

PACS: 61.12.Ex, 61.16.Bg

Н.В. Казанцева, М.Б. Ригмант, А.Н. Пирогов

## ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНОГО СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА ПРИ ДЕФОРМАЦИИ НИКЕЛЕВЫХ СУПЕРСПЛАВОВ

Институт физики металлов УрО РАН  
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620041, Россия  
E-mail: kazantseva@imp.uran.ru

*Методами нейтронографии, рентгеноструктурного анализа (РСА) и измерения магнитной восприимчивости выполнено исследование влияния интенсивной деформации на структурные переходы и магнитные свойства никелевых суперсплавов с различным содержанием интерметаллида  $Ni_3Al$  (упрочняющей фазы  $\gamma'$ ). Обнаружено, что величина магнитной восприимчивости меняется в зависимости от степени деформации; в суперсплаве с 90%  $\gamma'$  после ударного нагружения ( $P = 100$  GPa) ударом пластины магнитная восприимчивость возрастает на два порядка. Показано, что изменение магнитных свойств никелевых суперсплавов после интенсивной деформации связано с фазовым переходом  $L1_2-DO_{22}$ .*

### Введение

Интерметаллид  $Ni_3Al$  ( $\gamma'$ -фаза) обладает не только необычными механическими характеристиками (наличие аномальной температурной зависимости изменения предела текучести), но также и интересными магнитными свойствами, которые зависят от ближайшего окружения атомов никеля и, следовательно, очень чувствительны к составу.  $Ni_{74}Al_{26}$  – парамагнетик (парамагнитное состояние сохраняется вплоть до 4 К), а  $Ni_{75}Al_{25}$  – слабый ферромагнетик [1].

$\gamma'$ -фаза является основной упрочняющей фазой жаропрочных никелевых суперсплавов, температура Кюри которых зависит от состава легирующих элементов и может меняться от 38.9 до 300 К.

Пластическая деформация оказывает сильное влияние не только на прочностные, но и на магнитные свойства никелевых суперсплавов. В работе [2] наблюдали исчезновение исходного ферромагнитного состояния после холодной прокатки никелевого суперсплава, а при циклической деформации исходного парамагнитного суперсплава было обнаружено суперпарамагнитное состояние [3]. Как предполагается в работе [2], исчезновение ферромагнитного состояния при пластической деформации связано с движением дис-

локаций, формирующих антифазные границы (АФГ), которые меняют ближайшее окружение атомов никеля.

Целью данной работы является исследование влияния интенсивной деформации на структурные переходы и магнитные свойства никелевых суперсплавов.

### Техника эксперимента

Исследования проводили на монокристаллах никелевых суперсплавов типа ВКНА4У (90%  $\gamma'$ ) и ЭИ437Б (9%  $\gamma'$ ) с ориентацией [001], выращенных из расплава по методу Бриджмена. Для деформации образцов суперсплава ВКНА4У применяли метод ударно-волнового нагружения (опыты по нагружению были выполнены в РФЯЦ-ВНИИТФ, г. Снежинск). Нагружение проводили ударом стальной пластины (максимальное давление на поверхности образцов 100 ГПа, длительность импульса 1  $\mu$ s) и торможением на преграде продуктов взрыва (максимальное давление 20 ГПа, длительность импульса 1  $\mu$ s). Образцы суперсплава ЭИ437Б деформировали прокаткой при комнатной температуре. РСА был проведен с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3, излучение  $\text{Cu } K_{\alpha}$  и  $\text{Co } K_{\alpha}$ . Нейтронографические исследования осуществляли при комнатной температуре на дифрактометрах Д2 и Д3 ( $\lambda = 0.1805$  nm и  $\lambda = 0.24232$  nm), установленных на горизонтальных пучках реактора ИВВ-2М.

Магнитные исследования были выполнены при комнатной температуре с помощью измерителя магнитной проницаемости маломагнитных сплавов и аустенитных сталей ИМПАС1 [4], численный расчет осуществлен с использованием эталонов.

### Результаты и обсуждение

**Магнитные свойства.** На рис. 1 приведены данные зависимости магнитной восприимчивости никелевых суперсплавов ЭИ437Б и ВКНА4У от степени деформации. В сплаве ЭИ437Б после деформации обнаружено небольшое изменение магнитной восприимчивости, которое возрастает по мере увеличения степени деформации (рис. 1,а). Такое же небольшое изменение наблюдается и в сплаве ВКНА4У (90%  $\gamma'$ ) после 20 ГПа, а после 100 ГПа величина магнитной восприимчивости меняется почти на два порядка по сравнению с исходным состоянием (рис. 1,б).

Отжиг суперсплавов при 900°C в течение 1 h (охлаждение с печью) вызывает снижение значения магнитной восприимчивости, что может свидетельствовать о температурной неустойчивости магнитного состояния, образовавшегося после деформации.

**РСА, нейтронография.** По данным РСА, сплав ЭИ437Б после деформации прокаткой до 38% сохранил монокристаллическое состояние. Никаких дополнительных линий на рентгенограммах после деформации не обнаружено. Вероятно, это связано с тем, что в данном сплаве очень мало (9%) содержание интерметаллидной фазы  $\gamma'$ , деформация которой может формировать длиннопериодную решетку и наиболее сильно меняет окружение атомов никеля.

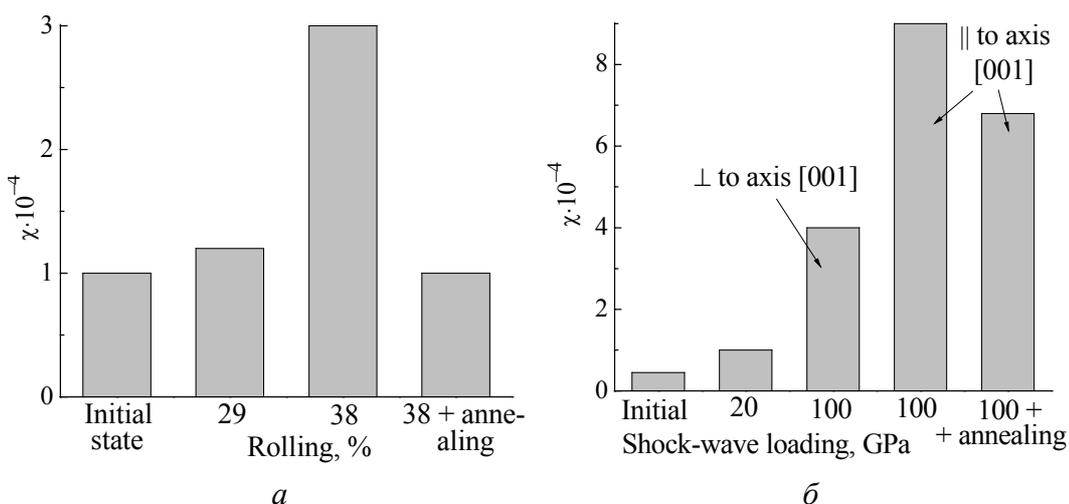


Рис. 1. Зависимость магнитной восприимчивости никелевых суперсплавов от деформации: *a* – ЭИ437Б (9%  $\gamma'$ ); *б* – ВКНА4У (90%  $\gamma'$ )

На рентгенограммах сплава ВКНА4У после ударного нагружения 20 ГПа появляется одна дополнительная линия (близкая к  $(111)\gamma'$ ), а после 100 ГПа – две дополнительные линии (рис. 2). Нейтронографические исследования показали, что эти линии принадлежат не исходной кубической  $\gamma'$ -фазе, а фазе с длиннопериодной структурой  $DO_{22}$  (рис. 3) (более подробно результаты нейтронографических и электронно-микроскопических исследований представлены в [5,6]). Кроме того, из съемки нейтронограмм различных положений

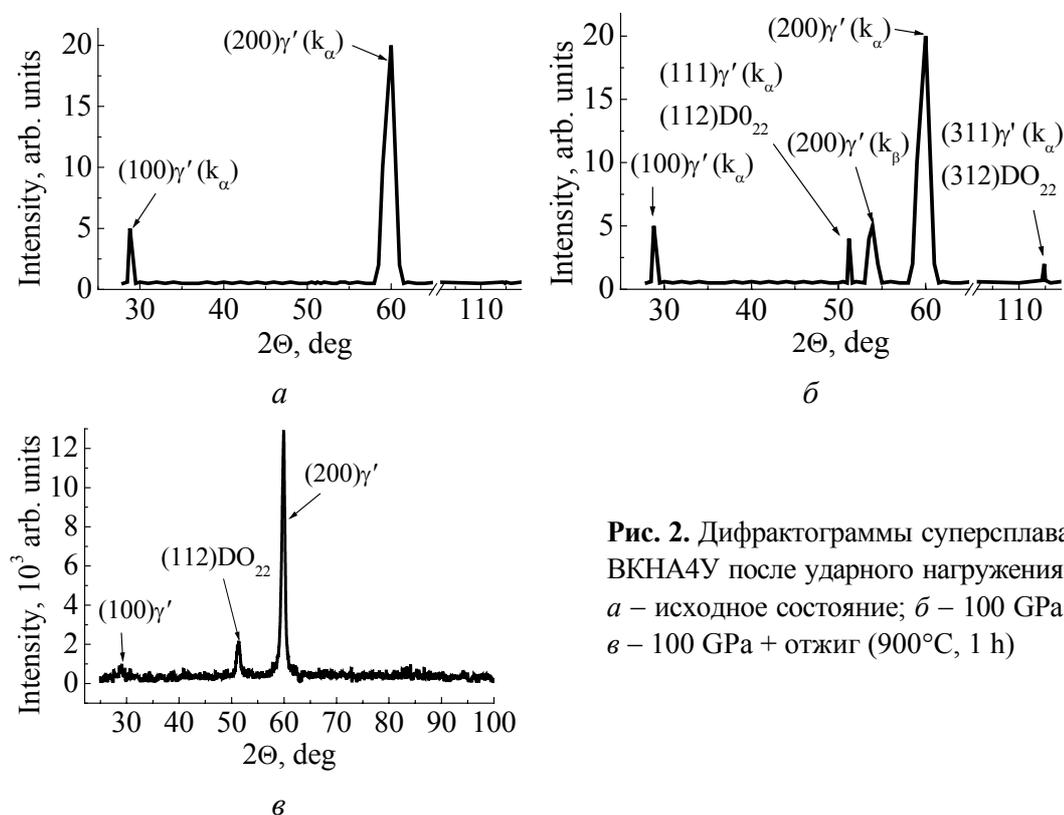


Рис. 2. Дифрактограммы суперсплава ВКНА4У после ударного нагружения: *a* – исходное состояние; *б* – 100 ГПа; *в* – 100 ГПа + отжиг (900°C, 1 h)

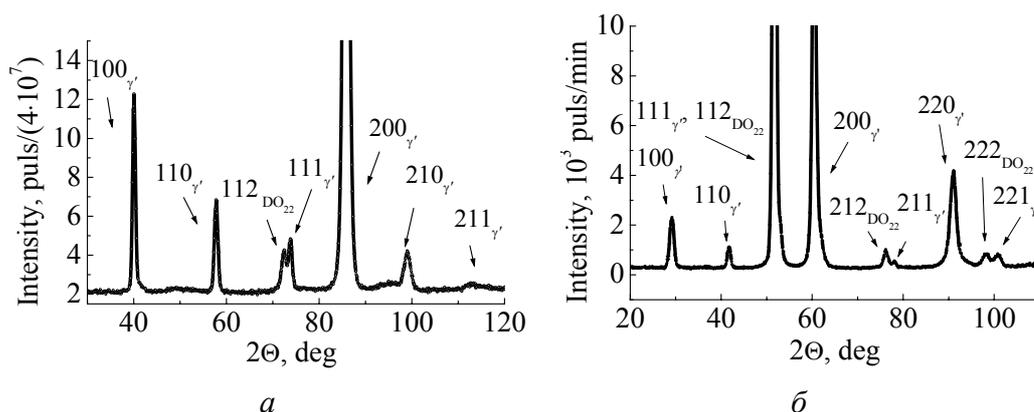


Рис. 3. Нейтронограммы суперсплава ВКНА4У после деформации в ударных волнах: *a* – 20 GPa,  $\lambda = 0.2432$  nm; *б* – 100 GPa,  $\lambda = 0.1805$  nm

образца, выполненной в [5,6], был сделан вывод, что существует строгая ориентация новой фазы со структурой  $DO_{22}$  по базису исходной  $\gamma'$ -фазы. Наличие подобных ориентационных соотношений между этими двумя фазами хорошо объясняет появление анизотропии магнитной восприимчивости, обнаруженной в этом сплаве (см. рис. 1), поскольку максимальное изменение ближайшего окружения атомов никеля в структуре  $DO_{22}$  наблюдается в направлении [001].

На дифрактограмме деформированного (100 GPa) образца ВКНА4У после отжига ( $900^\circ\text{C}$ , 1 h, охлаждение с печью) дополнительные линии, положения которых соответствовали положениям линий фазы со структурой  $DO_{22}$ , сохранились, но их интегральная интенсивность уменьшилась. Это может свидетельствовать о температурной нестабильности данной фазы, связанной с ее дефектным происхождением.

Таким образом, сопоставляя сходство результатов магнитных исследований, РСА и нейтронографии для двух сплавов с различным содержанием интерметаллидной фазы  $\gamma'$ : ЭИ437Б (9%) и ВКНА4У (90%), можно предположить, что магнитный эффект, наблюдаемый при деформации суперсплавов, связан с изменениями в структуре  $\gamma'$ -фазы – образованием фазы с длиннопериодной структурой  $DO_{22}$ . Эти изменения удастся обнаружить, как только количество новой фазы становится достаточным для чувствительности прибора. Как показала данная работа, магнитные исследования обладают более высокой чувствительностью к изменениям, которые происходят в этих материалах в условиях деформации.

Магнитные переходы при деформации наблюдаются и в других интерметаллидах, например в парамагнитных сплавах системы Fe–Al, имеющих исходную кристаллическую решетку  $\beta_0$  (B2, CsCl) фазы. Так, после 25% деформации прокаткой ( $T = 20^\circ\text{C}$ ) обнаружен переход в ферромагнитное состояние, при этом на снимках сплавов, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии, обнаружено большое количество трубок АФГ. При проведении отжига деформированного сплава произошла анниги-

ляция трубок АФГ, и ферромагнитное состояние исчезло [7,8]. По нашему мнению, появление трубок АФГ меняет ближнее окружение атомов железа, что приводит к возникновению нового магнитного состояния.

Длиннопериодную тетрагональную сверхрешетку  $DO_{22}$  можно получить, если ввести параллельные АФГ с направлением вектора смещения  $a/2\langle 110 \rangle$  в каждую кубическую (001) плоскость вдоль оси куба решетки  $L1_2$  [9]. Таким образом, эту структуру можно рассматривать как упорядоченное расположение плоских дефектов (АФГ), меняющих окружение атомов никеля в исходной кубической решетке  $L1_2$ . Такое упорядочение означает, что в рассмотрение следует принимать не только ближайшее окружение никеля, но и атомы из 2-й и 3-й координационных сфер.

### Выводы

1. По результатам выполненных исследований установлено, что при интенсивной деформации никелевых суперсплавов ВКНА4У (90%  $\gamma'$ ) и ЭИ437Б (9%  $\gamma'$ ) величина магнитной восприимчивости меняется в зависимости от степени деформации. В суперсплаве ВКНА4У после ударного нагружения ( $P = 100$  GPa) ударом пластины магнитная восприимчивость возрастает на два порядка по сравнению с исходным состоянием.

2. Показано, что изменение магнитных свойств никелевых суперсплавов после интенсивной деформации связано с фазовым переходом  $L1_2-DO_{22}$ .

Авторы благодарят доктора Д.П. Родионова за предоставленный для исследования монокристалл. Работа выполнена при финансовой поддержке: Российского фонда фундаментальных исследований (Урал № 04-03-96008); Целевой программы междисциплинарных проектов УрО РАН–СО РАН на 2006 г.; программы «Нейтронные исследования материалов», контракты № 23/06/327 и 02.452.11.704; проектов № 9 и 33 Уральского отделения РАН.

1. *J.R. Thompson, H.R. Kerchner, S.T. Sekula*, J. Magn. Magn. Mater. **54–57**, 1069 (1986).
2. *S. Takahashi, K. Ikeda*, J. Phys. F: Met. Phys. **13**, 2169 (1983).
3. *Yukichi Umakoshi, Hiroyuki Y. Yasuda, Toshifumi Yanai*, Proc. MRS Fall Meeting-2004, Boston, USA, **842**, S 2.3.1 (2004).
4. *М.Б. Ригмант, Ф.П. Ничипурук, Б.А. Худяков, В.С. Пономарев, Н.А. Терещенко, М.К. Корх*, Дефектоскопия № 11, 3 (2005).
5. *Б.А. Гринберг, Н.В. Казанцева, Е.В. Шорохов, А.Н. Пирогов, Ю.А. Дорофеев*, ФТВД **14**, № 4, 97 (2004).
6. *Н.В. Казанцева, Б.А. Гринберг, Е.В. Шорохов, А.Н. Пирогов, Ю.А. Дорофеев*, ФММ **99**, № 5, 94 (2005).
7. *S. Takahashi*, J. Magn. Magn. Mater. **54–57**, 1065 (1986).
8. *D. Wu, P.R. Munroe, I. Baker*, Phil. Mag. **83**, 295 (2003).
9. *M. Yamaguchi, Y. Umakoshi*, The deformation behavior of intermetallic superlattice compounds **34**, 12 (1990).

*N.V. Kazantseva, M.B. Rigmant, A.N. Pirogov*

## INVESTIGATION OF MAGNETIC STRUCTURAL-PHASE TRANSITION DURING THE DEFORMATION OF NICKEL SUPERALLOYS

By the methods of neutron diffraction analysis, X-ray analysis and measurement of magnetic susceptibility a study of the influence of severe deformation on the structural transitions and magnetic properties in the nickel superalloys with a different content of  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) has been done. It is found that the value of magnetic susceptibility increases with the degree of deformation. In the superalloy with the 90%  $\gamma'$  content the magnetic susceptibility changes by two orders of magnitude as compared to the initial state. It is shown that the change of the magnetic properties of the nickel superalloys under severe deformation is connected with the phase transition  $L1_2$ - $\text{DO}_{22}$ .

**Fig. 1.** Dependence of magnetic susceptibility on deformation for the superalloys: *a* – Al437B (9%  $\gamma'$ ); *b* – VKNA4U (90%  $\gamma'$ )

**Fig. 2.** X-ray diffraction patterns of the superalloys after shock-wave loading: *a* – initial; *b* – 100 GPa; *c* – 100 GPa + annealing (900°C, 1h)

**Fig. 3.** Neutron diffraction patterns of the superalloys after deformation in shock waves: *a* – 20 GPa,  $\lambda = 0.2432$  nm; *b* – 100 GPa,  $\lambda = 0.1805$  nm