

PACS: 61.12.Ex, 61.16.Bg

Б.А. Гринберг<sup>1</sup>, Н.В. Казанцева<sup>1</sup>, Е.В. Шорохов<sup>2</sup>, А.Н. Пирогов<sup>1</sup>,  
Ю.А. Дорофеев<sup>1</sup>

## НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКОЕ И ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НИКЕЛЕВОМ СУПЕРСПЛАВЕ ПОСЛЕ УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ

<sup>1</sup>Институт физики металлов УрО РАН  
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620219, Россия

<sup>2</sup>Российский Федеральный Ядерный Центр им. Академика Е.И. Забабахина –  
Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики  
г. Снежинск, 456770, Челябинская обл., Россия

*Методами нейтронографии и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с высоким разрешением в образцах жаропрочного никелевого суперсплава (90%  $\gamma'$ -фазы) после ударно-волнового нагружения обнаружено фазовое превращение исходной  $\gamma'$ -фазы ( $L1_2$ ) в метастабильную длиннопериодную тетрагональную фазу  $DO_{22}$ , имеющую строгую ориентацию по базису фазы  $L1_2$ . При повышении давления количество фазы  $DO_{22}$  увеличивается. После нагружения 100 GPa большие области фазы  $DO_{22}$  с тонкими механическими микродвойниками наблюдаются вблизи трещин.*

### Введение

Жаропрочные никелевые суперсплавы работают в условиях сложнопяпряженного состояния, характеризующегося постоянными изменениями величины и знака нагрузок. Основной упрочняющей фазой жаропрочных сплавов на никелевой основе является  $\gamma'$ -фаза ( $Ni_3Al$ ,  $Pt_3M$ ,  $L1_2$ ), поэтому ее структура и состав существенно влияют на жаропрочность. Эта фаза интересна тем, что обладает аномальной зависимостью предела текучести от температуры. В настоящее время существует модель, объясняющая аномальное изменение предела текучести  $\gamma'$ -фазы с повышением температуры вследствие термически активированного превращения скользящих сверхдислокаций в барьеры [1–3]. В модели, предложенной Сузуки [4], происхождение температурной аномалии предела текучести связывается с неустойчивостью кубической решетки  $L1_2$  относительно превращений в длиннопериодную тетрагональную фазу  $DO_{22}$ . Последнюю можно получить из  $L1_2$

путем введения параллельных антифазных границ с направлением вектора смещения  $1/2 \langle 110 \rangle$  в каждую  $M$ -кубическую плоскость вдоль оси куба  $L1_2$ . Модулированная структура  $DO_{22}$  образуется при  $M = 1$  [5]. Присутствие фазы с тетрагональной длиннопериодной структурой  $DO_{22}$  наряду с кубическими  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фазами было обнаружено при сильной деформации холодной прокаткой никелевых суперсплавов,  $Ni_3Al$  стехиометрического состава или состава, близкого к стехиометрии [6–8].

Целью данной работы является исследование фазовых превращений в никелевом суперсплаве, содержащем 90%  $\gamma'$ -фазы, после сильной деформации в ударных волнах.

## 2. Техника эксперимента

Исследования проводили на монокристаллах никелевого суперсплава типа ВКНА-4У с ориентацией [001], выращенного из расплава по методу Бриджмена. В исходном состоянии сплав состоял из 90%  $\gamma'$ -фазы (интерметаллид  $Ni_3Al$ , упорядоченный по типу  $L1_2$ ) и 10%  $\gamma$ -фазы (ГЦК-твердый раствор на основе никеля). Образцы были приготовлены в форме дисков диаметром 20 mm и толщиной 4 и 2 mm.

Ударно-волновое нагружение образцов проводили в течение 1  $\mu$ s: 1) торможением на преграде продуктов взрыва (максимальное давление на поверхности образцов 20 GPa) и 2) ударом стальной пластины (максимальное давление – 100 GPa).

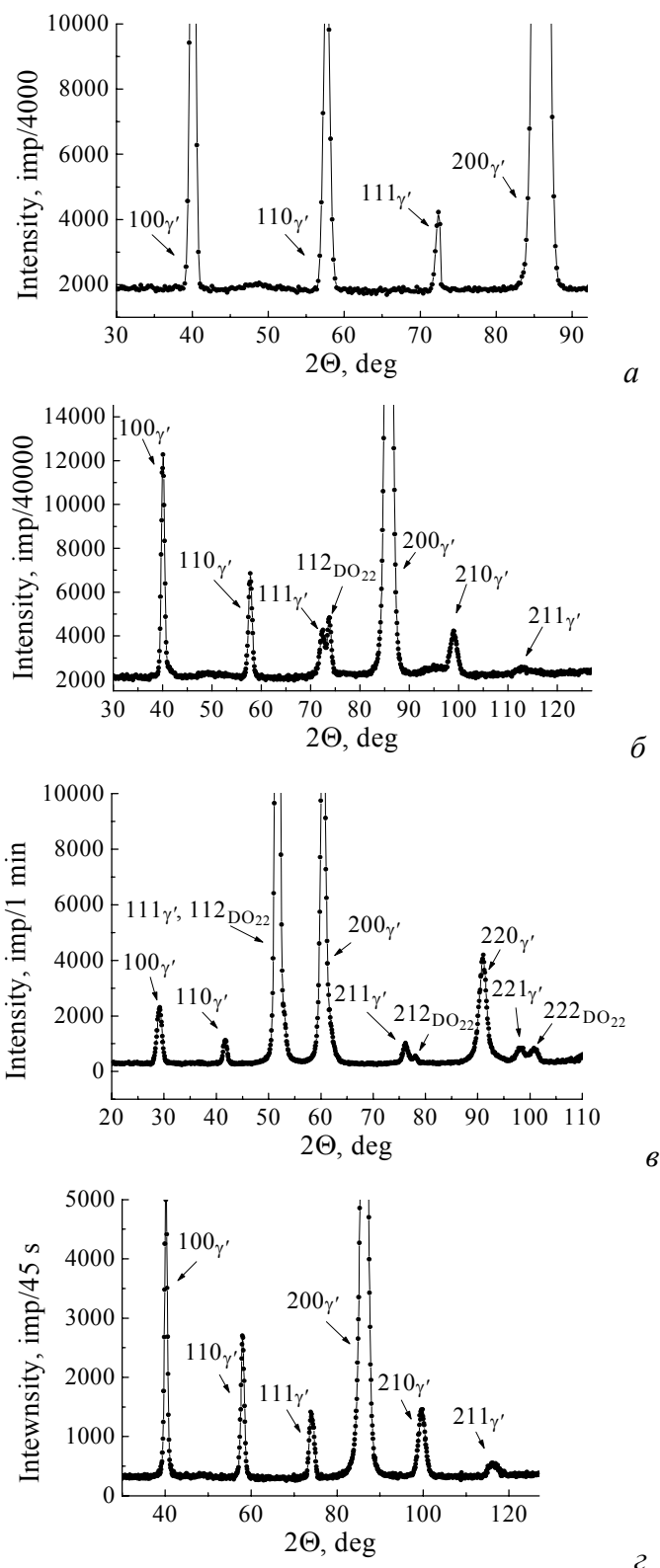
Нейтроннографические исследования осуществляли на двух дифрактометрах Д2 и Д3 с длинами волн соответственно  $\lambda = 0.1805$  nm и  $\lambda = 0.24232$  nm, установленных на горизонтальных пучках реактора ИВВ-2М, при температуре 20°C. Используемый в работе метод съемки монолитного образца в режиме вращения позволяет получить отражения от монокристаллического образца как от поликристалла. Обработку результатов проводили с использованием программ Microcal Origin 5.0, Excel и Carine Crystallography 3.1.

ПЭМ-анализ был выполнен с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-200СХ.

## 3. Результаты и обсуждение

**Нейтроннография.** Исходный образец вращали вокруг вертикальной оси [001] со скоростью 2 rev/min. Нейтроннограмма исходного образца приведена на рис. 1,а и содержит только линии  $\gamma'$ -фазы.

Съемку образца 1 выполняли при такой же ориентации, как и в исходном состоянии: ось [001] устанавливали горизонтально и вращение образца производили вокруг вертикальной оси. На нейтроннограмме (рис. 1,б) рядом с линией (111), принадлежащей  $\gamma'$ -фазе, можно видеть еще одну дополнительную линию, положение которой совпадает с положением самой сильной линии фазы  $DO_{22}$ .



**Рис. 1.** Нейтронограммы никелевого суперсплава: *a* – исходный образец; *б* – образец 1 (20 GPa); *в, г* – образец 2 (100 GPa). Ось [001] образцов размещали горизонтально (*a, б, в*) и вертикально (*г*); вращение образцов производили вокруг вертикальной оси;  $\lambda = 0.2432$  nm (*a, б, г*) и  $\lambda = 0.1805$  nm (*в*);  $T = 20^\circ\text{C}$

Исследование образца 2 было выполнено двумя способами: ось [001] устанавливали 1) горизонтально и 2) вертикально, после чего вращение образца производили вокруг вертикальной оси.

На полученных нейтронограммах было обнаружено, что смена ориентации образца существенно влияет на положение линий на нейтронограмме: когда ось [001] образца устанавливали горизонтально и вращение образца производили вокруг вертикальной оси (как в случае исходного состояния), то на нейтронограмме могли видеть появление дополнительных линий, не принадлежащих  $\gamma'$ -фазе, в случае, когда ось [001] была ориентирована вертикально, линии новой фазы не наблюдали (рис. 1, б, г). Это может свидетельствовать о строгой и определенной ориентации решетки новой фазы относительно решетки  $\gamma'$ -фазы, а именно – о совпадении (или очень близких значениях) в одном параметре и о различии – в другом.

Положение линий и характер их появления при смене ориентации образца позволяют рассматривать эти дополнительные линии как линии фазы  $DO_{22}$ , имеющей тетрагональную решетку, ориентированную по базису с решеткой  $\gamma'$ -фазы. Один параметр решетки  $DO_{22}$  близок к параметру кубической фазы, а второй – к удвоенному параметру решетки кубической  $\gamma'$ -фазы. Также следует обратить внимание на сильное снижение интенсивности линии  $(100)_{\gamma'}$ . Такое изменение интенсивности можно сопоставить либо с понижением степени дальнего порядка  $\gamma'$ -фазы, либо с образованием фазы  $DO_{22}$ . Авторы работы [9] обнаружили, что расчет степени дальнего порядка по различным парам линий – структурной и сверхструктурной (соответственно  $(100)$  и  $(200)$ ;  $(110)$  и  $(220)$ ) – приводит к сильному расхождению в результатах, что, по мнению авторов, соответствует фазовому переходу  $L1_2 \rightarrow DO_{22}$ , а не  $L1_2 \rightarrow A1$  (разупорядоченная  $\gamma'$ -фаза).

**ПЭМ с высоким разрешением.** Структура монокристалла в исходном состоянии состояла из кубоидов  $\gamma'$ -фазы и эвтектики  $\gamma/\gamma'$ , окаймляющей кубоиды (рис. 2), параметр решетки  $\gamma'$  составил  $a = 0.3572 \text{ nm}$ .

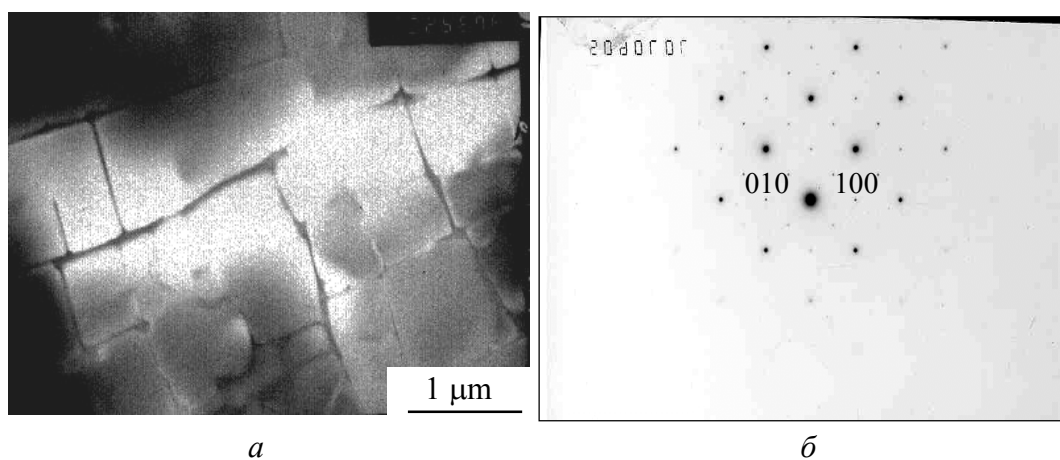
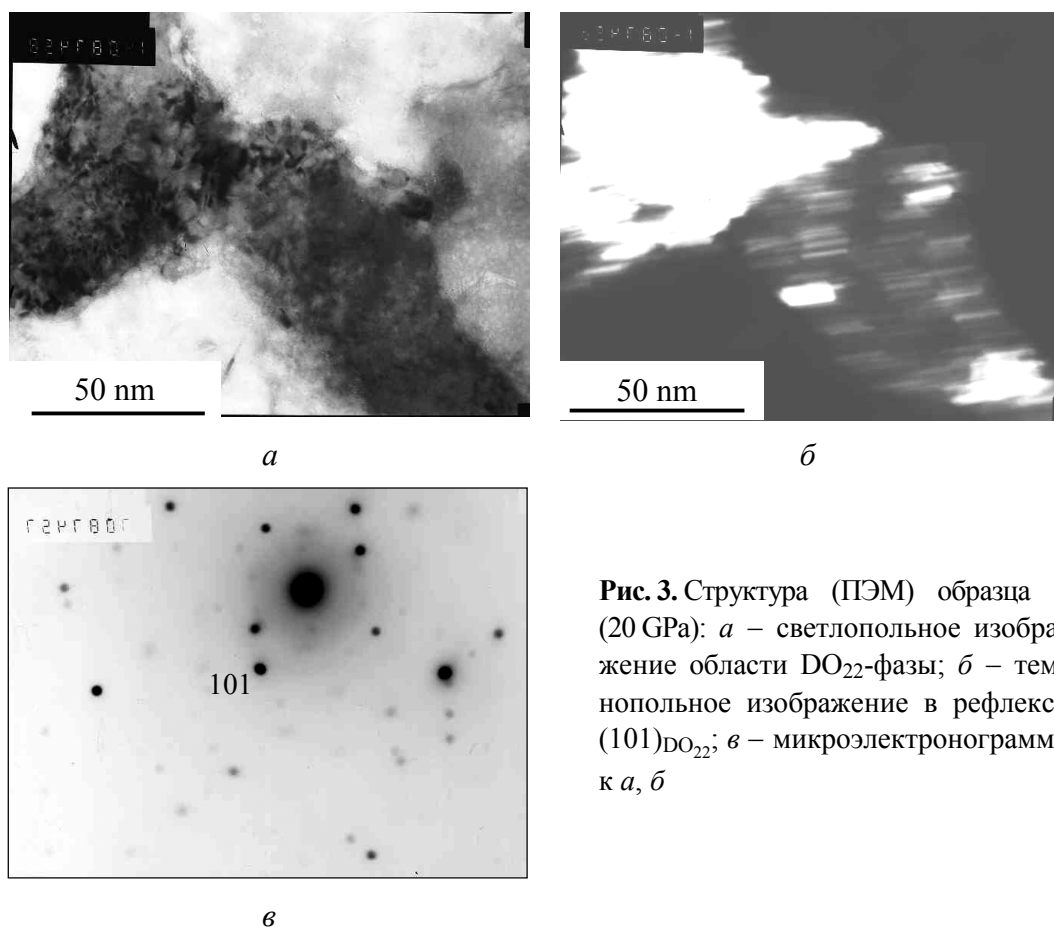


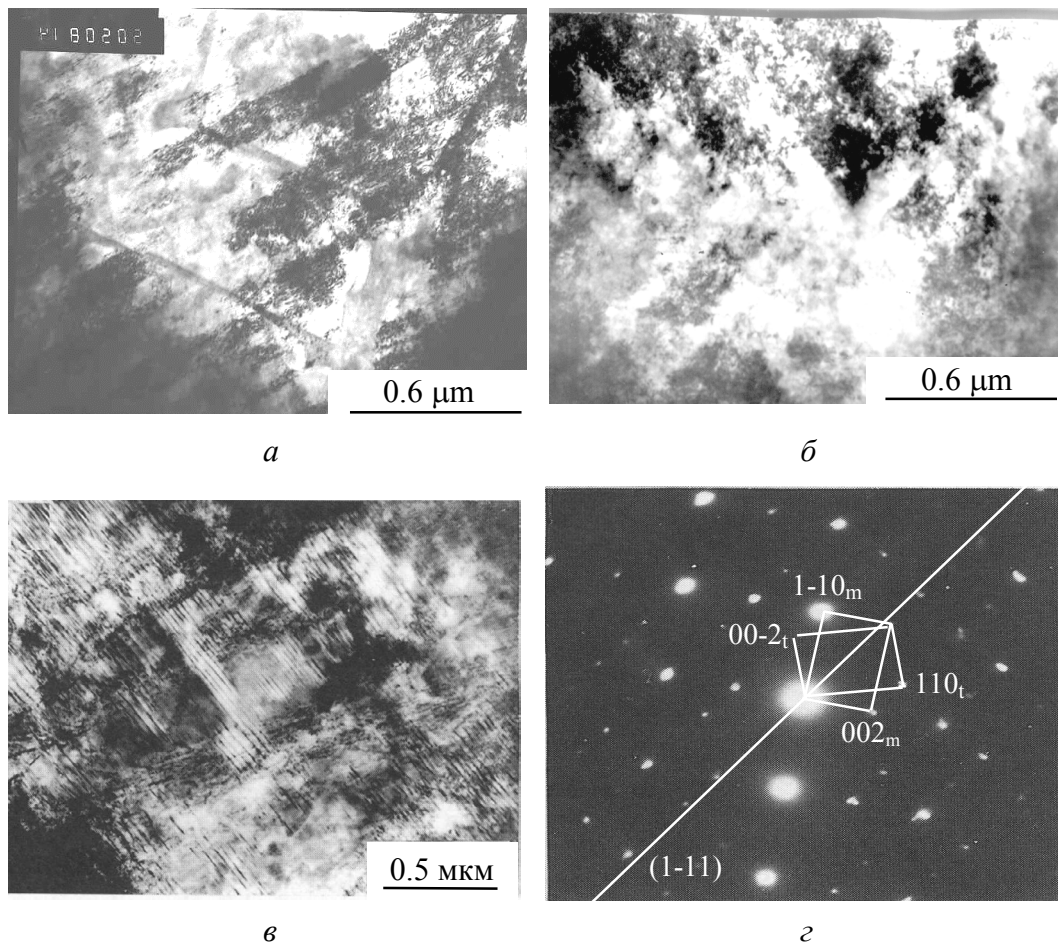
Рис. 2. Структура (ПЭМ) исходного образца: а – темнопольное изображение в рефлексе  $\gamma'$ -фазы; б – микроэлектронграмма к а, ось зоны [001]



**Рис. 3.** Структура (ПЭМ) образца 1 (20 GPa): *a* – светлопольное изображение области  $DO_{22}$ -фазы; *б* – темнопольное изображение в рефлексе  $(101)_{DO_{22}}$ ; *в* – микроэлектронграмма к *a, б*

После ударного нагружения нам не удалось обнаружить больших областей разупорядоченной  $\gamma(Fm3m)$ -фазы. Структура сплава 2 остается практически без изменений, можно наблюдать лишь повышенную плотность дислокаций. Однако при индиферировании микродифракций было обнаружено присутствие ближних точечных рефлексов, не совпадающих с отражениями кубической фазы и соответствующих отражениям от плоскостей  $(101)_{DO_{22}}$  (рис. 3).

После сильной (100 GPa) деформации в ударных волнах можно видеть образование двух вариантов полос разориентации, проходящих сквозь границы исходных кубоидов (рис. 4, *a, б*). Также в структуре сплава присутствует большое количество хрупких трещин, вблизи которых обнаружены области с микродвойниками (рис. 4, *в, г*). Расшифровка электронограмм с двойниковых областей позволяет утверждать, что это области  $DO_{22}$ -фазы. В структуре  $DO_{22}$  обнаружено два типа микродвойников, отличающиеся плоскостью двойникования: двойники превращения – микродомены, находящиеся в двойниковой ориентации и образующиеся при высокотемпературном фазовом превращении, и деформационные (механические) двойники [10]. Характер расположения двойниковых рефлексов в сплаве после ударного



**Рис. 4.** Структура (ПЭМ) образца 2 (100 GPa): *a, б* – полосы разориентации; *в* – микродвойники в  $DO_{22}$ ; *г* – микроэлектронграмма к *в*, ось зоны  $[110]_{DO_{22}}$  нагружения свидетельствует, что области с микродвойниками представляют собой механические двойники  $DO_{22}$ -фазы.

### Выводы

Сильная деформация играет особую роль в описании фазовых превращений сдвигового типа. В условиях сильной деформации и при отсутствии температурных эффектов метастабильные области новой фазы сдвигового типа получают возможность роста. При этом возникающие наноразмерные области такой фазы, оказывающие существенное влияние на свойства исходного материала, могут и не фиксироваться обычными методами, для этого требуются более точные методы исследования, например нейтронография или электронная микроскопия с высоким разрешением. Причиной появления таких метастабильных фаз может быть последовательное накопление линейных дефектов (дислокаций) в процессе сильной деформации, движение которых создает различные дефекты упаковки в соседних атомных слоях. Доказательством этого может служить обнаруженное при сильной деформации в ударных волнах никелевого суперсплава фазовое превращение

$\gamma'$ -фазы ( $L1_2$ ) в длиннопериодную структуру  $DO_{22}$ , кристаллическую решетку которой можно получить посредством введения в кубическую решетку дефекта упаковки.

Работа выполнена при финансовой поддержке: Программы «Национальная технологическая база» № 454-2002/33-02; Российского фонда фундаментальных исследований—Урал № 04-03-96008; РФФИ № 03-02-16315.

1. P.H. Tornton, R.G. Davies, T.L. Johnston, Met. Trans. **A1**, 207 (1970).
2. K. Aoki, O. Izumi, Trans. JIM. **19**, 203 (1978).
3. C. Lall, S. Chin, D.P. Pope, Met. Trans. **A10**, 1323 (1979).
4. D.M. Wee, T. Suzuki, Trans. JIM **20**, 634 (1979).
5. M. Yamaguchi, Y. Umakoshi, The deformation behavior of intermetallic superlattice compounds **34**, 1 (1990).
6. B. Bhattacharya, R.K. Ray, Met. Trans. **A31**, 3001 (2000).
7. B. Bhattacharya, Ray, Met. Trans. **A31**, 3011 (2000).
8. Sandip Ghosh Chowdhury, R.K. Ray, A.K. Jena, Scripta Met. Mater. **32**, 1501 (1995).
9. R. Ramesh, R. Vasudevan, B. Pahiraj, B.H. Kolster, J. Mater. Sci. **27**, 270 (1992).
10. J.B. Singh, M. Sundaraman, P. Mukhopadhyay, Phil. Mag. **A80**, 1983 (2000).

B.A. Grinberg, N.V. Kazantseva, E.V. Shorokhov, A.N. Pyrogov, Yu.A. Dorofeyev

## NEUTRON DIFFRACTION AND ELECTRON MICROSCOPY INVESTIGATION OF PHASE TRANSFORMATIONS IN NICKEL SUPERALLOY AFTER SHOCK WAVE LOADING

By the methods of neutron diffraction analysis and high-resolution transmission electron microscopy (TEM), the phase transformation of initial  $\gamma'$  ( $L1_2$ ) phase to metastable long-period tetragonal phase  $DO_{22}$  in nickel superalloy (90%  $\gamma'$ -phase) after shock wave loading has been found. It was found that the long-period tetragonal phase  $DO_{22}$  and  $\gamma'$  ( $L1_2$ ) phases have a definite lattice orientation relationship, namely: basis orientation. The quantity of  $DO_{22}$  phase increases with pressure. TEM study found that the deformation microtwins of the  $DO_{22}$ -phase arouse near the cracks in the sample after 100 GPa loading.

**Fig. 1.** Neutron diffraction patterns of superalloy: *a* – initial sample; *b* – sample 1 (20 GPa); *c*, *e* – sample 2 (100 GPa). Horizontal (*a*, *b*, *c*) and vertical (*e*) positions of the [001] axis; rotation of samples around the vertical axis;  $\lambda = 0.2432$  nm (*a*, *b*, *c*) and  $\lambda = 0.1805$  nm (*e*);  $T = 20^\circ\text{C}$

**Fig. 2.** Structure (TEM) of initial sample: *a* – the dark-field image in the  $\gamma'$ -phase reflection; *b* – the diffraction pattern to *a*, zone axis [001]

**Fig. 3.** Structure (TEM) of sample 1 (20 GPa): *a* – the bright-field image of the  $DO_{22}$ -phase region; *b* – the dark-field image in  $(101)_{DO_{22}}$ ; *c* – the diffraction pattern to *a*, *b*

**Fig. 4.** Structure (TEM) of sample 2 (100 GPa): *a*, *b* – disorientation bands; *c* – microtwins of the  $DO_{22}$ -phase; *e* – the diffraction pattern to *c*, zone axis  $[110]_{DO_{22}}$