

## **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 ( $\gamma/\gamma'$ )-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  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз в высокожаропрочных ренийсодержащих сплавах типа ВКНА и ЖС неоднократно отмечалось несовпадение экспериментального операционного профиля суммарного ( $\gamma/\gamma'$ )-рефлекса (в данном случае – (222) Fe  $K_{\alpha}$ ) 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  $\sim 100$ , минимум квадратичной формы может достигать  $\sim 30000$  – 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 ( $\gamma/\gamma'$ )-рефлекса не отвечает действительности.

Визуальным подтверждением некорректности этой версии, как отмечалось выше, является частичная (местная, со стороны  $\gamma'$ ) 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  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз), твердорастворный  $\gamma$ -синглет удален от соответствующего  $\gamma'$ -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.

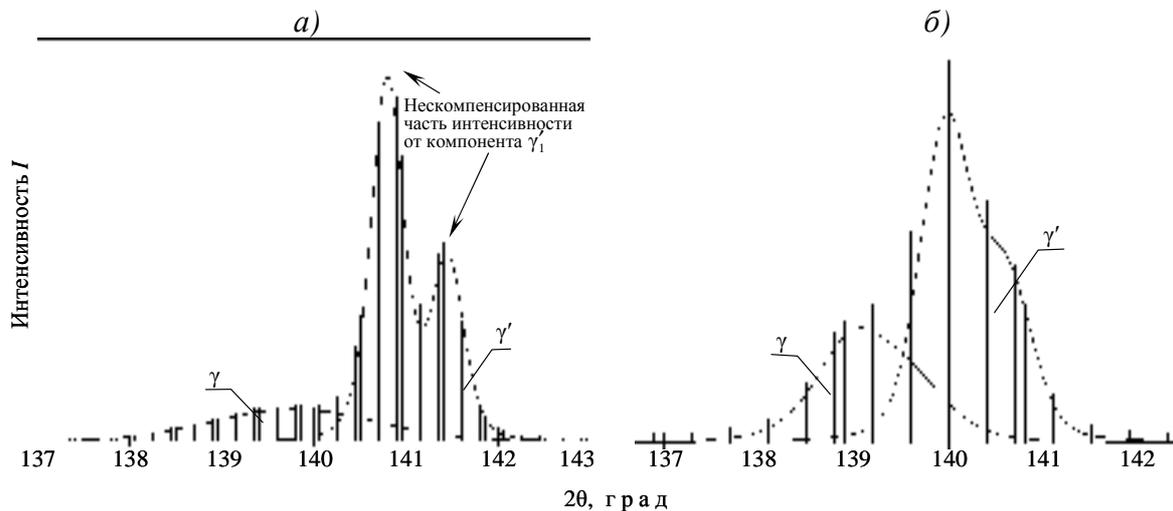


Рис. 1. Двухфазная версия (в программе «Outset») разложения  $(222)$  Fe  $K\alpha$ -рефлекса для сплава типа ВКНА-25 (а) и сплава типа ЖС (б)

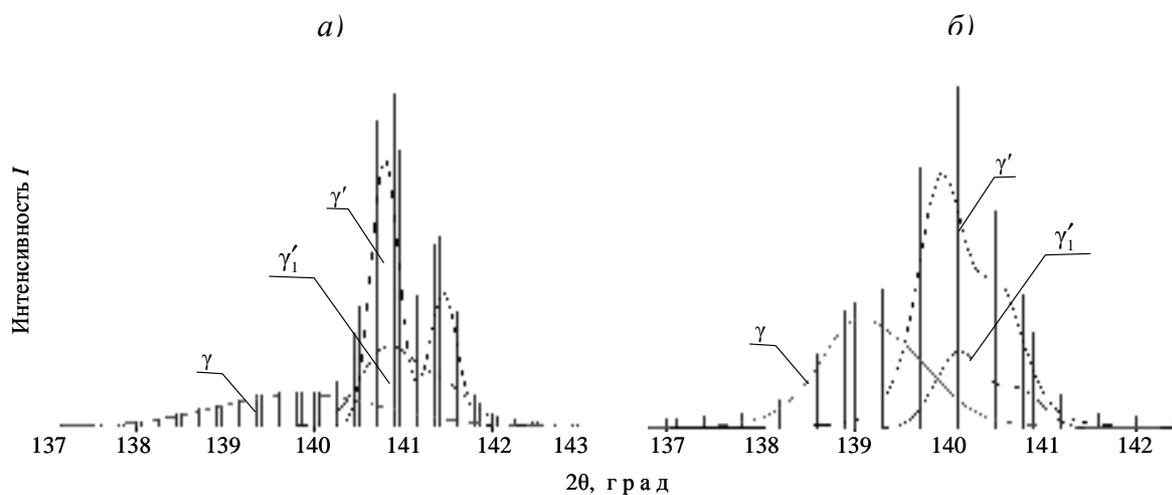


Рис. 2. Скомпенсированная трехфазная схема разложения  $(222)$  Fe  $K\alpha$ -рефлекса (программа «Outset») для сплава ВКНА (а) и для сплава типа ЖС (б)

В результате двухкомпонентная расчетная версия структурного ( $\gamma/\gamma'$ )-агрегата указанных сплавов была заменена трехкомпонентной, т. е. предположено расслоение  $\gamma'$ -синглета на два, образованных наличием в сплаве двух фракций интерметаллида разного состава (рис. 2, а, б). Учет расслоения  $\gamma'$ -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  $109\pm 15$  и  $104\pm 14$  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  $\gamma'$ : 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  $\gamma'$ -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  $\gamma'$ -фазы. Прослойки твердого раствора становятся шире, и в них выделяется высокодисперсная фракция  $\gamma'$ -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, г). Надо отметить также, что при одинаковой длительности испытания ( $\sim 1000$  ч) величина вторичных выделений больше после испытаний при  $1150^\circ\text{C}$  (см. рис. 4, г), чем при температуре  $1100^\circ\text{C}$  (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  $\gamma'$ -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 ( $\gamma+\gamma'$ ).

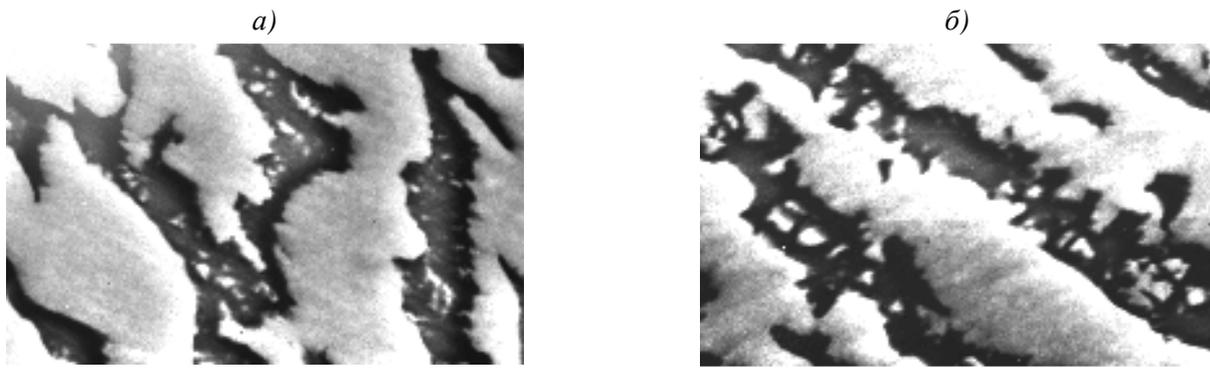


Рис. 3. Выделение высокодисперсной фракции  $\gamma'$ -фазы в прослойках твердого раствора ( $\times 10000$ ) сплава ВКНА-25 после испытаний на длительную прочность при  $1100^\circ\text{C}$ ,  $\sigma=130$  МПа,  $\tau=178$  ч (а) и при  $1150^\circ\text{C}$ ,  $\sigma=90$  МПа,  $\tau=47,5$  ч (б)

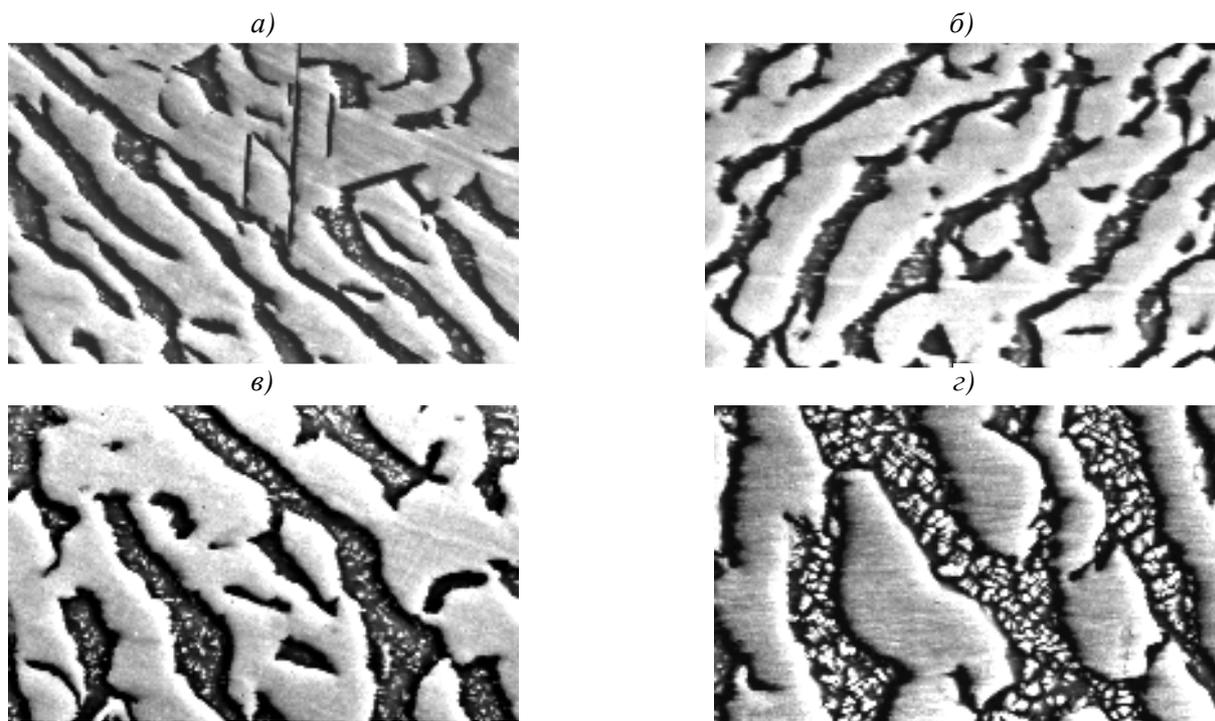


Рис. 4. Выделение высокодисперсной фракции  $\gamma'$ -фазы в прослойках твердого раствора ( $\times 5000$ ) сплава ВКНА-25 после испытаний на длительную прочность при  $1100^\circ\text{C}$ ,  $\sigma=130$  МПа,  $\tau=178$  ч (а); при  $1100^\circ\text{C}$ ,  $\sigma=130$  МПа,  $\tau=230$  ч (б); при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

Переход на трехфазную версию снижает минимум квадратичной формы разложения экспериментального ( $\gamma/\gamma'$ )-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  $\gamma'_1$  подтверждается электронно-микроскопическими исследованиями. Ее структура значительно более дисперсна, чем структура  $\gamma'$ .

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