

УДК 669.017.265:539.25

*Конева Н.А.<sup>1</sup>, Попова Н.А.<sup>1</sup>, Калашников М.П.<sup>2</sup>, Никоненко Е.Л.<sup>1</sup>,  
Федорищева М.В.<sup>2</sup>, Пасенова А.Д.<sup>3</sup>, Козлов Э.В.<sup>1</sup>*

## **ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРУ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Ni<sub>3</sub>Al, ЛЕГИРОВАННОГО БОРОМ И ГАФНИЕМ**

*Методами просвечивающей дифракционной электронной и растровой микроскопии и методом рентгеноструктурного анализа проведено исследование структуры деформированного при различных температурах (Т) сплава Ni<sub>3</sub>Al, легированного В и Hf. Сплав был приготовлен методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Исследования выполнены для степени деформации, соответствующей пределу текучести сплава (S<sub>0,2</sub>). Выбор температуры деформации определялся видом аномальной зависимости S<sub>0,2</sub> = f(T) исследуемого сплава, а именно: 20 и 590°С (до пика предела текучести), 760°С (вблизи пика предела текучести) и 1000°С (за пиком предела текучести). Изучена зеренная структура. Измерены параметр кристаллической решетки и степень дальнего атомного порядка. Определен фазовый состав сплава. Выявлено влияние легирования бором и гафнием на морфологию структуры сплава. Изучена дефектная структура, измерены плотность дислокаций и внутренние напряжения.*

*Ключевые слова: электронная микроскопия, температура деформации, зеренная структура, фазовый состав, параметр кристаллической решетки, степень дальнего атомного порядка, плотность дислокаций, внутренние напряжения.*

*It was studied a structure of deformed at different temperatures Ni<sub>3</sub>Al alloy doped by B and Hf. The alloy was produced by the method of self propagating synthesis. The research was carried out for deformation degree corresponding an yield point  $\sigma_{0,2}$  of the alloy. A choice of deformation temperature (T) was defined by a type of anomaly dependence  $\sigma_{0,2} = f(T)$  of the alloy namely: 20° and 590°С (before the yield point peak), 750°С (near the yield point peak) and 1000°С (after the yield point peak). Grain structure was studied. Crystal lattice parameter and long-range order degree were measured. Phase composition of the alloy was determined. Effect of B and Hf doping on a morphology of alloy structure was revealed. Defect structure was studied. Dislocation density and internal stress were measured.*

*Keywords: electron microscopy, deformation temperature, grain structure, phase composition, long-range order degree, dislocation density, internal stresses.*

### **Введение**

Одним из перспективных направлений в поиске металлических материалов, которые могут работать в экстремальных условиях, является создание сплавов, содержащих интерметаллидные фазы. Такие сплавы создаются часто на основе Ni и Al. Для получения интерметаллидов в настоящее время наряду с традиционными методами литья и порошковой металлургии используется метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1]. Эта технология имеет ряд преимуществ, но вносит свою специфику в фазовый состав и структуру материала [2, 3]. Поэтому перенести результаты исследований, полученные для литых интерметаллидов, на СВС-материалы не

представляется возможным. Данных о фазовом составе и тонкой структуре СВС-интерметаллидов мало. В полной мере это относится и к интерметаллиду Ni<sub>3</sub>Al, который наиболее широко используется в качестве основы для создания жаропрочных сплавов. Известно, что структура синтезированного под давлением из порошковой смеси чистых элементов интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al близка по своим интегральным характеристикам структуре интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, изготовленного традиционными методами литья. Она имеет близкие по значениям литому интерметаллиду параметр кристаллической решетки и равновесный параметр дальнего атомного порядка [4]. Также имеются сведения, что у интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, полученного методом СВС, наблюдается такая

же положительная аномальная температурная зависимость предела текучести [2], как у литых Ni<sub>3</sub>Al моно- [5-8] и поликристаллов [9-12]. Положительная аномальная температурная зависимость сохраняется и при легировании сплава, полученного как методом традиционного литья [8-10, 12], так и методом СВС [13, 14]. Установлено, что при легировании бором температурный интервал проявления аномальной температурной зависимости механических характеристик практически не меняется как в литых [5, 6, 12], так и в СВС [13] интерметаллидах Ni<sub>3</sub>Al. Добавка Hf к поликристаллическому Ni<sub>3</sub>Al, содержащему бор, смещает температуру максимума прочностных свойств в область более высоких температур [15-17]. Наибольший эффект получен на литых сплавах на основе Ni<sub>3</sub>Al нестехиометрического состава. Так, при легировании 1.5 ат.% Hf сплава (Ni – 23.5 ат.% Al – 0.2 ат.% В) температура максимума повысилась с 873 до 1143 К (с 600 до 873<sup>0</sup>С) [17]. Подобные данные для СВС-интерметаллидов на базе Ni<sub>3</sub>Al в литературе отсутствуют. Отсутствуют также данные о фазовом составе и тонкой структуре этого СВС-интерметаллида при легировании его бором и гафнием. Поэтому целью настоящей работы явилось исследование фазового состава и тонкой структуры деформи-

рованного при различных температурах СВС-интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, легированного В и Hf.

### 1. Материал и методика эксперимента

Материалом исследования являлись образцы интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, легированного бором и гафнием. Химический состав исследуемых сплавов и температуры деформации приведен в табл.1. Сплавы были синтезированы из порошковой смеси никеля с алюминием [4]. Для снятия механического наклепа и выравнивания по химическому составу образцы отжигались в вакууме при температуре 1200<sup>0</sup>С в течение 2 часов. Затем образцы подвергались деформации растяжением в вакууме 10<sup>-3</sup> Па со скоростью 2·10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>. Деформация сплава осуществлялась до разрыва образцов. Эта деформация фактически соответствовала пределу текучести, поэтому все исследования структуры проводились при степени деформации, соответствующей  $\sigma_{0.2}$ . Выбор температуры деформирования (см. табл.1) проводился в зависимости от температуры пикового значения предела течения. Согласно [14, 17], значения температур 20 и 590<sup>0</sup>С должны соответствовать аномальной зависимости  $\sigma_{0.2} = f(T)$  до пика предела текучести, 760<sup>0</sup>С – вблизи пика и 1000<sup>0</sup>С – далеко за пиком.

Таблица 1. Химический состав сплавов и температура деформации

Сплав	Содержание, ат.%				Температура деформации, Т <sup>0</sup> С
	Al	Ni	В	Hf	
Ni <sub>3</sub> Al	24.0	76.0	-	-	20
Ni <sub>3</sub> Al + В + Hf	22.5	75.5	0.5	1.5	20
Ni <sub>3</sub> Al + В + Hf	22.5	75.5	0.5	1.5	590
Ni <sub>3</sub> Al + В + Hf	22.5	75.5	0.5	1.5	760
Ni <sub>3</sub> Al + В + Hf	22.5	75.5	0.5	1.5	1000

Изучение структуры и фазового состава выполнялось двумя методами: 1) методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) на электронном микроскопе ЭМ-125К при ускоряющем напряжении 125 кВ и рабочем увеличении в колонне микроскопа 10000-50000 крат и 2) методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-3 при напряжении 30 кВ с автоматическим сканированием рентгеновского пучка в интервале углов 18-150 градусов в фильтрованном монохроматизированном Fe-K<sub>α</sub> излучении.

Изображения структуры материала, полученные при просмотре в электронном микроскопе, использовались для решения следующих

задач: 1) классификации структуры и установления фазового состава, 2) идентификации фаз, определения объемной доли фаз и размеров их частиц, а также мест их локализации. Для решения этих задач использовались изображения структуры совместно с соответствующими микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз. Третьей задачей метода ПЭМ было определение параметров тонкой структуры материала, а именно, скалярной  $\rho$  и избыточной  $\rho_{\pm}$  плотности дислокаций и амплитуды внутренних напряжений. Избыточная плотность дислокаций  $\rho_{\pm} = \rho_{+} - \rho_{-}$ , где  $\rho_{+}$  и  $\rho_{-}$  – плотность дислокаций разного знака [18].

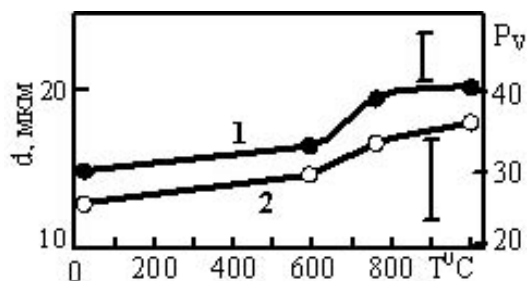
Методом РСА был определен фазовый состав сплавов, параметры кристаллической решетки и степень дальнего атомного порядка.

Образцы для исследования в электронном микроскопе готовили электролитической полировкой в электролите: 22% хлорной кислоты + 78% уксусной кислоты при плотности тока 1 А/мм<sup>2</sup> при комнатной температуре. Все количественные параметры структуры определяли по известным методикам [18-20].

## 2. Результаты и их обсуждение

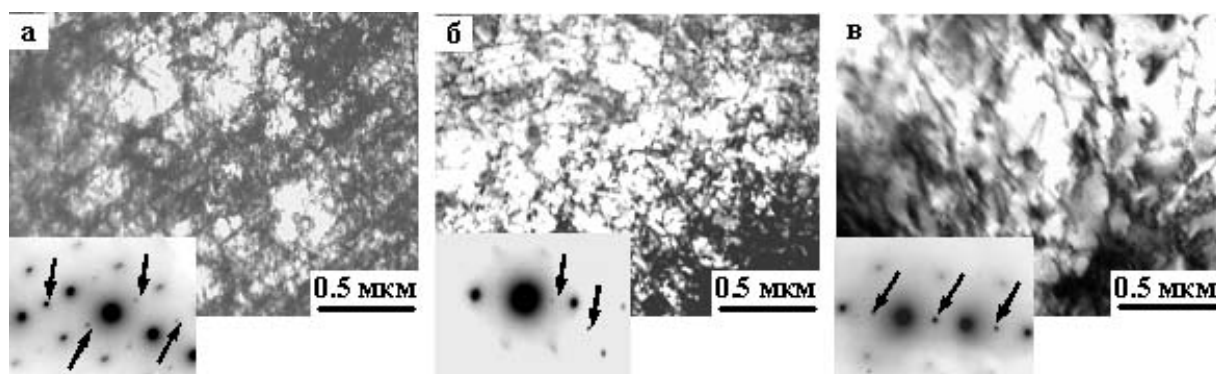
**Зеренная структура.** Ранее [21, 22] авторами установлено, что интерметаллид Ni<sub>3</sub>Al, изготовленный методом СВС, обладает поликристаллической структурой. Средний размер зерен составляет величину  $\langle d \rangle = 9,5$  мкм. Легирование бором и гафнием привело к существенному изменению зеренной структуры [22]. А именно: зеренная структура представляет собой группы крупных зерен, окруженные прослойками мелких зерен. Средний размер зерен увеличился до величины  $\langle d \rangle = 14,5$  мкм. При этом объемная доля мелких зерен составила 25% от общей доли зерен. Было установлено [22], что температура деформирования в интервале 20-1000<sup>0</sup>С легированного сплава не влияет на вид зеренной структуры, однако влияет на её параметры: размеры зерен обоих типов, а также средний размер зерен в сплаве возрастают (рис.1, кривая 1), возрастает и объемная доля мелких зерен (рис.1, кривая 2). Причем, как видно из рис.1, как увеличение среднего размера зерна, так и увеличение объемной доли мелких зерен наиболее интенсивно происходит в

температурном интервале 20-760<sup>0</sup>С, т.е. до пика на аномальной температурной зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$ . В интервале 760-1000<sup>0</sup>С эти параметры практически не изменяются.



**Рис.1.** Влияние температуры деформирования на средний размер зерна (1) и объемную долю мелких зерен (2) в СВС-интерметаллиде Ni<sub>3</sub>Al, легированном В и Нf

**Параметр кристаллической решетки и степень дальнего атомного порядка.** Проведенные методом РСА исследования показали, что СВС-интерметаллид Ni<sub>3</sub>Al, деформированный при 20<sup>0</sup>С, представляет собой хорошо упорядоченную  $\gamma'$ -фазу со сверхструктурой L1<sub>2</sub>. Степень дальнего атомного порядка ( $\eta$ ) близка к единице. Параметр кристаллической решетки  $a = 0.35650 \pm 0.00005$  нм. Полученные результаты хорошо совпадают с литературными данными [4]. Исследования, выполненные методом ПЭМ, также свидетельствует о высокой степени дальнего атомного порядка в этом сплаве: на микродифракционных картинах присутствуют яркие, четко выраженные сверхструктурные рефлексы (рис.2а).



**Рис.2.** Дислокационные структуры и их микродифракционные картины СВС-интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, деформированного при T = 20<sup>0</sup>С (а), и СВС-интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al, легированного элементами В и Нf и деформированного при T = 20<sup>0</sup>С (б) и T = 1000<sup>0</sup>С (в). Стрелками на микродифракционных картинах отмечены сверхструктурные рефлексы

Легирование бором и гафнием при температуре деформирования  $20^{\circ}C$  привело к следующим изменениям в структуре.

1. Несколько увеличился параметр кристаллической решетки ( $a = 0.35661 \pm 0.00005$  нм). Это и не удивительно. Во-первых, в сплав ввели бор. Размеры атомов бора малы ( $r_B = 0.097$  нм) по сравнению с атомами алюминия ( $r_{Al} = 0.143$  нм) и никеля ( $r_{Ni} = 0.125$  нм), поэтому бор не может быть элементом замещения в кристаллической решетке  $Ni_3Al$ . С другой стороны, его размеры велики, чтобы поместиться в междоузлия кристаллической решетки и оказаться элементом внедрения. Однако в литературе имеются работы [16, 17, 23], в которых утверждается, что бор является примесью внедрения. И тогда легирование интерметаллида  $Ni_3Al$  бором должно приводить к увеличению параметра его кристаллической решетки. Во-вторых, в сплав был введен гафний. С одной стороны, согласно данным [24-26], Hf преимущественно занимает узлы Al в кристаллической решетке  $Ni_3Al$ . И так как размеры атомов Hf несколько больше ( $r_{Hf} = 0.159$  нм), чем размеры атомов Al, то Hf должен увеличивать параметр кристаллической решетки  $Ni_3Al$ . С другой стороны, Hf является активным фазообразующим элементом, и поэтому в твердый раствор он может и не поступать. Все факты, перечисленные выше, нельзя не учитывать при трактовке полученных результатов.

2. Существенно уменьшилось значение параметра дальнего атомного порядка (до  $\eta = 0.53 \pm 0.05$ ). Это, прежде всего, связано с интенсивным фазообразованием в сплаве (подробнее будет обсуждаться ниже). Об уменьшении степени дальнего порядка можно судить и по микродифракционным картинам, полученным с легированного материала. На рис.2б представлены электронно-микроскопическое изображение структуры и его микродифракционная картина деформированного при  $20^{\circ}C$  СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$ . Сравнение с микродифракционной картиной, представленной на рис.2а показывает, что, во-первых, интенсивность сверхструктурных рефлексов существенно уменьшилась и, во-вторых, их число стало значительно меньше.

Увеличение температуры деформирования привело к увеличению параметра кристаллической решетки ( $a$ ) СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$  (рис.3, кривая 1). Причем, увеличение значения  $a$  наиболее интенсивно происходит в темпера-

турном интервале  $20-760^{\circ}C$ , т.е. до пика на аномальной температурной зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$ . В районе пика ( $760^{\circ}C$ ) значение параметра кристаллической решетки имеет максимальную величину, затем уменьшается. Изменение параметра дальнего атомного порядка при увеличении температуры деформирования также представлено на рис.3 (кривая 2). Видно, что до пика на зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$  значение  $\eta$  невелико ( $\sim 0.5$ ) и не изменяется. При  $T = 760^{\circ}C$  (в районе пика на аномальной температурной зависимости) значение  $\eta$  резко возрастает до  $\eta = 0.73 \pm 0.05$  и далее не изменяется. На увеличение  $\eta$  указывает и вид микродифракционных картин: увеличилась и интенсивность, и число сверхструктурных рефлексов (рис.2в).

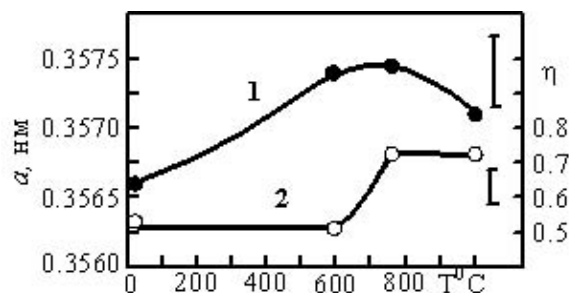


Рис.3. Влияние температуры деформирования на параметр кристаллической решетки  $a$  (кривая 1) и степень дальнего атомного порядка  $\eta$  (кривая 2) в СВС-интерметаллиде  $Ni_3Al$ , легированном В и Hf

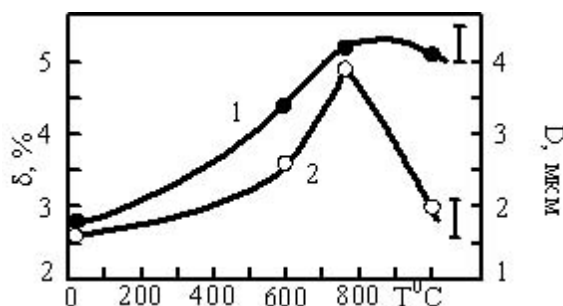
**Фазовый состав.** Ранее [21, 22] авторами было установлено, что деформированный при  $20^{\circ}C$  СВС-интерметаллид  $Ni_3Al$  является однофазным материалом – это упорядоченная  $\gamma'$ -фаза, обладающая сверхструктурой  $L1_2$ . Легирование элементами В и Hf привело к образованию набора фаз, обладающих различными кристаллическими решетками. Список обнаруженных фаз и их кристаллографические характеристики приведены в табл.2). Объемная доля вторичных фаз в зависимости от температуры деформации изменяется от  $\sim 3$  до  $\sim 5\%$  (рис.4, кривая 1) объема материала. Тем не менее, основной и преобладающей фазой, как и в СВС-интерметаллиде  $Ni_3Al$ , при всех температурах деформации остается упорядоченная  $\gamma'$ -фаза. Известно, что чем больше в сплаве образуется дополнительных фаз, тем меньше объемная доля  $\gamma'$ -фазы [27], а значит и ниже степень дальнего атомного порядка в сплаве [28]. Поэтому, фазообразование должно приводить к умень-

шению дальнего атомного порядка в сплаве. Это и наблюдается в исследуемом материале. А именно, при образовании даже небольшого количества новых фаз (при  $T = 20^{\circ}\text{C}$ ), степень

дальнего атомного порядка резко уменьшается до  $\eta = 0.53$ .

**Таблица 2.** Фазовый состав сплава  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированного бором и гафнием, и кристаллографические характеристики присутствующих фаз

Фазы	Тип кристаллической решетки	Пространственная группа	Параметр кристаллической решетки (нм)
$\text{Ni}_3\text{Al}$	кубическая	$\text{Pm}\bar{3}\text{m}$	$a = 3.572$
$\text{Al}_2\text{Hf}$	гексагональная	$\text{P6}_3/\text{mmc}$	$a = 5.241; c = 8.763$
$\text{AlHfNi}$	гексагональная	$\text{P}\bar{6}2\text{m}$	$a = 6.885; c = 3.419$
$\gamma\text{-AlB}_{12}$	орторомбическая	$\text{P}2_12_12$	$a = 16.560; b = 17.530; c = 10.160$
$\text{HfB}_{12}$	кубическая	$\text{Fd}\bar{3}\text{m}$	$a = 7.347$

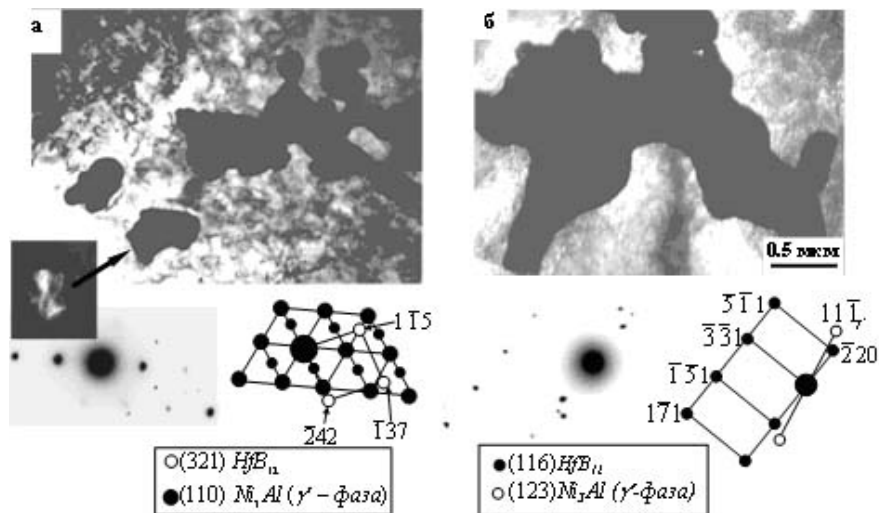


**Рис.4.** Влияние температуры деформирования на объемную долю фаз  $\delta$  (кривая 1) и размер групп из частиц различных фаз, образующих эти группы  $D$  (кривая 2) в СВС-интерметаллиде  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированном В и Hf

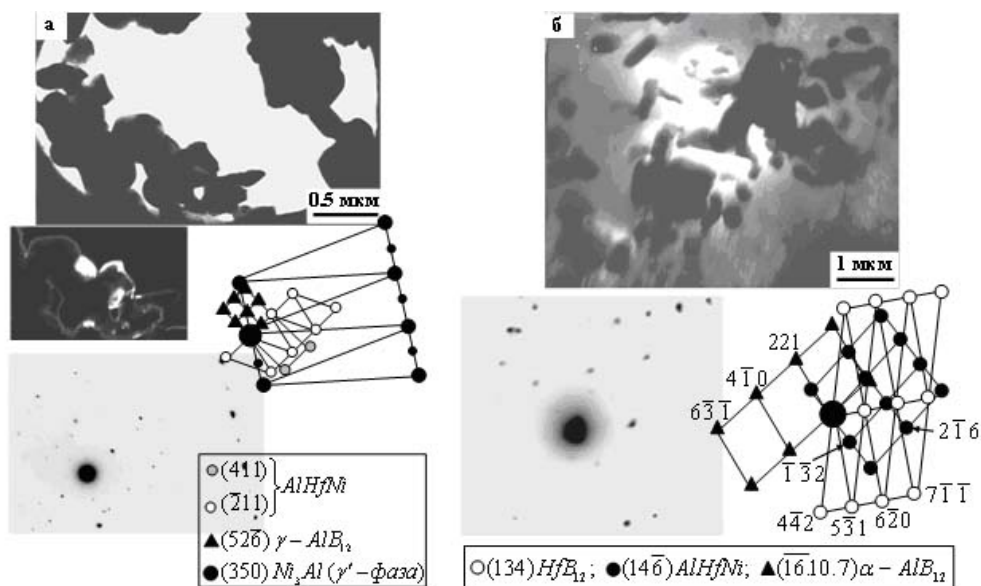
Как правило, все фазы присутствуют в сплаве в виде отдельных групп. В состав каждой такой группы входят либо частицы одной фазы, либо набор частиц различных фаз, присутствующих в сплаве. Примеры изображения таких участков материала совместно с их микродифракционными картинками и индцированными схемами представлены на рис.5 и 6. Было установлено, что частицы фазы  $\text{HfB}_{12}$  в сплаве, деформированном в интервале температур  $20\text{-}760^{\circ}\text{C}$ , образуют группы, в состав которых входят только частицы этой фазы (рис.5а). Средний размер частиц, входящих в такие группы, при  $T = 20^{\circ}\text{C}$  составляет  $0.2$  мкм. Увеличение температуры деформации до  $T = 760^{\circ}\text{C}$  приводит к срастанию частиц (рис.5б) и, как следствие, к резкому увеличению их размера (до  $2$  мкм). Кроме того, присутствуют группы частиц, в состав которых входит различный набор фаз. Такие примеры представлены на рис.6. Размеры частиц в таких группах при уве-

личении температуры деформации также увеличиваются в  $1,5\text{-}2$  раза. При этом изменяются и размеры групп (рис.4, кривая 2). Средний размер таких групп при температуре деформации  $20^{\circ}\text{C}$  составляет величину  $1.7 \pm 0.3$  мкм. Увеличение температуры деформации до пика на аномальной температурной зависимости (от  $20$  до  $590^{\circ}\text{C}$ ) приводит к некоторому увеличению размеров. В районе пика ( $760^{\circ}\text{C}$ ) размер групп резко возрастает до  $4 \pm 0.5$  мкм, затем (при  $T = 1000^{\circ}\text{C}$ ) их средний размер довольно резко уменьшается и становится равным  $2 \pm 0.5$  мкм. То есть за пиком температурной зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$  наблюдается рассыпание групп на отдельные частицы, что хорошо видно на рис.6б. При этом объемная доля вторичных фаз как при температуре деформации  $760^{\circ}\text{C}$ , так и при температуре  $1000^{\circ}\text{C}$  остается практически одинаковой ( $\sim 5\%$  объема материала, рис.4, кривая 1). Отметим, что при  $T = 1000^{\circ}\text{C}$  частицы фазы  $\text{HfB}_{12}$  не образуют собственных групп, а входят в состав групп, смешанных из разных фаз.

**Дислокационная структура.** Проведенные исследования показали, что дислокационная структура в деформированном при  $20^{\circ}\text{C}$  СВС-интерметаллиде  $\text{Ni}_3\text{Al}$  – сетчатая (рис.2а). Скалярная плотность дислокаций ( $\rho$ ) – относительно высокая. В среднем по материалу значение  $\rho$  составляет величину  $3.0 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Сформированная дислокационная структура, наряду со скалярной плотностью дислокаций, характеризуется высоким значением избыточной плотности дислокаций ( $1.5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ).



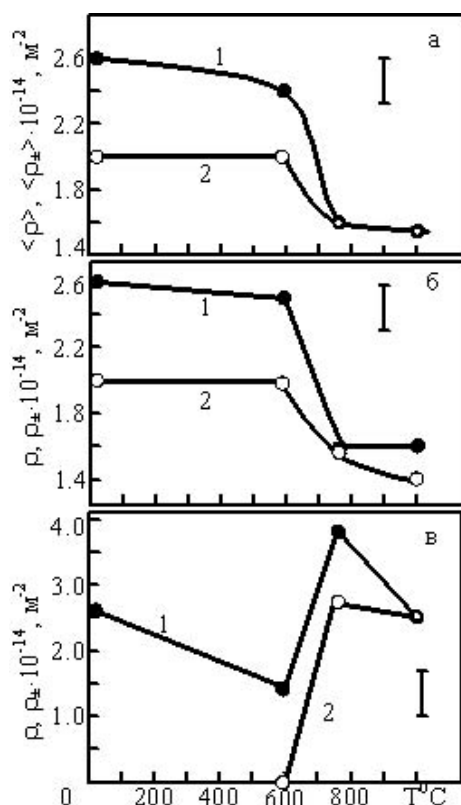
**Рис.5.** Изображения тонкой структуры СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$ , их микродифракционные картины и индцированные схемы и темнопольные изображения. Сплав легирован бором и гафнием: Группа частиц фазы  $HfB_{12}$  в зерне  $\gamma$ -фазы. Температура деформации  $20^{\circ}C$  (а) и  $760^{\circ}C$  (б)



**Рис.6.** Типичные изображения тонкой структуры СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$ , их микродифракционные картины и индцированные схемы и темнопольные изображения. Сплав легирован бором и гафнием. Присутствуют группы из частиц различных фаз. Температура деформации сплава  $20^{\circ}C$  (а),  $1000^{\circ}C$  (б)

Легирование бором и гафнием и последующая деформация при  $20^{\circ}C$  не изменяет тип субструктуры – по-прежнему, дислокационная структура остается сегчатой (рис.2б,в), однако величина  $\rho$  несколько уменьшается (в среднем по материалу до  $2.6 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) и, тем не менее, остается высокой. Избыточная плотность дислокаций в легированном сплаве также присутствует, причем её величина даже несколько больше, чем в СВС-интерметаллиде  $Ni_3Al$  ( $2.0 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ). Увеличение температуры деформирования приводит к сложному изменению

средних по материалу значений  $\rho$  и  $\rho_{\pm}$  (рис.7а). В температурном интервале до пика на зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$ , т.е. в интервале температур  $20-590^{\circ}C$ , как  $\langle \rho \rangle$ , так и  $\langle \rho_{\pm} \rangle$  сохраняют свои значения. При этом величина  $\langle \rho \rangle$  всегда остается больше, чем  $\langle \rho_{\pm} \rangle$ . В районе пика на температурной зависимости ( $760^{\circ}C$ ) наблюдается их резкое уменьшение так, что оказывается  $\langle \rho \rangle = \langle \rho_{\pm} \rangle$ . Далее это равенство сохраняется. Все сказанное следует из результатов, представленных на рис.7а.



**Рис.7.** Влияние температуры деформации на скалярную  $\rho$  (кривая 1) и избыточную  $\rho_{\pm}$  (кривая 2) плотность дислокаций в СВС-интерметаллиде  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированном В и Нf: а – в среднем по материалу; б – в зернах, свободных от частиц; в – в зернах с выделившимися частицами

Выше мы отмечали, что легирование СВС-интерметаллида привело к образованию вторичных фаз. Были измерены скалярная и избыточная плотности дислокаций отдельно в зернах  $\gamma$ -фазы, свободных от частиц, и в зернах, содержащих выделившиеся частицы. Полученные результаты представлены на рис.7б и 7в, соответственно. Из рис.7б видно, что в зернах, свободных от частиц, поведение  $\rho$  и  $\rho_{\pm}$  такое же, как и в среднем по материалу, но с той лишь разницей, что всегда выполняется условие  $\rho > \rho_{\pm}$ . В зернах, содержащих частицы, поведение  $\rho$  носит сложный характер, а избыточная плотность дислокаций в температурном интервале 20-590 $^{\circ}\text{C}$  отсутствует, т.е.  $\rho_{\pm} = 0$ . В области пика на температурной зависимости ( $T = 760^{\circ}\text{C}$ ) как  $\rho$ , так и  $\rho_{\pm}$  имеют максимальные значения и, тем не менее, выполняется условие  $\rho > \rho_{\pm}$ . За пиком на зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$ , т.е. при  $T = 1000^{\circ}\text{C}$ ,  $\rho = \rho_{\pm}$ .

**Внутренние напряжения.** Сформированная дислокационная структура в деформированном при 20 $^{\circ}\text{C}$  СВС-интерметаллиде  $\text{Ni}_3\text{Al}$

создает значительные внутренние напряжения. Высокие внутренние напряжения вызывает также избыточная плотность дислокаций. В работе было определено три вида напряжений [29-31]: 1) напряжение сдвига (поля напряжений, создаваемые дислокационной структурой), которое определяется по формуле [29, 30]:

$$s = m\alpha G b \sqrt{r}, \quad (1)$$

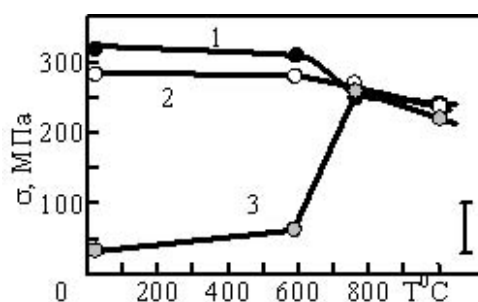
где  $m$  – фактор Шмида,  $\alpha = 0.05-1.0$  [32] (в зависимости от типа дислокационного ансамбля);  $G$  – модуль сдвига,  $b$  – вектор Бюргерса;  $r$  – скалярная плотность дислокаций; 2) моментные (или локальные) напряжения, возникающие в тех местах материала, в которых присутствует избыточная плотность дислокаций ( $\rho_{\pm}$ ), т.е. когда  $\rho_{\pm} \neq 0$ ; в этом случае [29, 30]:

$$s = m\alpha_c G b \sqrt{r_{\pm}}, \quad (2)$$

где  $\alpha_c = 1$  – коэффициент Струнина [33] и 3) напряжение растяжения-сжатия, которое определяется по формуле [31]:

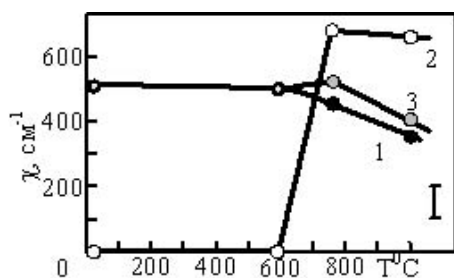
$$s = \Delta d/d E, \quad (3)$$

где  $E$  – модуль Юнга,  $\Delta d/d$  – микроискажение кристаллической решетки. Первые два вида напряжений определяются на основе результатов, полученных методом ПЭМ, третий вид – из результатов метода РСА. Отметим, что моментные напряжения (второй вид определяемых напряжений) идентифицируются по наличию в материале изгибных экстинкционных контуров [29]. Полученные результаты приведены на рис.8. Видно, что в температурном интервале 20-760 $^{\circ}\text{C}$  напряжения сдвига и моментные напряжения близки, напряжения растяжения-сжатия значительно ниже. В интервале температур 760-1000 $^{\circ}\text{C}$  все три типа напряжений равны.



**Рис.8.** Влияние температуры деформации на амплитуду средних по материалу внутренних напряжений ( $\sigma$ ) в СВС-интерметаллиде  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированном В и Нf: 1 – напряжение сдвига; 2 – моментные напряжения; 3 – напряжения растяжения-сжатия

Были выявлены источники внутренних напряжений. В деформированном СВС-интерметаллиде  $Ni_3Al$  источниками внутренних напряжений являются границы зерен  $\gamma'$ -фазы. Других источников в материале не обнаружено. В легированном интерметаллиде в температурном интервале 20-590<sup>0</sup>С источниками внутренних напряжений являются также только границы зерен  $\gamma'$ -фазы, а в интервале 760-1000<sup>0</sup>С наряду с границами зерен – еще и частицы, образующиеся при легировании. В таких местах материала амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  (рис.9, кривая 2) будет существенно выше, чем  $\chi$ , полученная от границ зерен (рис.9, кривая 1) и в среднем по материалу (рис.9, кривая 3), а моментные напряжения по величине будут превышать напряжения сдвига.



**Рис.9.** Влияние температуры деформации на амплитуду кривизны-кручения кристаллической решетки ( $\chi$ ) в СВС-интерметаллиде  $Ni_3Al$ , легированном В и Hf: 1 – от границ зерен; 2 – от частиц; 3 – в среднем по материалу

### Заключение

В работе установлено, что легирование СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$  бором и гафнием приводит к следующим изменениям: 1) вид зеренной структуры существенно изменяется: зеренная структура имеет вид групп крупных зерен, окруженных прослойками мелких зерен, средний размер зерен возрастает; 2) параметр кристаллической решетки возрастает, степень дальнего атомного порядка резко уменьшается; 3) легирование вызывает образование большого набора фаз; 4) легирование не изменяет тип субструктуры – дислокационная структура остается сетчатой, но изменяет её параметры: скалярная плотность дислокаций уменьшается, а избыточная возрастает. Увеличение температуры деформации приводит к изменению всех количественных параметров структуры, причем в области пика на аномальной температурной зависимости  $\sigma_{0,2} = f(T)$  ( $T = 760^0C$ ) изменения всех параметров наибольшие.

### Список используемой литературы

- Итин В.И., Найбороденко Ю.С. Высоко-температурный синтез интерметаллических соединений. Томск: издательство Томского университета, 1989. 212 с.
- Кашин О.А., Дударев Е.Ф., Итин В.И. и др. Структура и механические свойства образцов интерметаллида  $Ni_3Al$ , синтезированного из смеси порошков // Порошковая металлургия. 1987. №1. С. 71-74.
- Федорищева М.В., Любимой В.П., Овчаренко В.Е. и др. Состав и тонкая структура интерметаллида, полученного СВС методом // Порошковая металлургия. 1993. №6. С. 42-46.
- Федорищева М.В., Овчаренко В.Е., Иванов Ю.Ф. Особенности фазового состава и структуры интерметаллида  $Ni_3Al$ , полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза под давлением // Изв. вузов. Физика. 1995. №10. С. 76-80.
- Heredia F.E., Pope D.P. Effect of boron additions on Ha ductility and fracture behavior of  $Ni_3Al$  single crystals // Acta Mater. Metall. 1991. V.39. №8. P. 2017-2026.
- Kruml T., Martin J.L., Bonneville J. On the strengthening of  $Ni_3Al$  by hafnium additions // Phil. Mag. A. 2000. V.80. №7. P. 1545-1566.
- Гринберг Б.А., Иванов М.А. Интерметаллиды  $Ni_3Al$  и  $TiAl$ : микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург: Уро РАН, ИФМ. 2002. 359 с.
- Старенченко В.А., Соловьева Ю.В., Старенченко С.В., Ковалевская Т.А. Термическое и деформационное упрочнение монокристаллов сплавов со сверхструктурой  $L1_2$ . Томск: издательство НТЛ, 2006. 292 с.
- Аоки К., Идзуми О. Влияние элементов, образующих твердый раствор замещения на прочность интерметаллического соединения  $Ni_3Al$  при возрастании температуры // Нихон киндзоку гаккайси. 1975. т.39. №12. С. 1282-1289.
- Аоки К. и др. О пластичности интерметаллического соединения  $Ni_3Al$  // Нихон киндзоку гаккайси. 1977. т.41. №2. С. 170-175.
- Попов Л.Е., Терешко И.В., Барсанов В.И., Лунев В.Ф. Темпера-турно-скоростная зависимость механических свойств сплава  $Ni_3Al$  // Изв. вузов. Физика. 1971. №11. С. 107-113.
- Дударев Е.Ф., Бакач Г.П., Овчаренко В.Е. и др. Природа температурной зависимости пластичности поликристаллического интерметаллида  $Ni_3Al$  // Изв. вузов. Физика. 1994. №11. С. 80-89.



13. Бакач Г.П., Чубенко Т.Ю., Овчаренко В.Е. и др. Влияние хрома на структуру, прочность и пластичность СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$  // Изв. вузов. Физика. 1993. №6. С. 30-36.
14. Бакач Г.П., Дударев Е.Ф., Чубенко Т.Ю. и др. Влияние бора на низкотемпературную пластичность и механизм разрушения СВС-интерметаллида  $Ni_3Al$  // Изв. вузов. Физика. 1993. №12. С. 47-53.
15. Schulson E.M., Weihs T.P., Baker I. et al. Boron-induced grain boundary accommodation of slip in  $Ni_3Al$  // Scripta Met. 1985. V.19. №12. P. 1497-1498.
16. Schulson E.M., Weihs T.P., Baker I. et al. Grain boundary accommodation of slip in  $Ni_3Al$  containing boron // Acta Met. 1986. V.34. №7. P. 1395-1399.
17. Schulson E.M. Properties and potential applications of intermetallic compounds produced from powders // Int. Journal Powder Met. 1987. V.23. №1. P. 25-32.
18. Конева Н.А., Козлов Э.В. Природа субструктурного упрочнения // Изв. вузов. Физика. 1982. №8. С. 3-14.
19. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968. 574 с.
20. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970. 376 с.
21. Конева Н.А., Попова Н.А., Калашников М.П. и др. Влияние легирования бором на фазовый состав и дефектную структуру интерметаллида  $Ni_3Al$  // Изв. РАН. Серия физическая. 2012. т.76. №7. С. 844-847.
22. Пасенова А.Д., Попова Н.А., Калашников М.П. и др. Влияние легирования бором и гафнием на зеренную структуру и фазовый состав интерметаллида  $Ni_3Al$  // «Перспективы развития фундаментальных наук». (Электронный ресурс). Труды IX Международной конференции студентов и молодых ученых. Томск: Национальный Исследовательский Томский политехнический университет, 2012. С. 172-174.
23. Stoloff N.S. Physical and mechanical metallurgy of  $Ni_3Al$  and its alloys // Inter. Mater. Rev. 1989. V.34. №4. P. 153-170.
24. Козлов Э.В., Никоненко Е.Л., Попова Н.А., Конева Н.А. Роль основных элементов и фаз в современных Ni-суперсплавах // «Упорядочение в металлах и сплавах» ОМА-11. Т.1. Труды 9-го Международного симпозиума. Ростов н/Д: издательство РГПУ, 2006. С. 242-245.
25. Козлов Э.В., Федорищева М.В., Никоненко Е.Л., Конева Н.А. Роль третьего компонента в упрочнении фазы  $Ni_3Al$  // «Упорядочение в минералах и сплавах» ОМА-9. Ч.1. Труды 11-го Международного симпозиума. Ростов н/Д: издательство СКНЦ ВШ ЮФУ АПСН, 2008. С. 258-261.
26. Колобов Ю.Р., Каблов Е.Н., Козлов Э.В. и др. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением. М.: Издательский Дом МИСиС, 2008. 328 с.
27. Козлов Э.В., Никоненко Е.Л., Конева Н.А. и др. Влияние содержания Re на структуру и фазовый состав сплавов Ni-Al // Изв. РАН. Серия физическая. 2005. т.69. №7. С. 997-1001.
28. Козлов Э.В., Коновалова Е.В., Никоненко Е.Л. и др. Влияние длительного упорядочивания на фазовый состав и структуру сплава Ni-Al-Cr-Me // Изв. РАН. Серия физическая. 2004. т.68. №5. С. 632-635.
29. Козлов Э.В., Конева Н.А. Природа упрочнения металлических материалов // Изв. вузов. Физика 2002. №3 (приложение). С. 52-71.
30. Конева Н.А., Козлов Э.В. Перспективные материалы (учебное пособие) / Под ред. Д.Л. Мерсона. Тула: ТГУ, МИСиС, 2006. 267 с.
31. Уманский Я.С. Рентгенография металлов. М.: Металлургия, 1967. 234 с.
32. Конева Н.А., Козлов Э.В. Физика субструктурного упрочнения // Вестник ТГАСУ, 1999. №1. С. 21-35.
33. Струнин Б.Н. О распределение внутренних напряжений при случайном расположении дислокаций // ФТТ. 1967. т.9. №3. С. 805-812.

<sup>1</sup>Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия.

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия.

<sup>3</sup>Томский государственный университет, Томск, Россия.

Подписано в печать 27.08.13.

#### Сведения об авторах

- Конева Нина Александровна, д.ф.-м.н., профессор ТГАСУ, koneva@tsuab.ru  
 Попова Наталья Анатольевна, к.т.н., с.н.с. ТГАСУ, тел. (3842) 65-42-65  
 Калашников Марк Петрович, инженер ИПМ СО РАН, тел. (3842) 28-68-76  
 Никоненко Елена Леонидовна, ст. преподаватель ТГАСУ, тел. (3842) 65-42-65  
 Федорищева Марина Владимировна, к.ф.-м.н., с.н.с. ИПМ СО РАН, тел. (3842) 28-68-76  
 Пасенова Ангелина Джамаловна, студентка ТГУ.  
 Козлов Эдуард Викторович, д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой ТГАСУ, kozlov@tsuab.ru