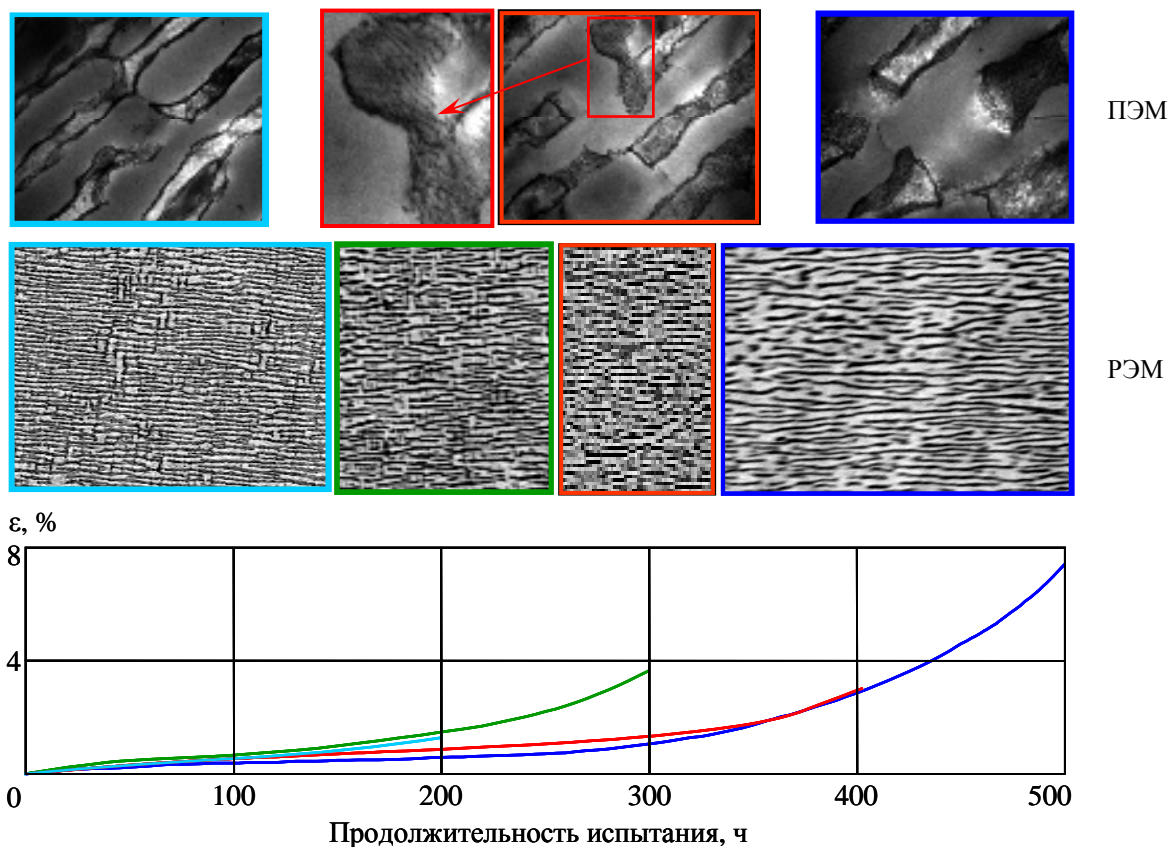


Рис. 6. Микроструктура сплава ВЖМ4 на различных стадиях ползучести, исследованная методами просвечивающей (ПЭМ) и растровой электронной микроскопии (РЭМ)

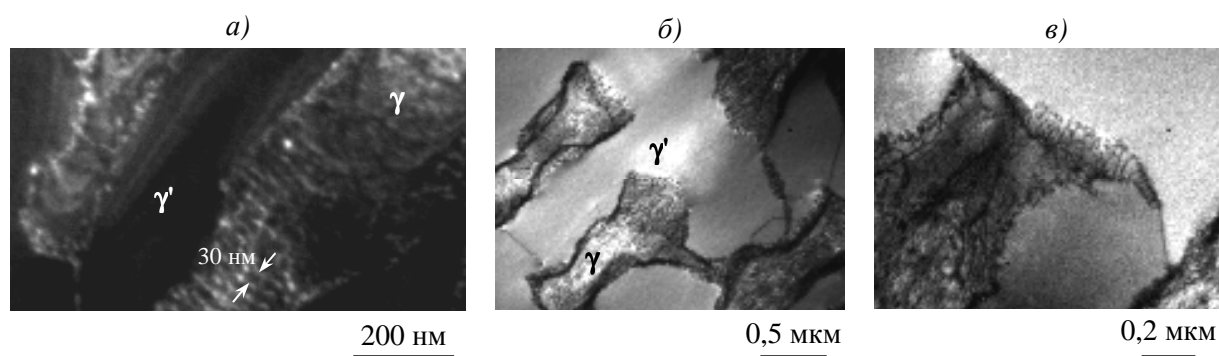


Рис. 7. Пластическая деформация при образовании объемной дислокационной структуры в γ - (*а*) и γ' -фазах (*б*) при интенсификации процессов инверсии, сетки дислокаций в γ' -фазе (*в*)

При высокотемпературной ползучести выявлен процесс дополнительного распада, в результате которого выделяются наноразмерные ТПУ фазы (рис. 8, *а*). На картинах дифракции видны дополнительные рефлексы от выделившихся фаз. С увеличением длительности выдержки количество и размер выделившихся частиц увеличиваются (рис. 8, *б*).

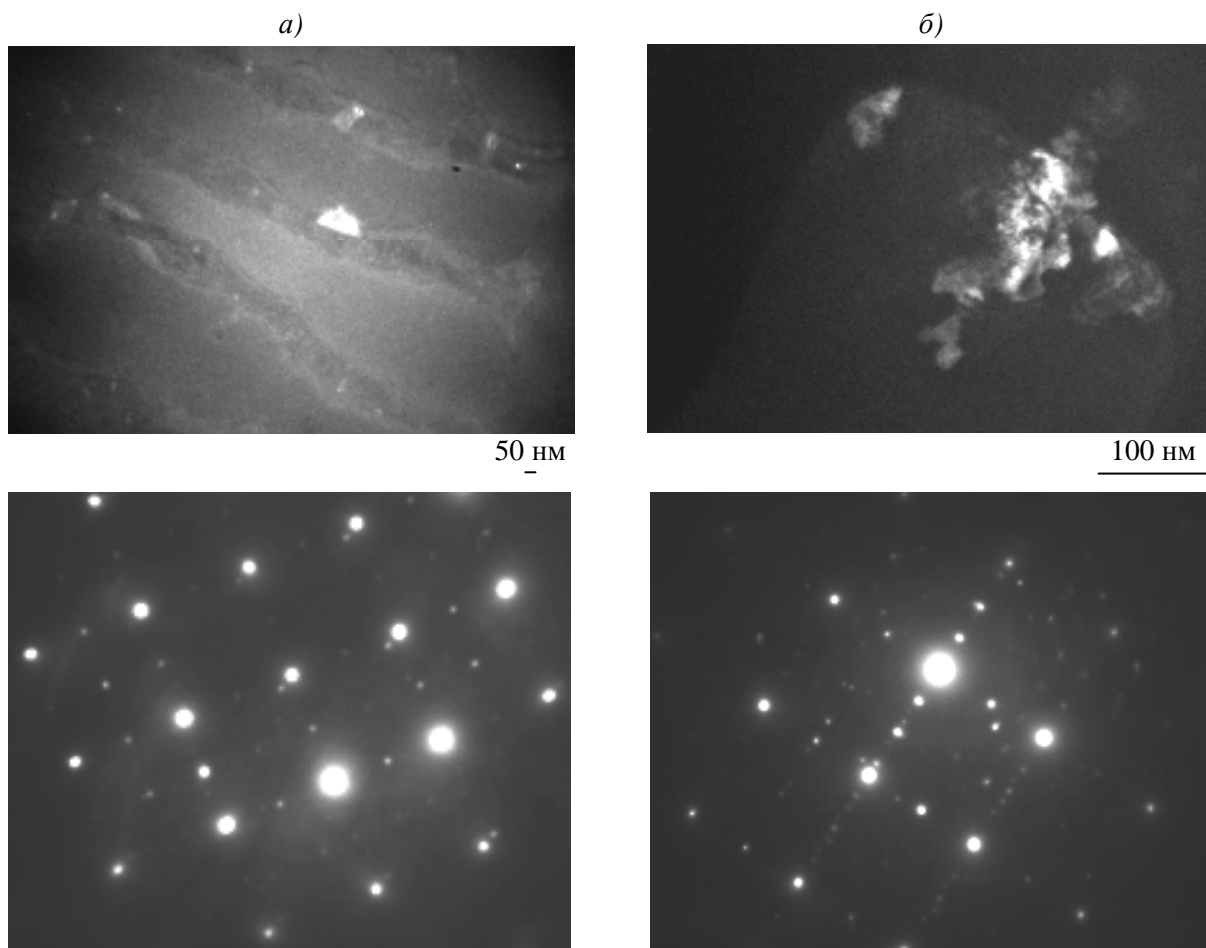


Рис. 8. Темнопольное изображение процесса дополнительного распада в ходе ползучести после 200 (а) и 400 ч (б)

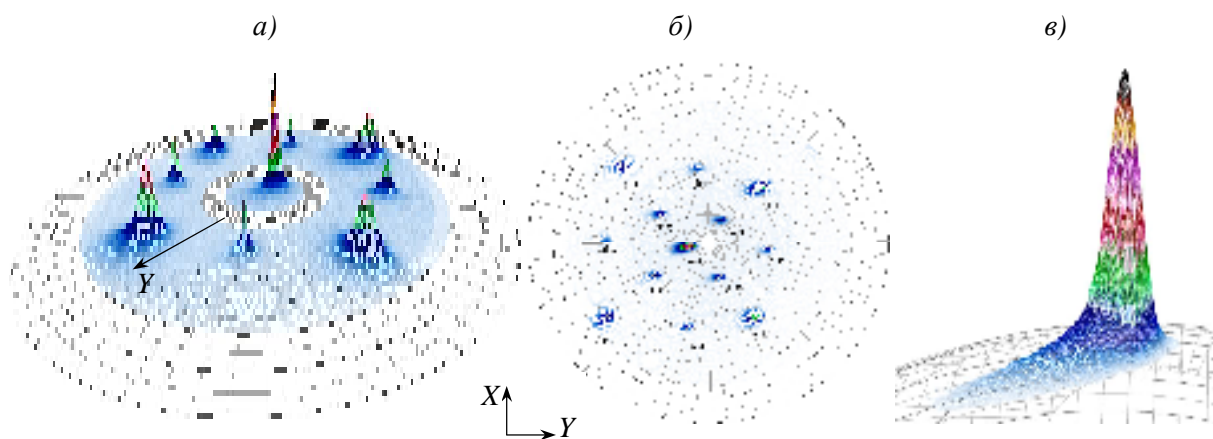


Рис. 9. Трехмерная (а) и двухмерная (б) совмещенные полюсные фигуры (001)+{011}+{111}+{113} образца и рефлекс (022) (в) после испытаний на ползучесть (Y – направление деформации)

С помощью рентгеновского дифрактометра получены прямые полюсные фигуры образцов после высокотемпературной ползучести. Построены совмещенные полюсные фигуры (рис. 9, а, б). Рефлексы на полюсной фигуре вытянуты. По вытянутости рефлексов уточнено направление деформации – оно немного отклоняется от [010] (рис. 9,

б). Тяжи оснований рефлексов указывают на сильную деформацию структуры (рис. 9, в).

По разработанной ранее методике [5, 6] рассчитаны остаточные напряжения и периоды решеток γ - и γ' -фаз, свободные от напряжений в образцах сплава ВЖМ4 после высокотемпературной ползучести (см. таблицу).

Результаты расчета остаточных напряжений и периодов решеток
(y – направление растяжения)

Продолжительность испытания, ч	Фаза	σ_y [010]	σ_x [100]	Период решетки, нм	Несоответствие периодов решеток γ - и γ' -фаз, %
		МПа			
200	γ	71	94	0,36087	0,72
	γ'	161	83	0,35829	
300	γ	-52	41	0,36111	0,69
	γ'	56	-14	0,35867	
400	γ	-47	30	0,36099	0,66
	γ'	56	19	0,35861	
500	γ	-102	17	0,36099	0,66
	γ'	28	33	0,35860	

При испытаниях на длительную прочность в интервале 200–500 ч периоды γ - и γ' -фаз изменяются незначительно (рис. 10, а). Несоответствие периодов уменьшается вплоть до 400 ч, далее изменяется незначительно (рис. 10, б). В образце при выдержке 200 ч в γ - и γ' -фазах выявлены напряжения одного знака, что, по-видимому, связано с выделениями ТПУ фаз (рис. 10, в, з). В работе [9] рассчитывали напряжения методом конечных элементов в близком по химическому составу сплаве CMSX-10. Напряжения в γ - и γ' -фазах также получились одного знака. Таким образом, проведен системный анализ строения узлов обратного пространства кристаллической решетки, определены кристаллографические плоскости (244) и (133), имеющие минимальные искажения, обусловленные остаточными напряжениями. Показано, что для определения периодов решеток γ - и γ' -фаз целесообразно использовать эти плоскости.

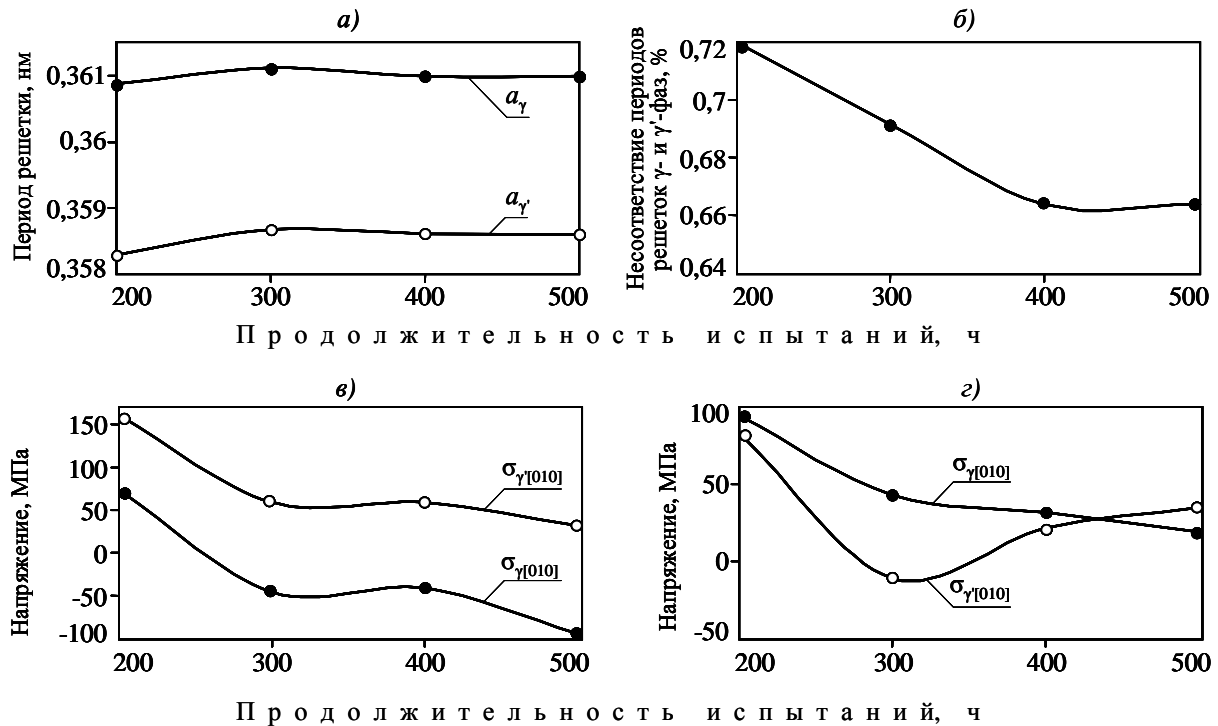


Рис. 10. Характер изменения истинных периодов (а) и несоответствия периодов (б) кристаллических решеток и остаточных напряжений (в, з) в γ - и γ' -фазах в направлении деформации [010] (в) и перпендикулярном ему направлении [100] (з) в образцах сплава ВЖМ4 в процессе высокотемпературной ползучести

Исследован характер изменения структуры в процессе высокотемпературной ползучести сплава ВЖМ4. Определены остаточные напряжения в γ - и γ' -фазах. Показано, что начиная с выдержки 200 ч в γ -фазе формируется объемная дислокационная структура. При выдержках 400 и 500 ч она заполняет все пространство γ -фазы. В образцах после испытаний на высокотемпературную ползучесть выявлены дислокационная структура в γ' -фазе и процесс дополнительного распада, в результате которого выделяются наноразмерные ТПУ фазы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Поварова К.Б., Банных О.А. Анализ принципов создания жаропрочных никелевых суперсплавов и сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al (γ' -фаза) //Труды международной научно-технической конференции «Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение», 25–26 апреля 2006. М.: ВИАМ. 2006. С. 11–21.
2. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Современные литые никелевые жаропрочные сплавы //Труды международной научно-технической конференции «Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение», 25–26 апреля 2006. М.: ВИАМ. 2006. С. 39–55.
3. Epishin A., Brückner U., Link T., Fedelich B. X-ray reflections from the γ/γ' -microstructure of nickel-base superalloys: effect of the plane tilting //International Journal of Materials Research. 2010. V. 101. P. 5.
4. Лурье А.И. Теория упругости. М.: Наука. 1970. 940 с.
5. Treninkov I.A., Alekseev A.A. Behaviour of residual stresses and lattice spacings in γ - and γ' -phases during creep-rupture tests of single-crystal nickel superalloy. 9th Liege Conference the 27, 28, 29th of September 2010 //Materials for Advanced Power Engineering. 2010. P. 723–732.
6. Тренингов И.А., Алексеев А.А., Поляков С.Н. Методика определения остаточных напряжений в монокристаллах жаропрочных никелевых сплавов на дифрактометре широкого назначения с использованием $\text{Cu } K\beta$ -излучения //Авиационные материалы и технологии. 2010. №1. С. 8–12.
7. Siebörger D., Knake H., Glatzel U. Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases //Materials Science and Engineering. 2001. A298. P. 26–33.
8. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Рощина И.Н. Размерное несоответствие кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах //Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: науч.-техн. сб. /Под ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2006. С. 131–141.
9. Schulze C., Feller-Kniepmeier M. Inhomogeneity of phase composition and lattice misfit in the macrostructure of the single crystal superalloys CMSX-10. Proceedings of the 20th Risø International Symposium on Materials Science: Deformation-Induced Microstructures: Analysis and Relation to Properties. Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark 1999.