

ДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ И ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ АНАЛИЗЫ СУБСТРУКТУРЫ НИКЕЛЕВЫХ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ

Наряду с инфраструктурой кристалла, комплексу субструктурных характеристик фаз монокристаллических никелевых сплавов (параметр кристаллической решетки, мисфит, объемное соотношение фаз, их концентрационная неоднородность) отводится роль критерия жаропрочности. Изучение и контроль этих характеристик требуют сложных дифрактометрических исследований с применением компьютерных программ разделения и визуализации дифракционных синглетов фаз. Ранее типичная структура таких сплавов идентифицировалась двухфазным (γ/γ')-агрегатом, и аналитическое разделение синглетов фаз как исходного продукта для дальнейших расчетов основывалось именно на этой «двухфазной» версии.

Между тем в процессе разделения (визуализации) дифракционных рефлексов γ - и γ' -фаз в высокожаропрочных ренийсодержащих сплавах типа ВКНА и ЖС неоднократно отмечалось несовпадение экспериментального операционного профиля суммарного (γ/γ')-рефлекса (в данном случае – (222) Fe K_{α}) с его аналитической моделью – при любых параметрах «подгонки». Кроме того, благодаря высокой интенсивности дифракции от монокристаллического объекта исследования, наблюдались значения минимума квадратичной формы, в десятки и сотни раз превосходящие допустимый уровень при условии адекватности реального профиля с соответствующей расчетной моделью. В таких условиях поиск оптимальных вариантов аналитического разделения фаз теряет смысл, поскольку минимум квадратичной формы постоянно перекрывает допустимый уровень, отвечающий адекватности экспериментального профиля и его расчетной модели. Например, при допустимом уровне их адекватности ~ 100 , минимум квадратичной формы может достигать ~ 30000 – в зависимости от выбора параметров разложения (количество синглетов, вид аппроксимирующей функции, положение репера).

Опробование в рамках используемой авторами программы разделения и визуализации («Outset») различных функций, моделирующих аналитические синглеты – Гауссиан, различной кратности Лоренцианы, двойной или тройной Псевдофойгтман, – для последующего их сравнения с экспериментом существенной коррекции в результате не привнесло.

Таким образом, стало очевидным, что ранее принятая «двухфазная» версия разложения общего (γ/γ')-рефлекса не отвечает действительности.

Визуальным подтверждением некорректности этой версии, как отмечалось выше, является частичная (местная, со стороны γ') несогласованность соответствующих экспериментальных и расчетных ординат функции «интенсивность–угол Брегга». Указанный эффект особенно четко проявляется для сплава ВКНА-25, для которого, благодаря большому значению мисфита (разность параметров решеток γ - и γ' -фаз), твердорастворный γ -синглет удален от соответствующего γ' -синглета, и их взаимное экранирование практически отсутствует (рис. 1, а).

Нескомпенсированность экспериментального и аналитического профилей ренийсодержащих сплавов ЖС47 и ЖС55 в двухкомпонентной версии из-за частичного или полного перекрытия синглетов выражена слабее и с уверенностью может быть зафиксирована только при значительном ($\Delta a \geq 0,2\%$) мисфите (рис. 1, б). Все же с большой долей вероятности можно утверждать, что указанный эффект существует и связан с легированием обоих сплавов рением.

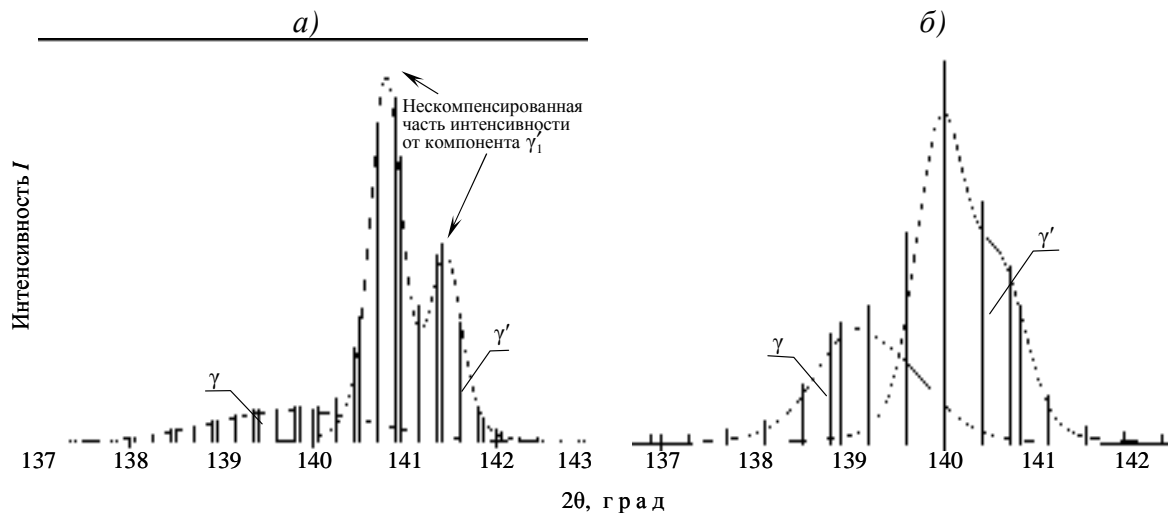


Рис. 1. Двухфазная версия (в программе «Outset») разложения (222) Fe K_{α} -рефлекса для сплава типа ВКНА-25 (а) и сплава типа ЖС (б)

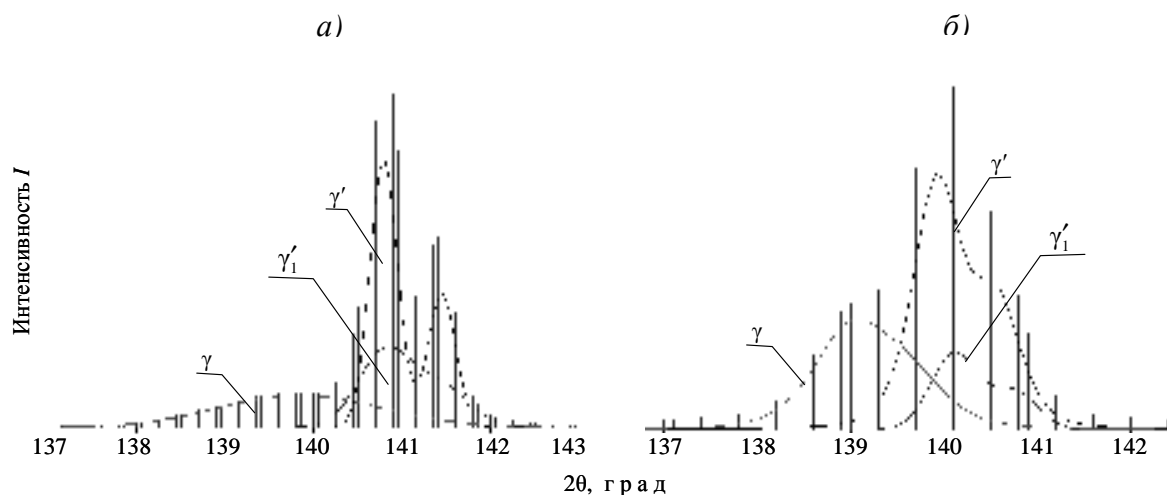


Рис. 2. Скомпенсированная трехфазная схема разложения (222) Fe K_{α} -рефлекса (программа «Outset») для сплава ВКНА (а) и для сплава типа ЖС (б)

В результате двухкомпонентная расчетная версия структурного (γ/γ')-агрегата указанных сплавов была заменена трехкомпонентной, т. е. предположено расслоение γ' -синглета на два, образованных наличием в сплаве двух фракций интерметаллида разного состава (рис. 2, а, б). Учет расслоения γ' -рефлекса существенно снизил несогласованность ординат экспериментального профиля и аналитической модели.

Одновременно внесена коррекция в расчет минимума квадратичной формы путем перехода к стандартному уровню записи интенсивности 1000 имп/с, используемому программой «Outset» при оценке адекватности экспериментального и аппроксимирующего профилей. Благодаря этому стал возможен выбор оптимальных операционных параметров анализа.

Так, для одного из образцов сплава ВКНА-25 определен минимум квадратичной формы (см. программу «Outset») для двух- и трехфазной версий разложения, приведенных к масштабу записи 1000 имп/с.

При реальном (фактическом) масштабе записи $M=290811$ имп/с и полученном при этом минимуме квадратичной формы $\Delta=29901$ (двухфазная версия), приведенный минимум квадратичной формы составляет:

$$\delta=(\Delta/M)\cdot 1000=(29901/290811)\cdot 1000=103;$$

для трехфазной версии, где $\Delta=19986$: $\delta=(19986/290811)\cdot 1000=69$.

При этом минимальные уровни адекватности моделей составляли 109 ± 15 и 104 ± 14 соответственно.

Таким образом, по минимуму квадратичной формы при условии адекватности выбранной модели разложения ($\delta=104\pm 14$) трехфазная версия дает результат почти в два раза (69 против 103) более корректный, чем двухфазная, хотя в данном примере обе версии формально имеют право на существование. Приведенный пример, тем не менее, служит дополняющим доказательством достоверности трехфазной трактовки субструктурного состояния сплавов указанного типа.

Физический смысл трехфазной версии, в настоящее время принятой авторами в практике идентификации фазовой структуры жаропрочных ренийсодержащих сплавов, – существование в них двух фракций γ' : интерметаллида различных составов. Выяснение их происхождения и роли в формировании свойств материала требует дальнейших комплексных исследований.

Результаты рентгеноструктурного анализа хорошо согласуются с результатами электронно-микроскопического исследования структуры вышеуказанных сплавов после испытаний на длительную прочность в интервале температур $1000\text{--}1150^\circ\text{C}$. Например, в процессе испытаний сплава ВКНА-25 как в головке, так и в рабочей части образцов наблюдаются следующие изменения: растворение эвтектики ($\gamma'+\beta$), уменьшение количества твердого раствора, вытягивание и сращивание частиц γ' -фазы (образование рафт-структуры), выделение ТПУ фаз.

С повышением температуры испытаний до $1100\text{--}1150^\circ\text{C}$ все указанные изменения происходят более интенсивно и имеют характерные особенности. В головке и рабочей части образцов под воздействием высокой температуры происходит сращивание, огрубление и частичное растворение частиц γ' -фазы. Прослойки твердого раствора становятся шире, и в них выделяется высокодисперсная фракция γ' -фазы (рис. 3 и 4).

Ширина прослоек и количество выделений растут с увеличением температуры и длительности испытаний (сравнить рис. 4, а и рис. 4, б, в, а также рис. 4, в и рис. 4, з). Надо отметить также, что при одинаковой длительности испытания (~ 1000 ч) величина вторичных выделений больше после испытаний при 1150°C (см. рис. 4, з), чем при температуре 1100°C (см. рис. 4, в).

Таким образом, в данной работе с помощью дифрактометрического и электронно-микроскопического методов установлено, что в процессе высокотемпературных испытаний в структуре материала появляются две фракции γ' -фазы, разные, очевидно, по химическому составу и размеру.

Дифрактометрическим методом показано, что для более корректной визуализации фазового состояния ренийсодержащих сплавов типа ВКНА и ЖС предпочтительна трехфазная версия разложения ($\gamma+\gamma'+\gamma'_1$) вместо двухфазной ($\gamma+\gamma'$).

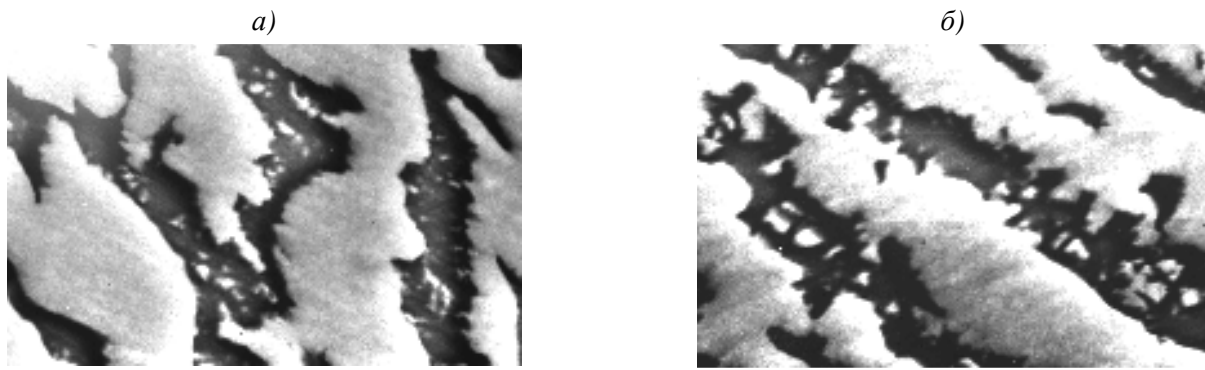


Рис. 3. Выделение высокодисперсной фракции γ' -фазы в прослойках твердого раствора ($\times 10000$) сплава ВКНА-25 после испытаний на длительную прочность при 1100°C , $\sigma=130$ МПа, $\tau=178$ ч (а) и при 1150°C , $\sigma=90$ МПа, $\tau=47,5$ ч (б)

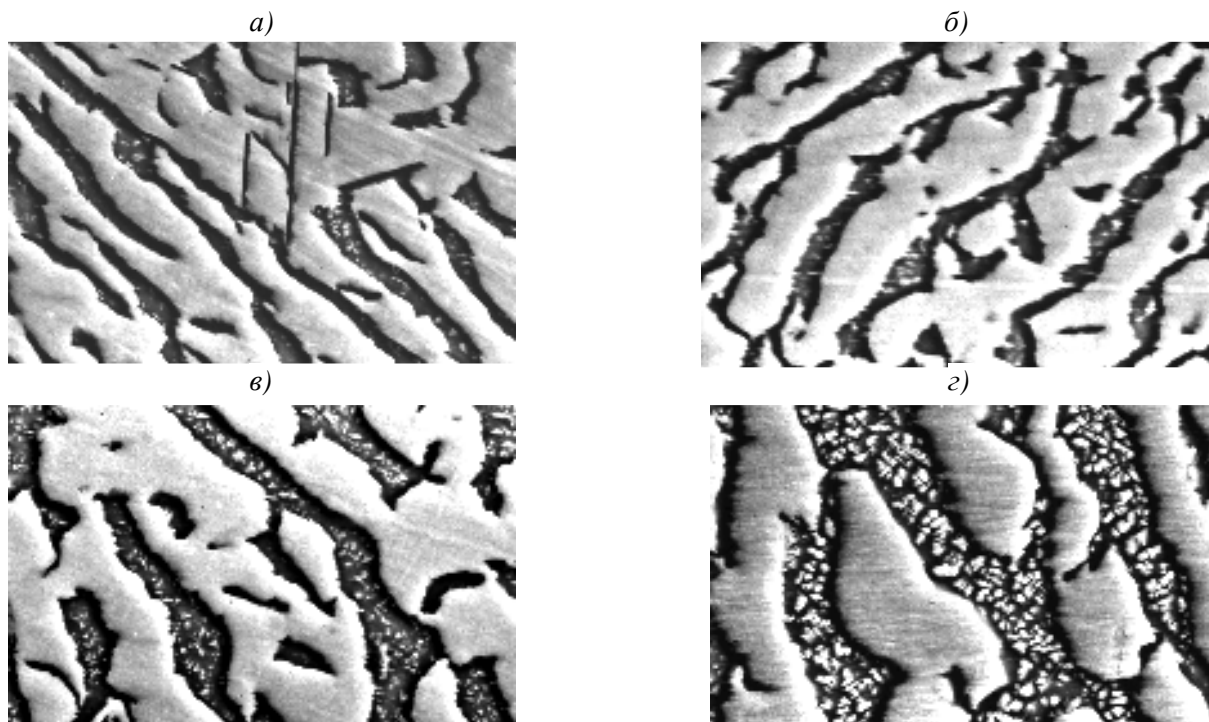


Рис. 4. Выделение высокодисперсной фракции γ' -фазы в прослойках твердого раствора ($\times 5000$) сплава ВКНА-25 после испытаний на длительную прочность при 1100°C , $\sigma=130$ МПа, $\tau=178$ ч (а); при 1100°C , $\sigma=130$ МПа, $\tau=230$ ч (б); при 1100°C , $\sigma=95$ МПа, $\tau=1034$ ч (в); при 1150°C , $\sigma=60$ МПа, $\tau=1066$ ч (г)

Переход на трехфазную версию снижает минимум квадратичной формы разложения экспериментального (γ/γ')-рефлекса более чем в 1,5 раза. Эффект этого снижения определяется величиной мисфита, который, в свою очередь, возрастает при наличии в сплаве рения.

Наличие в указанных сплавах второй фракции γ'_1 подтверждается электронно-микроскопическими исследованиями. Ее структура значительно более дисперсна, чем структура γ' .

Установлена связь между компонентами субструктуры фаз исследованных сплавов и режимами их эксплуатации.