

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
НАУКИ ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ  
им. А.А. БАЙКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

**Булахтина Марина Анатольевна**

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В ЛИТЕЙНЫХ  
СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ,  
ПОСТОЯННЫХ И ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЖЕНИЯХ ПРИ  
ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ**

2.6.1 (05.16.01) – Металловедение и термическая обработка металлов и  
сплавов

Диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель

д.т.н. Поварова Кира Борисовна

Научный консультант

к.т.н. Дроздов Андрей Александрович

Москва – 2022

## Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Аналитический обзор.....	7
1.1. Ni <sub>3</sub> Al как основа жаропрочных конструкционных сплавов.....	9
1.2. Принципы легирования Ni <sub>3</sub> Al, диаграммы состояния систем Ni-Al-Me.....	11
1.3 Сплавы на основе Ni <sub>3</sub> Al.....	18
1.4. Структура сплавов на основе Ni <sub>3</sub> Al.....	25
Выводы к главе 1.....	30
Глава 2. Исходные материалы и методы исследования .....	31
2.1 Материалы и методы получения.....	31
2.2 Методы исследования структуры, фазового состава и свойств.....	32
Глава 3. Влияние способа получения и кристаллизации сплавов на основе Ni <sub>3</sub> Al на характер распределения компонентов, структуру и свойства монокристаллов.....	37
3.1 Выбор способа введения основных и легирующих элементов при получении заготовок сплавов на основе алюминид никеля методом вакуумной индукционной плавки (ВИП).....	38
3.2 Влияние условий кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплавов типа ВКНА с различной кристаллографической ориентацией.....	46
3.3. Влияние термической обработки на структуру и свойства литых сплавов типа ВКНА.....	61
Выводы к главе 3.....	70
Глава 4. Влияние кратковременных и длительных испытаний на растяжение, термоциклирования и малоциклового усталости на структуру и характер разрушения сплавов типа ВКНА .....	72
4.1 Структура и характер разрушения в условиях статических нагрузений.....	73
4.2 Малоцикловая усталость сплавов на основе Ni <sub>3</sub> Al.....	81

4.3 Исследование влияния термической усталости на структуру и свойства монокристаллов сплавов на основе Ni <sub>3</sub> Al.....	95
Выводы к главе4.....	103
Глава 5. Использование результатов работы.....	105
Основные выводы по работе.....	109
Список литературы.....	112

## Введение

Для нового поколения газотурбинных двигателей (ГТД) необходимы материалы, имеющие низкую плотность, которые можно эксплуатировать при температурах выше рабочих температур ( $T_{\text{раб}}$ ) никелевых суперсплавов, являющихся основным материалом ГТД, в том числе без защитных покрытий. Повышение температуры газа перед турбиной ГТД обеспечивает увеличение работы цикла, повышение удельной мощности, уменьшение габаритов и снижение веса двигателя, снижение расхода топлива, улучшение экологических характеристик двигателя.

Сопловые и рабочие лопатки, а также многие другие ответственные детали горячего тракта современных ГТД изготавливают из сложнолегированных многокомпонентных жаропрочных никелевых суперсплавов, основы создания, производства и применения которых в авиации в нашей стране заложил академик С.Т. Кишкин. Большой вклад в развитие авиационных никелевых суперсплавов внесли Е.Н. Каблов, Б.С. Ломберг, Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов и др. Современные никелевые суперсплавы представляют собой  $\gamma$ - твердые растворы на основе никеля с ГЦК неупорядоченной структурой (матрица), упрочненные дисперсными выделениями  $\gamma'$ -фазы, являющейся легированным твердым раствором на основе интерметаллида (ИМ)  $Ni_3Al$  с упорядоченной ГЦК кристаллической структурой ( $L1_2$ ). Для нового поколения авиационно-космических и ракетных двигателей необходимы конструкционные материалы, имеющие более низкую плотность и которые можно эксплуатировать при температурах выше рабочих температур никелевых суперсплавов. К таким материалам относятся особолегкие жаропрочные и жаростойкие сплавы нового поколения на основе алюминидов переходных металлов и, в частности, наиболее продвинутые из них - сплавы на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  типа ВКНА, рабочие температуры которых на 100-150°C выше рабочих температур никелевых суперсплавов. Большой вклад в развитие работ по этим сплавам внесли В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, К.Б. Поварова, Г.И. Морозова, Е.Р. Голубовский.

Сплавы на основе  $\gamma$ -Ni<sub>3</sub>Al являются более легкими и жаростойкими, чем жаропрочные никелевые суперсплавы, благодаря более высокому содержанию алюминия и более низкому (в 1,5-2,3 раза) содержанию тяжелых тугоплавких металлов. Эти сплавы предназначены и уже используются для изготовления рабочих и сопловых лопаток, створок сопла, камер сгорания и других ответственных деталей ГТД гражданской и военной авиации.

Тяжело нагруженные детали современных авиационных газотурбинных двигателей работают в условиях высоких температур, термоциклирования и постоянных нагрузок. Это интенсифицирует развитие в материале диффузионных и усталостных процессов, приводит к деградации структуры и, следовательно, к снижению жаропрочности, пластичности и вязкости разрушения, что ограничивает как рабочие температуры, так и срок службы наиболее нагруженных деталей ГТД.

В связи с этим *актуальным* становится изучение строения жаропрочных легких сплавов на основе алюминида никеля Ni<sub>3</sub>Al на всех стадиях их получения и эксплуатации, начиная от формирования структуры при затвердевании (кристаллизации), до разрушения в различных условиях, установление корреляции между происходящими при этом изменениями структуры и долговечностью материалов деталей горячего тракта ГТД, например, сопловых и рабочих лопаток современных малоразмерных авиационных ГТД.

**Целью диссертационной работы** является дальнейшее развитие физико-химических принципов легирования и создания специальных структурно-фазовых состояний в процессе кристаллизации и термической обработки легких, жаропрочных конструкционных литейных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, обеспечивающих повышение их долговечности в условиях постоянных и циклических нагрузок при температурах 1000-1200°C.

*Для достижения поставленной цели необходимо решение следующих задач:*

1. Провести анализ систем легирования и способов термической обработки, использованных при создании отечественных сплавов на основе  $Ni_3Al$ .
2. Выявить характерные особенности формирования структурно-фазовых состояний в сплавах на основе  $Ni_3Al$  в зависимости от способа выплавки и условий направленной кристаллизации.
3. Выявить характерные особенности изменения ячеисто-дендритной структуры монокристаллов сплавов на основе  $Ni_3Al$  при термической обработке и установление корреляции этих изменений с характеристиками жаропрочности.
4. Выявить характерные особенности изменения ячеисто-дендритной структуры монокристаллов сплавов на основе  $Ni_3Al$  в условиях кратковременных и длительных испытаний при статических и циклических нагрузениях.
5. Установить корреляцию между изменением структурно-фазового состояния и характеристиками жаропрочности при температурах до  $1200^{\circ}C$  гетерофазных сплавов на основе  $Ni_3Al$ , легированных титаном, хромом, молибденом, вольфрамом, в том числе сплавов, содержащих кобальт и рений.

## Глава 1. Аналитический обзор

Сопловые и рабочие лопатки, а также многие другие ответственные детали горячего тракта современных газотурбинных двигателей (ГТД) изготавливают из сложнолегированных жаропрочных никелевых суперсплавов [1,2]. Суперсплавы представляют собой твердые растворы на основе Ni ( $\gamma$ ) с ГЦК неупорядоченной структурой (матрица), упрочненные выделениями  $\gamma'$ - фазы, являющейся легированным твердым раствором на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  с упорядоченной ГЦК кристаллической структурой типа  $L1_2$  (рис. 1.1).

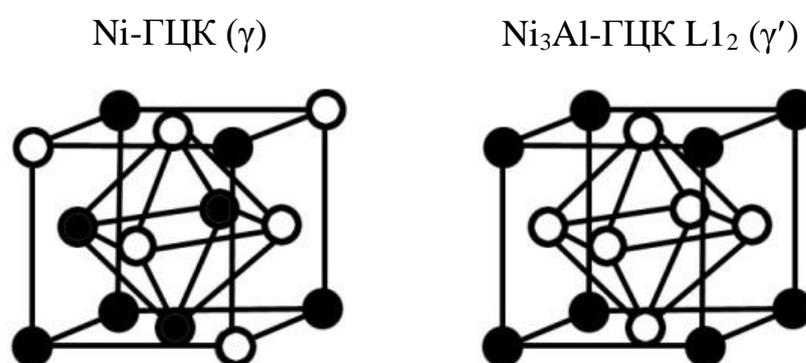


Рис. 1.1 Кристаллические решетки никеля и  $Ni_3Al$ . (○ -Ni, ● – Al)

Формирование оптимальной структуры осуществляется многоступенчатой термической обработкой (ТО) литейных сплавов, в том числе с направленно кристаллизованной (НК) или монокристаллической структурой, или термопластической обработкой деформируемых сплавов.

Высокая жаропрочность зарубежных и отечественных никелевых суперсплавов (ЖС6, ЖС26, ЖС32, PWA-1480, CMSX-10, RENE-5, RENE-6 и др. [1, 3-5] определяется большой объемной долей (до 40-60 об.%) и высокой дисперсностью вторичных выделений  $\gamma'$ - фазы  $Ni_3Al$ , образовавшихся при охлаждении пересыщенного твердого раствора на основе никеля и имеющих кубическую форму, период кристаллической решетки которых отличается от такового для Ni матрицы на 0,3 – 0,5% (мисфит) [6-9]. Потолок рабочих температур этих сплавов (1050-1100°C) определяется их разупрочнением при

указанных температурах прежде всего из-за уменьшения объемной доли вторичных выделений  $\gamma'$ - фазы вследствие повышения её растворимости в  $\gamma$ -Ni матрице, а также огрубления не растворившихся частиц  $\gamma'_{вт}$  вследствие развития диффузионных процессов. Замедление диффузионных процессов в объеме и на межфазных  $\gamma/\gamma'$  границах в жаропрочных никелевых сплавах достигается увеличением суммарного содержания (до 18-22 %) в них «медленных, тяжелых» тугоплавких металлов (вольфрам, молибден, тантал, рений, рутений), некоторые из которых (вольфрам, рений) несколько повышают температуру солидус (до 1360-1380°C) [10-11]. Однако при этом повышается плотность сплава, что ведет к утяжелению двигателя и к уменьшению отношения тяги к весу. При этом следует отметить, что легирование тугоплавкими металлами никелевых ( $\gamma+\gamma'$ ) - суперсплавов ослабляет, но не устраняет основную причину их разупрочнения при высокотемпературной работе – уменьшение объемной доли вторичных выделений  $\gamma'$ -фазы  $Ni_3Al$  вследствие повышения её растворимости в  $\gamma Ni$  матрице [12].

Для нового поколения авиационных и ракетных двигателей, а также стационарных энергетических установок различного назначения необходимы конструкционные материалы, имеющие более низкую плотность и более высокие рабочие температуры ( $T_{раб}$ ), чем у никелевых суперсплавов (1050-1100°C). Необходимо повышение температуры газа перед турбиной ГТД, что обеспечивает увеличение работы цикла, повышение удельной мощности, уменьшение габаритов и снижение веса двигателя, снижение расхода топлива, улучшение экологических характеристик двигателя.

Этим объясняется непрекращающийся поиск новых жаропрочных материалов на основе интерметаллидов (ИМ), отличающихся от промышленных никелевых сплавов более высокими рабочими температурами, но имеющих более низкую плотность и, возможно, более простой и экономичный состав.

## 1.1 Ni<sub>3</sub>Al как основа жаропрочных конструкционных сплавов

Интерметаллид Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'$ -фаза) привлек внимание исследователей уже в конце XX века как первый и наиболее вероятный альтернативный никелевым суперсплавам материал, поскольку  $\gamma'$ -фаза является основной упрочняющей фазой в ( $\gamma+\gamma'$ ) Ni-суперсплавах, о свойствах которой имелся довольно большой объем информации [13-16]. Особый интерес высокотемпературные ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавы на основе  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al представляли еще и потому, что массовые детали из них, такие как лопатки газовых турбин, элементы камер сгорания, створки регулируемого сопла и другие сложные фасонные тонкостенные изделия, могли быть изготовлены в рамках хорошо отработанного технологического процесса получения и обработки современных никелевых сплавов.

Ni<sub>3</sub>Al имеет температуру плавления 1395°C, более низкую плотность (7,5 г/см<sup>3</sup>) и более высокую стойкость к окислению, чем никелевые суперсплавы, благодаря более высокому содержанию алюминия. Кроме того, установлено наличие сильной аномалии температурной зависимости некоторых механических свойств: повышение предела текучести с максимумом в окрестностях температур 750-850°C. Это явление было обнаружено также на многих сплавах со сверхструктурой L1<sub>2</sub> (в том числе и Ni<sub>3</sub>Al), L1<sub>0</sub> (TiAl), а также с некоторыми другими сверхструктурами [15, 17-20].

Исследование влияния различных легирующих элементов (ЛЭ), преимущественно замещающих алюминий в Ni<sub>3</sub>Al, показали, что тип легирования и количество ЛЭ могут влиять на высоту пика и сдвигать в некоторых пределах температуру – максимума, но не влияет на общий характер аномальной температурной зависимости (рис. 1.2 а).

Энергия активации термически активируемого поперечного скольжения винтовых дислокаций в  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al, ответственного за аномальный рост предела текучести с повышением температуры, убывает в ряду Ti, V, Mo, W, Nb, Ta, Hf, Zr [21].

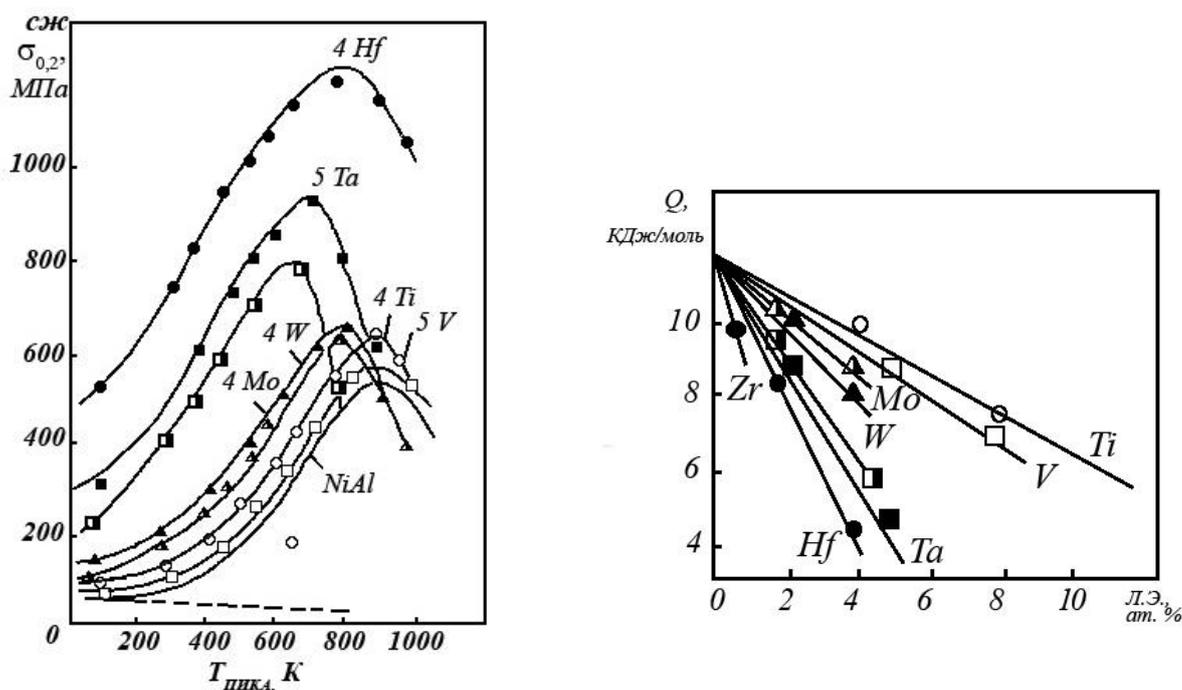


Рис. 1.2 Влияние легирования на температурную зависимость предела текучести при сжатии (а) и энергию активации термически активируемого поперечного скольжения винтовых дислокаций в  $\gamma$ -Ni<sub>3</sub>Al (б)

Открытие положительного влияния введения 0,02–0,5 ат. % В на повышение низкотемпературной пластичности Ni<sub>3</sub>Al [22] стимулировало развитие работ по созданию конструкционных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al. Все современные зарубежные сплавы на основе Ni<sub>3</sub>Al содержат в качестве компонента бор, поскольку микролегирование бором позволяет повысить пластичность Ni<sub>3</sub>Al при комнатной температуре на воздухе и во влажной среде ( $\delta=30$ –50%), предотвращает зарождение и рост межзеренных трещин, увеличивает когезию границ, облегчает передачу скольжения через границу за счет совместной сегрегации бора и никеля на границах зерен и частичного или полного их разупорядочения. По мнению ученых ИМЕТ РАН и ФГУП ВИАМ, недостатком сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированных бором, является вероятность снижения температуры плавления из-за образования борсодержащих эвтектик, а также повышенная склонность к горячеломкости (снижению пластичности при температурах 300–850°C на воздухе из-за проникновения кислорода в обогащенные бором границы зерен). Поэтому

создание отечественных сплавов на основе  $Ni_3Al$  велось в направлении практически полного исключения бора (в отличие от сплавов GB и USA).

## 1.2 Принципы легирования $Ni_3Al$ , диаграммы состояния систем Ni-Al-Me

Базовыми системами для разработки жаропрочных никелевых сплавов и сплавов на основе алюминидов никеля  $\gamma'Ni_3Al$  являются двойная диаграмма состояния (ДС) Ni-Al и тройные ДС, реже – участки многокомпонентных ДС. Существуют два основных варианта двойной ДС системы Ni-Al (рис. 1.3) [23-24], предполагающие две разные схемы кристаллизации этих сплавов: (1)  $\gamma'Ni_3Al$  фаза образуется по перитектической реакции  $L+\beta NiAl \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al$  и образует с  $\gamma Ni$  эвтектику  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$  (см. рис. 1.3 а); (2)  $\gamma'Ni_3Al$  фаза образуется по перитектической реакции  $L+\gamma Ni \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al$  и образует с  $\beta NiAl$  эвтектику  $L \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al + \beta NiAl$  (см. рис. 1.3 б). Температуры упомянутых реакций различаются незначительно (3-10 °С).

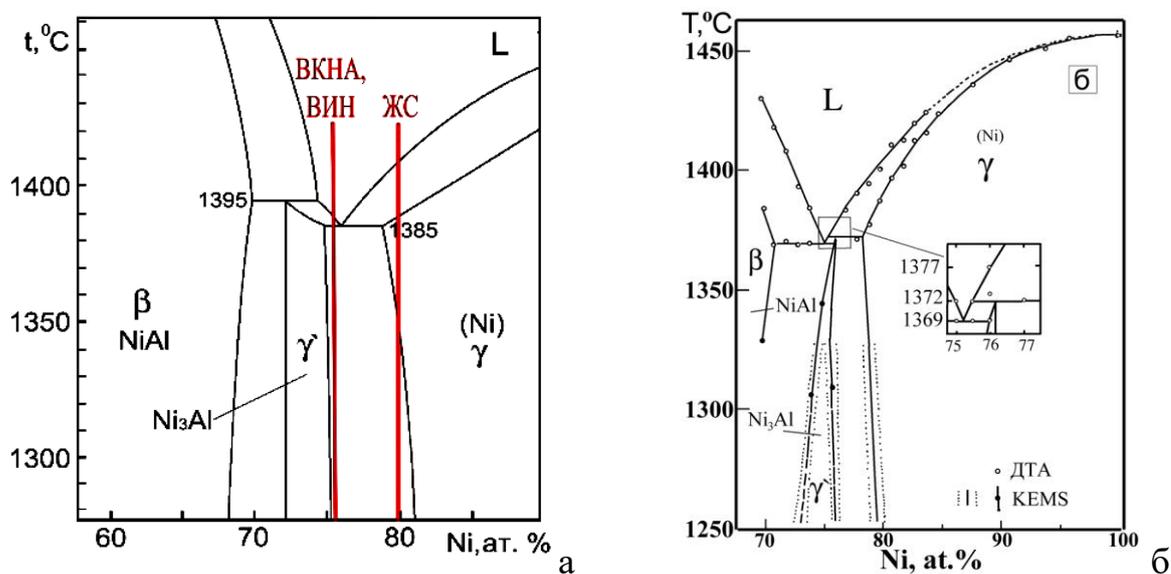


Рис. 1.3 Варианты участков двойной диаграммы состояния системы Ni-Al в окрестностях  $Ni_3Al$  (а, б). Показано условное положение многокомпонентных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА и ( $\gamma+\gamma'$ ) никелевых жаропрочных сплавов (ЖС) на двойной ДС Ni-Al (а)

В тройных и многокомпонентных ДС типа Ni-Al-X-Y картина становится еще менее определенной, поскольку в них возможны четырехфазные равновесия и переход от одной схемы кристаллизации к другой даже при небольшом изменении состава многокомпонентного сплава. В связи с этим возможны различные трактовки структурно-фазовых состояний литых ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов, тем более что морфология структурных составляющих, обычно являющаяся нашим «гидом» при решении спорных вопросов, во многом зависит от условий кристаллизации.

Проблема повышения низкотемпературной пластичности Ni<sub>3</sub>Al в отсутствие бора и упрочнения *гетерофазных* ( $\gamma'+\gamma$ ) сложнолегированных сплавов на основе  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al была решена за счет формирования при кристаллизации *вязкой пластичной структурной составляющей* –  $\gamma$ - твердого раствора на основе Ni, обеспечивающей передачу скольжения через границы зерен. Проблема повышения термостабильности была решена выбором составов сплавов близких к составу эвтектики  $L \leftrightarrow \gamma'+\gamma$ , прижатой к Ni<sub>3</sub>Al (~85-90 об.%  $\gamma'$  и ~10-15 об.%  $\gamma$ ). Как видно из рис. 1.3 а сплавы типа ВКНА сохраняют *гетерофазную* ( $\gamma'+\gamma$ ) структуру вплоть до температуры плавления ( $T_{\text{solidus}}$ ), тогда как никелевые жаропрочные сплавы при температурах выше  $T_{\text{solvus}}$  становятся однофазными.

**Выбор системы легирования** определен несколькими факторами, среди которых решающее значение имеют твердорастворное упрочнение обеих основных фаз, для чего необходимо знание характера распределения ЛЭ между фазами и его предельной растворимости в них, а также характера фаз, образование которых возможно при уменьшении растворимости ЛЭ вследствие введения другого конкурирующего элемента или при изменении температуры. В связи с этим полезно рассмотреть некоторые ДС систем Ni-Al-Me, где Me- основные ЛЭ в сплавах (рис. 1.4) и характер растворимости ЛЭ в алюминидах никеля.

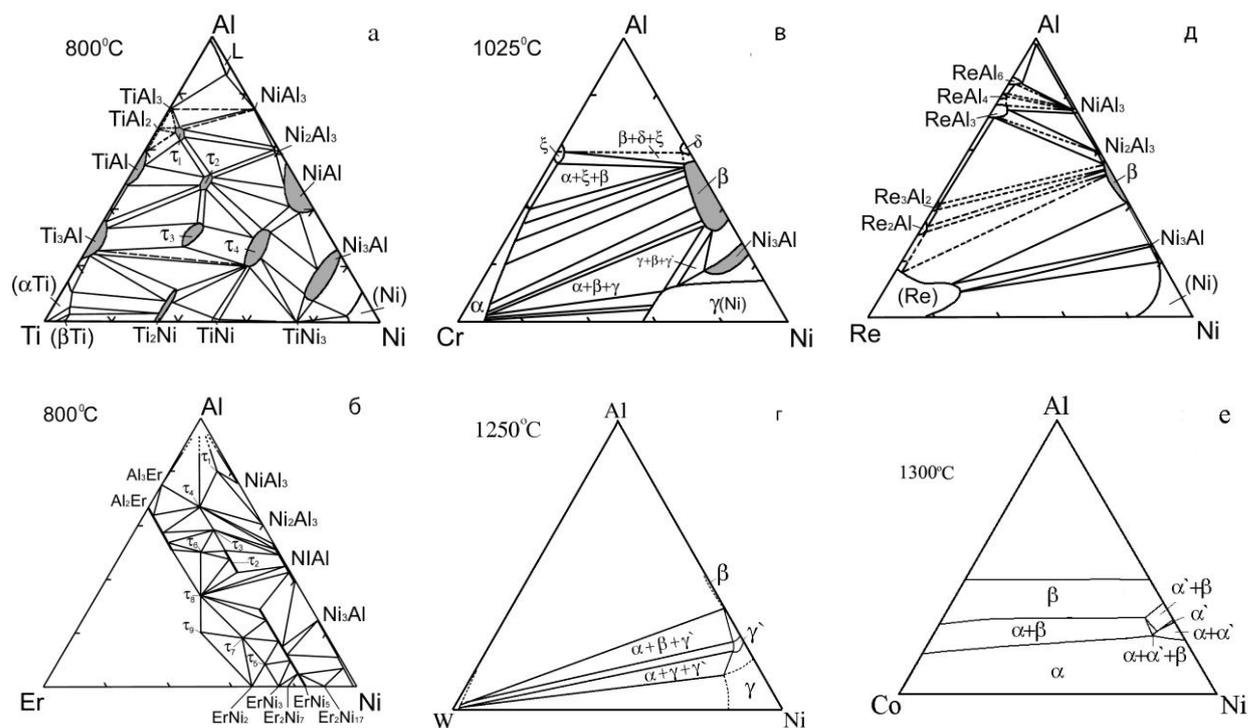


Рис. 1.4 Тройные ДС, отражающие характер взаимодействия алюминидов никеля с основными группами ЛЭ. Данные взяты из справочников [25-30]

Попытки классифицировать системы Ni-Al-Me как базу для направленного выбора жаропрочных гетерофазных сплавов, были предприняты в работах [31-32]. Было показано, что условно эти системы можно разделить на три основных типа.

К первому типу могут быть отнесены системы Ni-Al-Me, где Me – электроположительные металлы III, IV и V групп (Sc, Y, La, Ti, Zr, Hf, Nb, Ta) (рис. 1.4 а, б), атомный радиус которых значительно больше такового для алюминия (Sc, Y, La и другие РЗМ) и тем более никеля или близок к атомному радиусу Al (Ti, Nb, Ta) (рис. 1.5). Эти металлы образуют собственные стабильные алюминиды и стабильные соединения с никелем. В системах первого типа обычно образуются многочисленные тройные алюминиды и протяженные области твердых растворов на основе никелидов легирующих элементов (алюминий замещает ЛЭ), появление которых в ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавах возможно при избытке этих ЛЭ и является нежелательным.

Ко второму типу могут быть отнесены системы Ni-Al-*Me*, где *Me* - металл VI-VII групп (Cr, Mo, W, Re). Тройные алюминиды в этих системах отсутствуют. Эти металлы не склонны к образованию стабильных алюминидов, обладают ограниченной растворимостью в алюминидах никеля, которая для металлов первого длинного периода (Cr) может являться весьма значительной (рис. 1.4 в-д). Избыток этих ЛЭ в ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавах может привести к образованию небольших количеств  $\alpha$ - твердых растворов с ОЦК кристаллической структурой (Mo, W).

К третьему типу могут быть отнесены системы Ni-Al-*Me*, где *Me* - переходный металл преимущественно VIII группы (Fe, Co, Pd, Ru, Pt) (рис. 1.4 е). Для этих систем характерна высокая растворимость ЛЭ в  $\gamma$ Ni и в моноалюминиде никеля, вплоть до образования непрерывных рядов твердых растворов между изоморфными моноалюминидами. Избыток кобальта может привести к появлению в ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавах  $\beta$ NiAl, что является нежелательным для конструкционных сплавов.

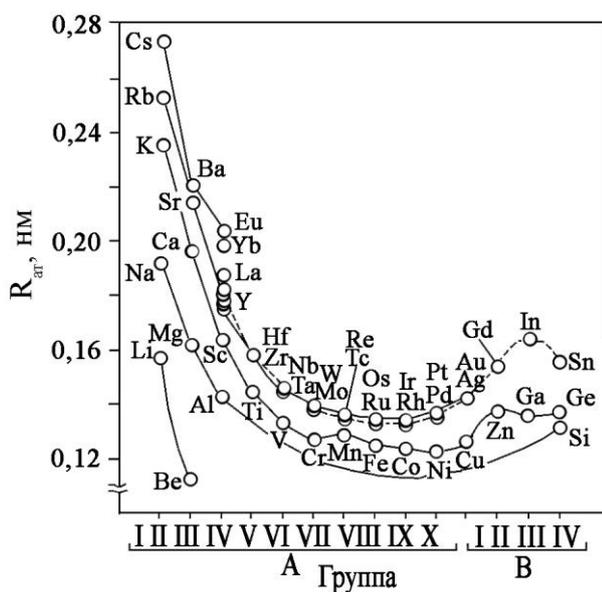


Рис. 1.5 Атомные радиусы Ni, Al и ЛЭ I-VIII групп Периодической Системы



вероятным представляется распределение (сегрегация) атомов РЗМ на разного рода дефектах в алюминиде никеля и границах раздела, поскольку РЗМ имеют большой атомный радиус (рис. 1.5) в связи с чем практически не растворяются ни в никеле, ни в алюминии, ни, тем более, в алюминидах никеля. Также, в сплавах неизбежно взаимодействие РЗМ с наиболее активными примесями в реальных сплавах (С, О, N, S) с образованием соответствующих фаз, например,  $Y_2O_3$ ,  $SeO_2$  и других.

**Оптимизация содержания ЛЭ** в сплавах на основе  $Ni_3Al$  проводилась экспериментальным путем с учетом данных о растворимости ЛЭ в фазах (сохранение двухфазной ( $\gamma'+\gamma$ ) структуры, предотвращение образования избыточных фаз) и корреляции «состав-свойство» для сплавов в одинаковом структурном состоянии.

Представляет большой интерес, предложенный в работе [38], подход к оценке стабильности ( $\gamma'+\gamma$ ) структуры сплавов через установление баланса легирования, связывающего атомную массу сплава ( $\bar{A}$ ) со средней плотностью валентных электронов ( $\bar{E}$ ), определенных, как  $sp$ - электроны Al и  $ds$ - электроны переходных металлов (в расчете на один атом элементарной ячейки). Для нелегированного соединения в области его гомогенности (23,6-27,7 ат. % Al)  $\bar{E}$  находится в пределах 8,09-8,37. При этом максимальная степень порядка ( $S=1$ ) соответствует  $\bar{E}=8,25$  для  $Ni_3Al$  стехиометрического состава (25 ат. % Al). Атомы Ni ( $3d^84s^2$ ) в центре граней (см. рис. 1.1) замещаются атомами элементов с более низкой валентностью Co ( $3d^74s^2$ ), Cr ( $3d^54s^1$ ), в то время как атомы Al ( $3s^23p^1$ ) в углах решетки замещаются на атомы с более высокой валентностью Ti ( $3d^24s^2$ ), Nb ( $4d^45s^1$ ), Ta ( $5d^46s^1$ ), Mo ( $4d^45s^2$ ), W ( $5d^46s^2$ ). Хром может занимать позиции в обеих подрешетках, что согласуется с ДС Ni-Al-Cr (рис. 1.3 и рис. 1.6). На основании данных фазового анализа был установлен химический состав  $\gamma'$ -фазы в ряде сплавов (ЖС6, ЖС6У, ВКНА-1В, ВКНА-4У) и установлено, что значения  $\bar{E}$  изолированной  $\gamma'$ -фазы колеблются в пределах 8,25-8,38 эл./ат. Для ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА, содержащих 10-15 %  $\gamma$ -твердого раствора, значения  $\bar{E}$  были скорректированы

в сторону увеличения до 8,35-8,40 эл./ат. В работе [39] на примере сплавов типа ВКНА было показано, что существует корреляция между предложенным критерием оценки стабильности сплава и его долговечностью при  $T=1150^{\circ}\text{C}$  и  $\sigma=60$  МПа (рис. 1.7).

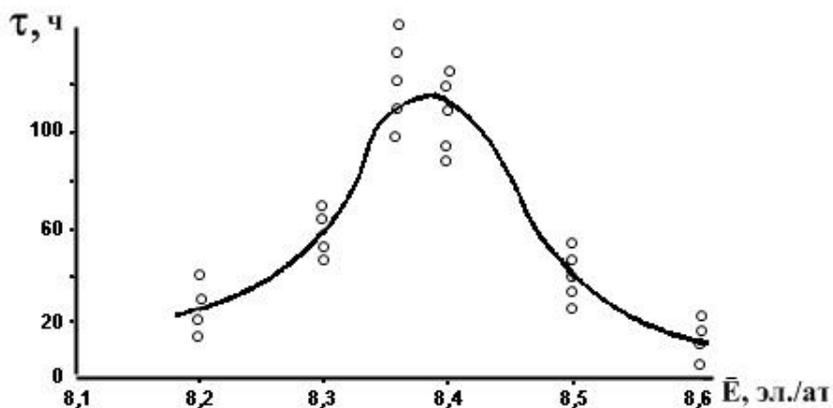


Рис. 1.7 Влияние средней концентрации валентных электронов  $\bar{E}$  сплава ВКНА-1В на время до разрушения при  $T=1150^{\circ}\text{C}$  и  $\sigma=60$  МПа [39]

Было показано, что максимальная долговечность достигается при  $\bar{E}=8,35-8,40$ . При меньших значениях снижается доля  $\gamma'$ -фазы, при больших появляется фаза  $\beta\text{NiAl}$ , снижающая пластичность и жаропрочность сплавов.

Применение данного подхода к оптимизации состава сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  оказалось полезным при разработке сплава ВКНА-1В. Однако, оно не гарантирует высокий уровень механических свойств ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов, поскольку механические свойства сильно зависят от ряда факторов: структуры материала (монокристаллическая, направленная, равноосная), сформировавшейся при его кристаллизации и последующей обработке, влияния ЛЭ на величину твердорастворного упрочнения основных фаз и скорость развития диффузионных процессов в различных температурных интервалах, величина мисфита, а также колебания состава сплава от плавки к плавке в пределах марочного состава сплава по паспорту.

Как показал анализ литературных данных, чем больше искажение кристаллической решетки  $\text{Ni}_3\text{Al}$  из-за различия атомных размеров и

электронного строения ЛЭ и замещаемого металла и чем больше концентрация ЛЭ, тем больше твердорастворное упрочнение  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при низких и средних температурах. Так, по возрастанию упрочняющего эффекта при 77 К легирующие элементы, замещающие Al в  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , и элементы внедрения могут быть расположены в следующий ряд: Cr, V, Ti, Mo, Si, W, Nb, Sb, Ta, Sn, In, Zr, Hf, C, B [15, 17].

При температурах  $\geq 0,5T_{\text{пл}}$  К решающее влияние на прочность, долговечность и сопротивление ползучести оказывают диффузионные процессы. С этих позиций наиболее привлекательными для твердорастворного легирования являются композиции с максимальной степенью упорядочения и легированные наиболее «медленными» тугоплавкими металлами (например,  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с W, Mo, Ta, Nb и Hf), содержание которых ограничено величиной их растворимости, снижением  $T_{\text{пл}}$  и повышением плотности при легировании. Однако твердорастворное легирование однофазного  $\text{Ni}_3\text{Al}$  не обеспечивает повышения прочности алюминида, достаточного, чтобы сделать его конкурентоспособным с никелевыми суперсплавами. Так, однофазный  $\text{Ni}_3\text{Al}$  сплав, имеющий химический состав, соответствующий составу упрочняющей  $\gamma'$ - фазы одного из наиболее жаропрочных Ni-суперсплавов PWA-1480 (ат. %: Ni – 14,40 Al – 5,19 Ta – 2,73 Co – 2,52 Ti – 0,89 W – 1,94 Cr), превосходит по характеристикам жаропрочности нелегированный  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , но уступает дисперсно-упрочненным ( $\gamma+\gamma'$ ) Ni-суперсплавам [17].

### 1.3 Сплавы на основе $\text{Ni}_3\text{Al}$

Гетерофазные ( $\gamma'+\gamma$ ) литейные сплавы на основе интерметаллида  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  (IC6, IC218, IC221, IC438, IC396M, IM927, ВКНА-1В и др.) с микроприсадками бора и без бора известны с 90-х годов XX века. В табл. 1.1 приведены химические составы отечественных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  в сопоставлении с известными марками зарубежных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , в том числе разработанных в ORNL и Lockheed Martin Energ., США, а также некоторых известных никелевых суперсплавов [17, 40-46].

Таблица 1.1 Составы сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al

Сплав	Легирующий элемент (мас.%)											
	Al	Cr	Mo	Zr	B	Re	W	Ti	Co	Ta	Nb	Σ(W+Mo+Nb+Ta+Re)
ВКНА-1В	8-9	4,5-6	2,5-5,5	0,05	-	-	1,8-4	0,6-2	-	-	-	4,3-9,5
ВКНА-4У	8-9	4,5-5,5	4,5-5,5	-	-	-	1,8-2,5	0,6-1,2	3,5-4,5	-	-	6,3-8
ВКНА-25 (ВИН1)	8,1-8,6	5,6-6,0	4,5-5,5	0,05	-	1,2-1,6	2,5-3,5	0,5-0,7	4-5	-	-	8,2-10,3
ВИН2	8,1-8,7	5-5,5	3,6-4,4	0,06	-	2-2,5	2,6-3,3	0,3-0,7	4,2-4,8	0,3-0,7	-	8,5-10,9
IC221M	8	7,7	1,5	1,7-2,1	0,008	-	-	-	-	-	-	1,5
IC396M	7,98	7,7	1,5	0,85	0,05	-	-	-	-	-	-	1,5
IC 438	8,1	5,2	7	0,15	0,005	-	-	-	-	-	-	7
IC 218	8,65	7,87	-	0,86	0,02	-	-	-	-	-	-	-
IC6SX	7,4-7,8	-	14	-	0,02	-	-	-	-	-	-	14
ЖС6У	5,6	5,0	1,1	0,04 Hf	-	-	11,7	2,4	9,5	-	-	12,8
ЖС26	5,8	6,1	4,0	0,05 Hf	-	-	7,0	1,0	9,0	-	-	11
ЖС40	5,6	6,1	4	-	-	-	6,9	-	0,5	7	0,2	18,1
ЖС32	5,9	4,9	1	-	0,15	4	8,3	-	9	4	1,5	10,5
PWA-1480	5	10	-	-	-	-	4	1,5	5	12	-	16

\* содержание С 0,07 мас.%, Si 0,03 мас.%, O 0,006 мас.%, N 0,015 мас.%, S 0,004 мас.%.

Продолжаются работы по сплаву с повышенным содержанием кобальта IC10, который широко используется в высокотемпературных компонентах авиационных двигателей, например, для направляющих лопаток авиационных ГТД. Состав сплава (мас. %): 12,4 Co-7,7 Cr-4,8 Al-1,5 Mo-5,4 W-6,4 Hf-0,8 Ta-0,1C-0,015B [47-49]. В последние годы предпринимаются многочисленные исследования, направленные на создание сплавов с новыми системами легирования. Так, большое количество работ посвящено исследованию сплава, содержащего (мас. %) 13,7 Mo и 11,7 Fe, имеющего очень сложную структуру:  $(\gamma'+\gamma)$  дендриты, в междендритных включениях  $\gamma'$  формируются включения  $\beta$ -фазы, в которых в свою очередь образуются квазисферические частицы  $\alpha$ -Cr [50-51]. По-видимому, сплавы этого типа предназначены для работы при температурах  $\sim 800^\circ\text{C}$  [52-53]. Китайские ученые исследуют новый поликристаллический деформируемый сплав JG4246A на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  системы Ni-Al-Cr-Ti-Hf-Mo-W-B, имеющий сложную микроструктуру: кроме  $(\gamma'+\gamma)$  областей содержит карбиды двух типов или богатые углеродом интерметаллиды [54-57]. Следует отметить, что все упомянутые сплавы в качестве легирующего элемента содержат бор, обеспечивающий низкотемпературную пластичность интерметаллидных сплавов.

Развиваемые в настоящее время системы легирования сплавов на основе интерметаллида  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  достаточно многообразны.

Из приведенных данных ясно, что возможности повышения характеристик жаропрочности сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  путем легирования, а также за счет оптимизации режимов получения направленной кристаллизацией и тем более способов термической обработки далеко не исчерпаны за тот период, когда началось интенсивное изучение этих материалов.

Как следует из данных табл. 1.1, в качестве базовых систем сплавов типа ВКНА на основе  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  приняты системы Ni-Al-Cr-Ti-Zr(Hf)-W-Mo и Ni-Al-Cr-W-Ti-Zr-Mo-Co-Re(Ta), которые содержат такое количество компонентов, которое обуславливает в сплаве соотношение  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  и  $\gamma\text{Ni}$  фаз, равное (или

близкое) эвтектическому  $\gamma'Ni_3Al-(10-15\%)\gamma Ni$  (вязкая структурная составляющая) что обеспечивает высокий уровень характеристик низкотемпературной пластичности в отсутствие бора, а также неизменность фазового состава сплава и, следовательно, его высокую термостабильность при повышении температуры вплоть до предплавильных.

Отечественные сплавы типа ВКНА в отличие от зарубежных ИМ сплавов типа IC-221M, IC-396M и IC-438 по основным компонентам имеют несколько более сложный химический состав и содержат наряду с Cr и Zr (Ti) определенное количество тяжелых тугоплавких элементов (W, Mo, Re). Это в какой-то мере приближает их к современным жаропрочным никелевым сплавам. Наличие в отечественных сплавах типа ВКНА небольших количеств тугоплавких металлов не дает преимуществ по кратковременной прочности при средних температурах 750–850°C (рис. 1.8), но повышает характеристики кратковременной прочности и сопротивление ползучести при температурах выше  $0,8T_{пл}$  ( $\geq 1000^\circ C$ ).

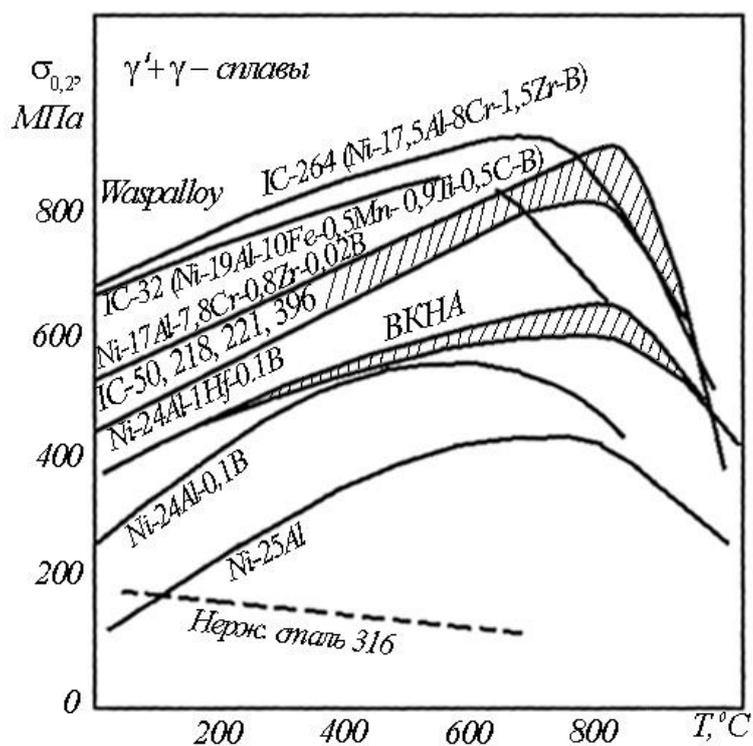


Рис. 1.8 Температурная зависимость предела текучести  $\sigma_{0,2}$  сплавов на основе  $Ni_3Al$  в сравнении с традиционными конструкционными сплавами [58-59]

Составы сплавов типа ВКНА выбраны в соответствие с требованиями, предъявляемыми к сплавам авиационной промышленности, рекомендуемым для производства сложных фасонных деталей точным литьем по выплавляемым моделям [58].

Отечественные сплавы серии ВКНА имеют преимущества не только перед жаропрочными никелевыми сплавами, но и перед зарубежными сплавами на основе интерметаллидов никеля по значениям максимальных рабочих температур и жаропрочности при температурах испытаний 1100-1200°C.

Содержание ЛЭ, обеспечивающих твердорастворное упрочнение обеих фаз путем искажения кристаллической решетки из-за различия в атомных размерах ЛЭ и замещаемого атома (Ni и/или Al) (Cr, Ti, Zr, Hf, Ta, Co) и особенно тяжелых элементов, понижающих скорость развития диффузионных процессов в условиях высокотемпературной службы (W, Re, Ta, Mo, Hf, Zr), в сплавах типа ВКНА резко снижено по сравнению с современными никелевыми суперсплавами (~ в 2-5 раз) без ущерба для их кратковременной и длительной прочности при температурах выше 1000°C и обеспечивает их более низкую плотность, чем никелевых сплавов (рис. 1.9, 1.10).

Видно, что предел сточасовой прочности при температуре 1100°C сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al выше, чем никелевых суперсплавов, в том числе содержащих кобальт, с равноосной и направленной структурой, но несколько ниже, чем у наиболее высоколегированного никелевого сплава ЖС40 с монокристаллической структурой, плотность которого на ~10% выше, содержащего тугоплавких металлов в ~2 раза больше, чем экономнолегированные сплавы типа ВКНА.

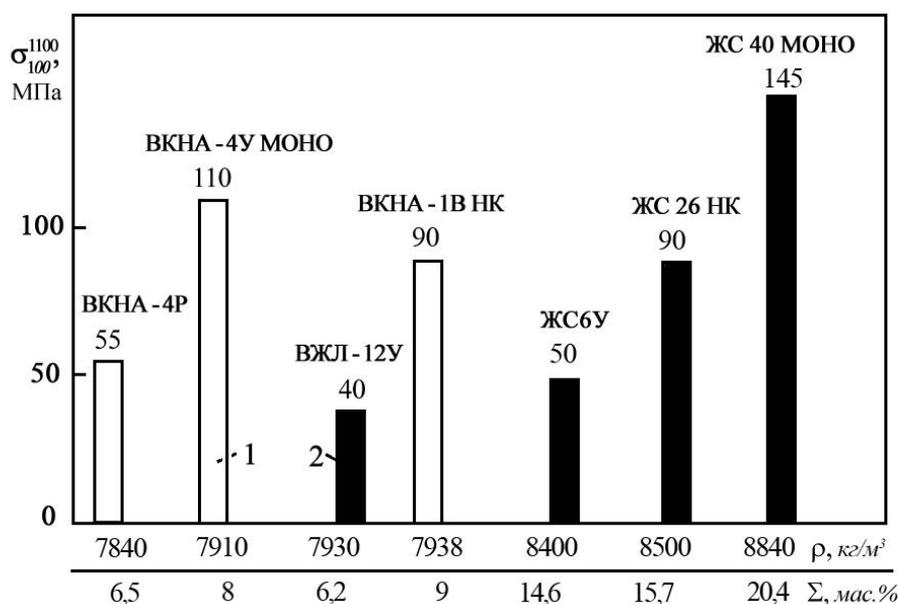


Рисунок 1.9 Сто часовая прочность при 1100°C ( $\sigma_{1100}$ ), плотность  $\rho$  и суммарное содержание тяжелых тугоплавких ЛЭ ( $\Sigma=W+Mo+Nb+Ta+Re$ ) жаропрочных сплавов на основе никеля типа ЖС и интерметаллидных сплавов типа ВКНА: 1 – сплавы не требуют защиты от окисления; 2 – сплавам необходима защита от окисления [58]

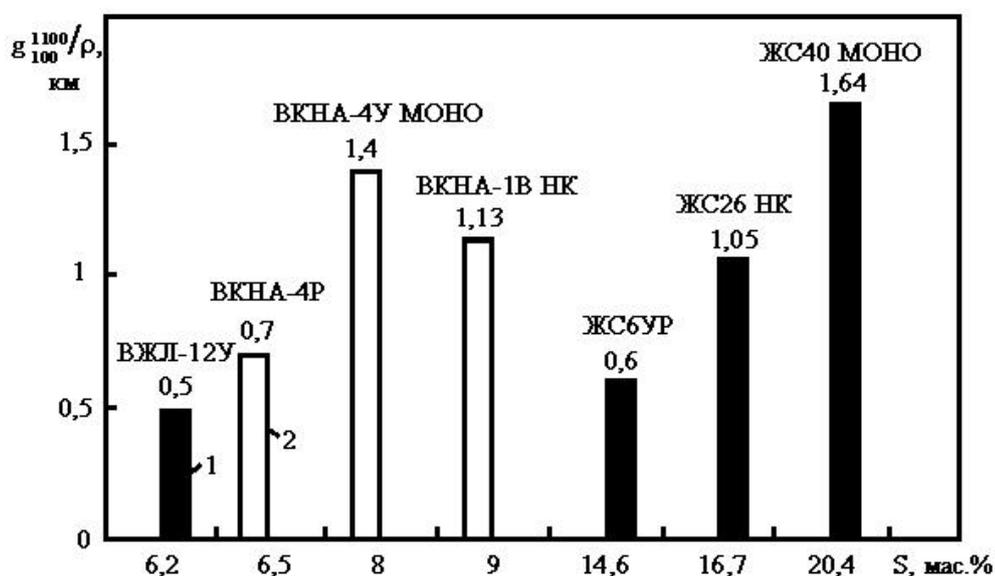


Рисунок 1.10 Удельная прочность при 1100°C ( $\sigma_{1100}/\rho$ ) и суммарное содержание тугоплавких ЛЭ ( $\Sigma=W+Mo+Nb+Ta+Re$ ) жаропрочных сплавов на основе никеля типа ЖС (1) и сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА (2) [58]

Особенно выделяется из серии сплавов ВКНА экономнолегированный сплав ВКНА-1В, в котором отсутствуют такие дефицитные и тяжелые элементы, как кобальт, тантал и рений, а содержание вольфрама не превышает 3–4%. Это снижает стоимость сплава, особенно последних модификаций (соотношения по стоимости исходного материала на единицу массы для сплавов ВКНА-1В, ЖС26ВНК, ЖС36 и ЖС32 составляют соответственно 1/1,5/4/16).

В соответствии с рекомендациями паспортов сплав марки ВКНА-4 предназначен для тяжело нагруженных деталей газотурбинных двигателей, работающих в общеклиматических условиях при температурах до 1200°C. Детали получают методом точного литья по выплавляемым моделям, структура отливок равноосная. Сплав марки ВКНА-1В предназначен для литых фасонных деталей с направленной структурой, работающих в общеклиматических условиях в интервале температур 900–1250°C с кратковременными ( $\leq 10$  ч) забросами температуры до 1300°C.

Сплав марки ВКНА-4У предназначен для лопаток турбин с монокристаллической структурой с кристаллографической ориентацией  $\langle 111 \rangle$ , работающих в общеклиматических условиях в интервале температур 900–1150°C.

Замена жаропрочных сплавов на основе никеля на материалы из алюминидов никеля и композиционные материалы с матрицей из них позволит снизить массу статических деталей, а для быстроходных и быстровращающихся деталей в дополнение к этому позволит уменьшить нагрузки от инерционных сил, следовательно, повысить мощность, экономичность и ресурс эксплуатации двигателей на 20-40%. Применение алюминидов никеля дает возможность увеличить срок службы и надежность работы изделий благодаря повышенной жаростойкости, повысить КПД, а также снизить трудоемкость изготовления деталей.

По основным характеристикам механических свойств интерметаллидные литейные (способные также к деформации) сплавы

удовлетворяют требованиям, предъявляемым в промышленности к сплавам для литья не только таких деталей ГТД как сопловые лопатки, створки регулируемого сопла и элементы камер сгорания, дожигания топлива, но и для рабочих лопаток ряда ГТД [60-62].

#### 1.4 Структура сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al

Механические свойства сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al сильно зависят от структуры (макро- и микроструктура, размер структурных составляющих, наличие металлографической и кристаллографической текстур и др.) [16, 63-64].

В структуре сплавов типа ВКНА присутствуют крупные первичные выделения  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>Al неправильной, в том числе «лилиеобразной» формы, образующие цепочки вдоль направления кристаллизации (рис. 1.11 а), между ними расположены ( $\gamma'+\gamma$ ) дендриты, состоящие из изолированных включений  $\gamma'$ - фазы, разделенные непрерывными или прерывистыми прослойками вязкой структурной составляющей, представляющей собой  $\gamma$  твердый раствор на основе никеля (рис. 1.11 б). Внутри  $\gamma$ - прослоек при определенных условиях могут образовываться дисперсные частицы вторичных выделений  $\gamma'$ - фазы размером от 20 нм до 0,2 мкм (рис. 1.11 в). Подобные  $\gamma$ - структуры с  $\gamma'_{вт}$ - выделениями кубической формы характерны для Ni-суперсплавов.

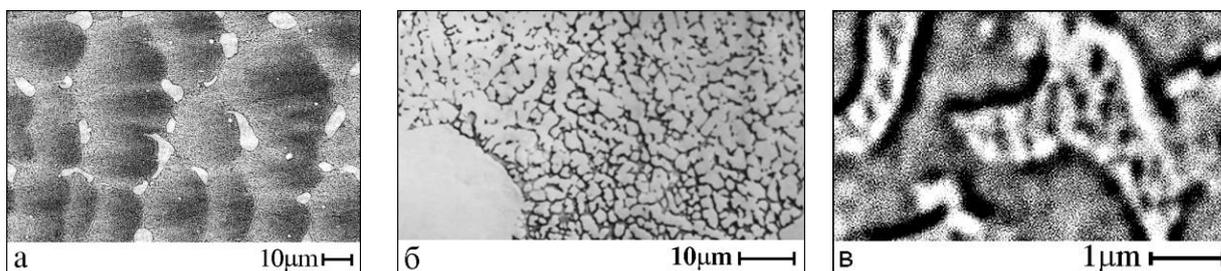


Рис. 1.11 Микроструктура ( $\gamma'+\gamma$ ) сплава на основе  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА. Общий вид после НК (а, б); прослойки  $\gamma$  фазы в  $\gamma'$  матрице (в) [10]

Микроструктура, размер, объемная доля, форма и взаимное расположение структурно-фазовых составляющих, металлографическая и

кристаллографическая текстура зависят от легирования, условий кристаллизации и последующих обработок, условий испытаний или работы в деталях.

**Структура, металлографическая текстура.** Большое влияние на механические свойства оказывают границы зерен, по которым интенсивно развиваются диффузионные процессы [66] и происходит деформация (таблица 1.2, рис. 1.12).

Таблица 1.2 Влияние микроструктуры (наличие макрограниц) на механические свойства сплава ВКНА-1В

Обработка, тип структуры	Свойства при 293К		Долговечность при 1373 К	
	$\sigma_B$	$\delta$ , %	$\sigma$ , МПа	T, ч
ГП, деформир. волокно (1)	1500-1520	34-37	40	0,15; 0,18; 0,20
ГП+1250°C, 10ч, рекристаллиз (2)	1400-1420	24-27	40	2,0; 3,5; 4,0
Равноосное литье, полиэдры (3)	570-670	7-10	50	12; 24; 26; 15
НК, дендриты (4)	640-770	25-30	80	115; 130; 250
Монокристалл <111> (5)	1320-1410	12-17	100	130; 138; 150

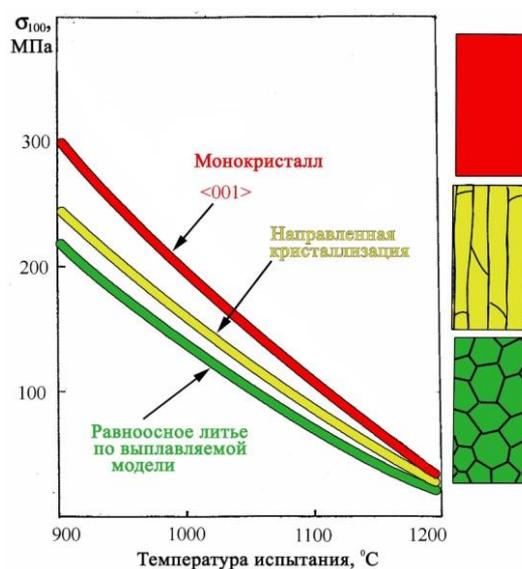


Рис. 1.12 Влияние микроструктуры на 100-часовую прочность сплава типа ВКНА

Как видно из данных таблицы 1.2 и рис. 1.12, уменьшение доли поперечных границ в гетерофазных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавах на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при переходе от структуры деформированного металла (тип 1) к равноосной мелкозернистой структуре рекристаллизованного материала (тип 2), далее к равноосной крупнозернистой структуре литого материала (тип 3), к направленной структуре (тип 4) с большим отношением длины к диаметру зерна (направленная кристаллизация) и, наконец, к монокристалльной структуре (тип 5) обеспечивает резкое повышение характеристик длительной прочности и долговечности материала. Так при 1373 К время до разрушения сплава с монокристаллической структурой в  $\sim 7$  раз больше при вдвое большей нагрузке, чем сплава с равноосной структурой (таблица 1.2) [63, 66].

**Кристаллографическая текстура.** При комнатной температуре монокристаллы с кристаллографической ориентацией (КГО)  $\langle 111 \rangle$ , имеют  $\sigma_{\text{в}}=1320$  МПа,  $E=230$  ГПа,  $\delta=14\%$ , ударную вязкость  $38$  Дж·м<sup>2</sup>. Предел текучести (620 МПа) и временное сопротивление (1320 МПа) сплава с КГО  $\langle 111 \rangle$  при комнатной температуре в 1,5 раза выше соответствующих характеристик монокристаллов из того же сплава с КГО  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$ .

Независимо от КГО монокристаллов ( $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ ), сохраняется аномальная температурная зависимость предела текучести сплава: повышение его до максимума при 800°C, а затем снижение.

У монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$ , с повышением температуры от 20 до 800°C наблюдается характерное для сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ухудшение пластичности: относительное удлинение снижается с 30–55 до 12–14%, а затем резко возрастает при 1000 и 1100°C, что нежелательно для конструкционного материала. У монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  умеренные значения пластичности (удлинение 14–30%) сохраняются во всем температурном интервале 20–1100°C.

**Таким образом** в литейных сплавах на основе  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА для повышения кратковременной и длительной прочности, а также сопротивления ползучести при рабочих температурах задействованы все механизмы, которые

используются и для упрочнения традиционных никелевых ( $\gamma+\gamma'$ ) жаропрочных суперсплавов:

- 1) создание гетерофазной ( $\gamma'+\gamma$ ) структуры с оптимальным мисфитом;
- 2) твердорастворное упрочнение  $\gamma'$ - и  $\gamma$ - фаз основными ЛЭ, которые обеспечивают упрочнение при средних температурах тем большее, чем больше различие в атомных размерах и электронном строении замещаемого атома (Al и/или Ni) и ЛЭ (Hf, Zr, Ti, Ta, Nb, Cr, Mo, W, Fe, Co и др.). При температурах выше  $0,6T_{пл}$  К упрочнение связано с замедлением диффузионных процессов при легировании тугоплавкими «медленными, тяжелыми» металлами (W, Re, Ta, Mo, Ru, Hf, Nb);
- 3) формирование металлографической текстуры (уменьшение протяженности или полное исключение поперечных границ зерен) и создание столбчатых дендритных или монокристаллических структур путем направленной кристаллизации;
- 4) формирование кристаллографической текстуры.

Структура, а, следовательно, и механические свойства литейных ИМ и никелевых сплавов, полученных НК, сильно зависят от таких параметров кристаллизации, как температурный градиент и скорость кристаллизации, скорость охлаждения [1, 3-5, 67-71].

Одним из важных факторов, определяющих структуру и свойства монокристаллов литейных никелевых и ИМ (на основе  $Ni_3Al$ ) сплавов, не подвергающихся деформации, является однородность распределения элементов в слитке, макроликвация, а также дендритная микроликвация, т.е. неравномерное распределение легирующих элементов по сечению дендритной ячейки при однородном распределении элементов по высоте монокристалла и его поперечному сечению. Проблема устранения дендритной микроликвации в никелевых суперсплавах решена путем многоступенчатой термической обработки, включающей длительную гомогенизацию в однофазной области  $\gamma$ - твердых растворов, расположенной между гетерофазной ( $\gamma+\gamma'_{вт}$ ) областью и  $T_{solidus}$ , и последующее чередование циклов

«растворение – старение». Это позволяет сформировать однородные ( $\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$ ) структуры с заданными морфологией и размерами частиц упрочняющей  $\gamma'$ -фазы и оптимальным  $\gamma/\gamma'$  мисфитом [1, 5].

Для монокристаллов ИМ ( $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}+\gamma\text{Ni}$ ) сплавов проведение гомогенизации для устранения дендритной микроликвации невозможно, поскольку они сохраняют сложную гетерофазную структуру вплоть до расплавления.

К моменту начала настоящей работы практически отсутствовали или были неполными и разрозненными данные о влиянии способа введения компонентов в литейные ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавы на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при выплавке и кристаллизации на характер ликвации основных и легирующих элементов в сплавах, данные о влиянии режимов кристаллизации (градиент и скорость кристаллизации) на параметры микроструктуры сплавов типа ВКНА, о влиянии термической обработки на характер микроликвации элементов в литейных сплавах. Отсутствовали данные о характере структурных изменений в процессе циклических испытаний лопаточных сплавов типа ВКНА при знакопеременных нагрузках, при термоциклировании.

В последние годы центр тяжести работ, направленных на повышение механических свойств и служебных характеристик жаропрочных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА-1В, ВИН, IC221М, IC6SX, основные системы легирования которых можно считать устоявшимися (см. таблицу 1.1), переместился с разработки новых композиций (хотя активно продолжают работу по изучению влияния микролегирования, преимущественно химически активными ЛЭ) на изучение особенностей структурно-фазовых превращений и стабильности формирующихся в сплавах структур в различных условиях обработки.

Начали появляться работы, направленные на изучение влияния параметров кристаллизации [69-70, 72-73], термической обработки или высокотемпературных испытаний на структурно-фазовое состояние и свойства монокристаллов ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов различных типов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [71, 74-75], в

том числе влияния воздействия высоких температур на структуру в условиях испытаний на длительную прочность, ползучесть [76].

### **Выводы к главе 1**

1. Алуминид никеля  $\text{Ni}_3\text{Al}$  обладает благоприятным сочетанием пластичности при низких и средних температурах и жаропрочности при температурах выше  $1000^\circ\text{C}$ . Высокая термическая стабильность сплавов определяется сохранением двухфазной структуры вплоть до предплавильной температуры ( $T_{\text{solidus}}$ ). Сплавы на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  имеют более низкую плотность более высокую стойкость к окислению, чем никелевые суперсплавы, благодаря более высокому содержанию алюминия. Данные сплавы имеют более простой и экономичный состав в отличие от ЖНС.

2. Основным недостатком алуминида никеля  $\text{Ni}_3\text{Al}$  является низкая пластичность при комнатной температуре.

## Глава 2. Исходные материалы и методы исследования

### 2.1 Материалы и методы получения

Составы сплавов на основе  $Ni_3Al$  и суммарное содержание в них тяжелых тугоплавких легирующих элементов приведены в таблице 1.1 в главе 1. Изготовление образцов и проведение испытаний производилось на базе ФГУП ВИАМ и ФГУП ЦИАМ согласно действующим в отрасли ГОСТам. Исследование структурно-фазового состояния производилось в ИМЕТ РАН.

**Шихтовые материалы.** Сплавы на основе  $Ni_3Al$  выплавляли из шихтовых материалов чистотой 99,5-99,9%. Для выплавки сплавов использовали следующие шихтовые материалы: никель марки Н1, алюминий марки А99, электролитический хром марки ЭРХ-1, молибден металлический в виде штабиков марки МШ-В, йодидный цирконий, лигатура Ni-10% мас. В, лигатура NiLa.

**Выплавка.** Шихтовые заготовки в виде слитков диаметром 60 мм и массой 10 кг получали методом вакуумной индукционной плавки (ВИП) с кристаллизацией в футерованной чугунной изложнице. Шихтовые заготовки изготавливали ВИП в ФГУП ВИАМ в вакуумной индукционной печи VIM 50 (рис. 2.1).



Рис. 2.1 Вакуумная индукционная печь VIM 50 (ALD Vacuum Technologies)

Печь имела следующие характеристики: тигель ёмкостью 350 кг, дозатор для присадки ЛЭ, оборудование для пробоотбора металла по ходу

плавки, система фильтрации металла во время его слива. Печь оснащена компьютерным управлением.

Равномерность распределения компонентов в объеме материала обеспечивалась постадийным введением компонентов в шихту и расплав с учетом их реакционной способности и выдержкой расплава на разных этапах переплава при температурах 1480-1580<sup>0</sup>С по 10 минут и электромагнитным перемешиванием в течение 2-5 минут. Вакуум в процессе переплава был не хуже  $4 \times 10^{-3}$  мм рт. ст., разливку расплава осуществляли в инертной атмосфере аргона при давлении 6,7-9,4кПа (50-70 мм рт. ст.).

Перед последующими операциями шихтовую заготовку протачивали по поверхности на глубину 1-2 мм для удаления слоя, контактирующего с чугуном, затем разрезали на мерные заготовки весом по 2 кг для последующего переплава. Проводили химический анализ сплава на основные и легирующие элементы, газовый анализ на кислород; содержание лантана в сплавах не определялось (приводится по шихте). Содержание примесей в сплавах составляло не более (масс. %): 0,005 S, 0,015 P, 0,003 Sb, 0,003 Sn, 0,001 Pb, 0,4 Si,  $\leq 0,015$  O. После контроля химического состава литые прутки расплавляли в ВИП для последующей направленной кристаллизации с температурным градиентом 60, 80 и 150<sup>0</sup>С/см и скоростью кристаллизации 5, 10 и 20 мм/мин (скорость охлаждения 30-300<sup>0</sup>С/мин) от затравки с кристаллографической ориентацией (КГО)  $\langle 111 \rangle$  или  $\langle 001 \rangle$ . После направленной кристаллизации исследовали прутки диаметром  $\varnothing=16$  мм и длиной 170÷180 мм без макроразрывов, удовлетворяющие следующим условиям: отклонение от заданного направления КГО  $\leq 10^\circ$ , разориентация между блоками  $\leq 6^\circ$ .

## **2.2 Методы исследования структуры, фазового состава и свойств**

Образцы сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al диаметром 16 мм и высотой 5 мм отрезали от монокристалльных заготовок, запрессовывали в бакелит на приборе для горячей запрессовки Орал 400. Приготавливали поперечные шлифы. Для

исследования структуры сплавов шлифы готовили стандартным способом: последовательной обработкой плоской поверхности образцов на грубой и тонкой шлифовальной бумаге и дальнейшей полировкой с использованием алмазной суспензии с размером частиц 6 мкм, 3 мкм и 1 мкм и суспензии final на автоматической шлифовальной машине Saphir 250 с последующим выявлением структурных составляющих химическим травлением.

Процедура травления шлифов заключалась в однократном нанесении травителя  $\text{HCl}$  (100мл) +  $\text{CuSO}_4$  (20г) +  $\text{H}_2\text{O}$  (100мл) на поверхность образца в течение 10-15 секунд, после каждого травления шлиф тщательно промывался под струей воды.

Для исследования тонкой структуры готовили фольги. Предварительное утонение образцов производилось стандартным способом: последовательная обработка плоской поверхности образцов на грубой и тонкой шлифовальной бумаге. После утоньшения образцов до 100 мкм выбивали фольги диаметром 3 мм.

Электролитическая полировка и травление образцов (фольг) проводились на приборе TenuPol-5 в растворе ледяной уксусной и хлорной кислот (в соотношении 8:2 соответственно).

**Микроструктурный анализ** проводили с помощью оптической микроскопии (ОМ) на инвертированном металлографическом микроскопе "Olympus" модели GX51 при увеличениях от 50 х до 1000 х, применяя методы количественной металлографии для определения объемных долей структурных составляющих (компьютерная программа Atlas) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Carl Zeiss LEO-1420, JEOL JSM-840 и FEI Scios. Растровую электронную микроскопию проводили в режимах вторичных (SE). Исследование тонкой структуры образцов проводилось методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Tescan G2 F20 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ. Использовались следующие методы получения изображения в просвечивающей (в том числе высокоразрешающей) электронной

микроскопии: а) светлопольного и темнопольного изображения; б) просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) с регистрацией высокоугловых рассеянных электронов.

**Рентгеновский фазовый анализ (РФА)** применяли для определения фазового состава образцов. РФА проводили на рентгеновском дифрактометре "Ultima IV". Данные обрабатывали с помощью программного комплекса КО-ИМЕТ. Для идентификации фаз использовались данные POWDER DIFFRACTION FILE (картотека ASTM).

**Определение кристаллографической ориентации** заготовок осуществляли рентгеновским методом на установке ДРОН-3.

**Микрорентгеноспектральный анализ (МРСА)** проводили для изучения распределения элементов в различных фазах и на фазовых границах на сканирующем электронном микроскопе СЭМ MSM-5 типа МИНИ-СЭМ, на СЭМ в комплекте с рентгеноспектральным микроанализатором "Супер-зонд" JXA-733 (максимальные размеры исследуемых образцов составили: диаметр 15 мм, высота 10 мм), а также на СЭМ фирмы «Cambridge Instrument» с приставкой «Link Pentafit» на приборе «LEO-430». Распределение элементов определяли по концентрационным линиям распределения интенсивности  $K_{\alpha}$  Ti, Al,  $L_{\alpha}$  Hf, Zr, Nb, Ta, V,  $K_{\alpha}$  Si, C, B, O, N при ускоряющем напряжении 15-25 кВ. Диаметр электронного зонда – 1-5 мкм, относительная точность количественных определений – 1-5%.

**Термическую обработку (ТО)** сплавов проводили в печах типа СНОЛ в воздушной атмосфере при температурах 1000-1300°C (погрешность  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ), охлаждение на воздухе. Образцы помещались в нагретую печь.

**Испытания на растяжение** при комнатной и повышенной температурах проводили в ВИАМ по стандартным методикам (ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение» и ГОСТ 9651-84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение при повышенных температурах» соответственно) на цилиндрических образцах с диаметром и длиной рабочей части 5 и 25 мм соответственно. Приводимые значения на каждую точку для

кратковременных испытаний взяты как среднее для не менее трех образцов.

**Длительные высокотемпературные испытания на долговечность** проводили в ВИАМ по стандартным методикам (ГОСТ 10145-81 «Металлы. Метод испытания на длительную прочность») на компьютеризированных стендах ZST2/3-ВИЭТ на цилиндрических образцах с диаметром и длиной рабочей части 5 и 25 мм соответственно.

Испытания на **малоцикловую усталость (МЦУ)** на базе  $10^4$  циклов проводили в ВИАМ при температурах 20, 750 и 950°C при «мягком» нагружении в «пульсирующем» режиме (повторное растяжение, коэффициент асимметрии цикла  $R=0,1$ , частота нагружения 1 Гц) на гладких разрывных 5-кратных образцах круглого сечения с резьбовыми захватами (диаметр рабочей части 5 мм) на машине PSB-10 (ГОСТ 25.502-79 «Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость»). Значения условных пределов МЦУ определяли как среднее из 12 образцов.

Испытания на **малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении (термоциклирование)** были проведены в ЦИАМ по методике Коффина в соответствии с требованиями стандартов (ГОСТ 25.505-85 «Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытаний на малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении»). Испытания проводились при «мягком» нагружении (при контролируемом напряжении в цикле). Нагрев образцов осуществлялся прямым пропусканием электрического тока плотностью  $J < 30$  А/мм<sup>2</sup>. Использовали режим пилообразного цикла изменения температуры (подъем от 100°C до  $T_{max}$  в течение 10 сек, снижение – 45 сек; средняя скорость нагрева образцов 80°C/сек. (рис. 2.2, 2.3) [77]. Испытания монокристаллических образцов из сплава ВКНА-1В на термоусталость проводили при границах термоцикла 100↔850°C, 100↔1100°C при различных значениях размаха напряжений в термоцикле  $\Delta\sigma_{терм}$  (сумма максимального

сжимающего напряжения при нагреве и растягивающего напряжения при охлаждении).

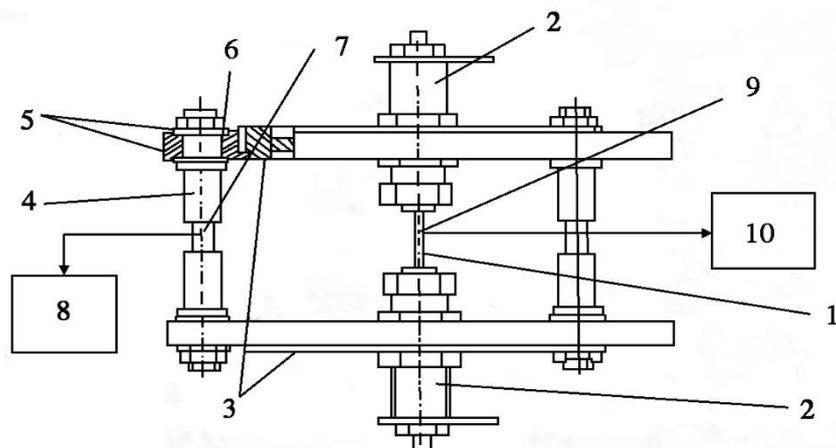


Рис. 2.2 Схема установки П-651 для испытаний на термоусталость.

1- образец, 2- захваты, 3- мембраны изменяемой жесткости, 4- динамические стойки, 5 и 6- электроизолирующие шайбы, 7 и 8- тензодатчик и регистрирующий прибор, 9 и 10- термопара и регистрирующий прибор

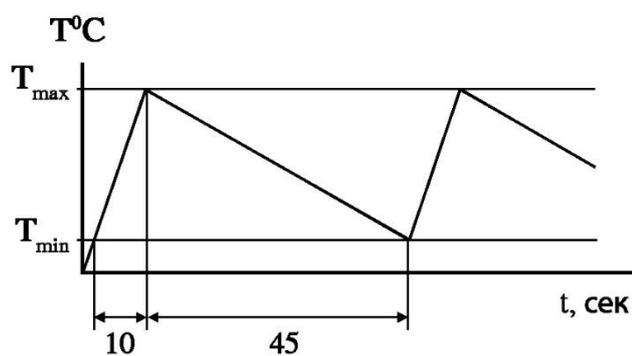


Рис. 2.3 Изменение температуры в цикле в процессе испытаний

### **Глава 3. Влияние способа получения и кристаллизации сплавов на основе $\text{Ni}_3\text{Al}$ на характер распределения компонентов, структуру и свойства монокристаллов**

Одним из способов повышения рабочих температур изделий из литейных сплавов типа ВКНА, увеличения их долговечности, выносливости при статических и циклических нагружениях, стойкости к термоудару и термоциклированию является совершенствование способа выплавки и режимов кристаллизации этих многокомпонентных сплавов. Необходимо обеспечить равномерное распределение основных и легирующих элементов в макрообъемах по высоте слитка (лопатки или другой детали), полученного направленной кристаллизацией, и в микрообъемах. Должны быть обеспечены полнота растворения ЛЭ в расплаве, полнота растворения в  $\gamma'$ - и  $\gamma$ - твердых растворах, а также равномерное распределение в материале высоко активных и поверхностно активных ЛЭ, практически нерастворимых ни в  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ , ни в  $\gamma\text{Ni}$ , образующих термодинамически стабильные избыточные фазы. Необходимо формирование совершенной структуры этих гетерофазных ( $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}+\gamma\text{Ni}$ ) сплавов, полученных направленной.

Неравномерное распределение компонентов сплава во всех литых НК сплавах практически неизбежно. Одной из причин является неравномерное распределение тугоплавких и легкоплавких элементов в расплавах, что может привести к формированию крупных выделений топологически плотно упакованных (ТПУ) фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ, и к усилению дендритной микроликвации. Равномерное распределение основных и легирующих элементов в микрообъемах может быть обеспечено созданием условий для полного растворения элементов в расплаве, что может быть достигнуто: (1) высокотемпературной длительной выдержкой расплавов при температурах выше начала образования в расплаве кластеров и зародышей тугоплавких карбидов и оксидов или (2) введением компонентов сплава в шихту и расплав постадийно, с учетом их температур плавления и реакционной активности [11]. В настоящей работе исследовали строение и

свойства сплавов для улучшения свойств которых был использован второй вариант.

### 3.1 Выбор способа введения основных и легирующих элементов при получении заготовок сплавов на основе алюминида никеля методом вакуумной индукционной плавки (ВИП)

Для выявления преимуществ того или иного способа введения основных и легирующих элементов при выплавке сплавов с точки зрения формирования равномерной термостабильной структуры и повышения механических свойств жаропрочных интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$  были выбраны экономно легированные тугоплавкими металлами литейные сплавы ВКНА-1В и ВКНА-25 (табл. 3.1) с минимальным содержанием углерода (0,02 мас. %).

Таблица 3.1 Содержание (мас. %)\* основных ЛЭ в сплавах (Ni-основа)

Сплав	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re	W+Re+Mo
ВКНА-1В	8,6	1,6	5,7	-	3,1	3,5	-	6,6
ВКНА-25	8,37	0,52	5,7	4,5	5,14	3,0	1,6	9,74

Примечание. \* В шихту сплавов дополнительно вводили РЗМ (мас. %): 0,015% в сплав ВКНА-1В и 0,2% в сплав ВКНА-25.

При разработке способа выплавки, обеспечивающего равномерное распределение компонентов в расплаве, учитывали реакционную активность и температуры плавления вводимых в шихту и расплав компонентов, поскольку это определяет тип и последовательность протекания реакций сплавообразования в расплавах и при кристаллизации.

Никель и такие металлы VI, VII и VIII групп, как W, Re, Mo, Cr и Co, можно отнести к реакционно инертным элементам. К высоко активным легирующим элементам могут быть отнесены металлы III и IV групп Al, Ti (Zr), (непременные компоненты жаропрочных сплавов на основе никеля и алюминида никеля), а также переходные металлы III группы, включая

редкоземельные металлы (РЗМ), где РЗМ = Sc, Y, La и лантаниды, которые приобретают все большую популярность при легировании жаропрочных никелевых суперсплавов и сплавов на основе алюминидов никеля  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

Поскольку атомные радиусы РЗМ значительно больше, чем у Al и, тем более Ni, РЗМ практически не растворяются в твердых растворах на основе алюминидов никеля  $\gamma\text{Ni}_3\text{Al}$ ,  $\beta\text{NiAl}$  и  $\gamma\text{Ni}$ . При кристаллизации они должны локализоваться на дефектных участках структуры – границах раздела разного рода, межфазных границах, в межосных пространствах дендритов и др., образуя избыточные фазы как с никелем и алюминием, так и с элементами примесей (преимущественно с кислородом). Благодаря поверхностной активности РЗМ могут снижать поверхностное натяжение жидкого металла и снижать энергию образования зародышей зерен, увеличивая, таким образом, их количество, должны влиять на зарождение и рост кристаллов при затвердевании, что в свою очередь, должно влиять на механические свойства. Все эти процессы во многом зависят от параметров процесса выплавки сплавов и, в частности, от способа введения в шихту или расплав компонентов, различающихся по температурам плавления и испарения, плотности и реакционной способности.

Для повышения механических свойств (прочность и жаропрочность) литейных жаропрочных сплавов на основе ИМ  $\gamma\text{Ni}_3\text{Al}$ , были опробованы два способа ВИП указанных сплавов, где варьировались последовательность введения в шихту реакционно-инертных и реакционно-активных элементов и способы их введения.

Шихтовые заготовки изготавливали ВИП в ФГУП ВИАМ в вакуумной индукционной печи VIM 50 (рис. 3.1). Печь имела следующие характеристики: тигель ёмкостью 350 кг, дозатор для присадки ЛЭ, оборудование для пробоотбора металла по ходу плавки, система фильтрации металла во время его слива. Печь оснащена компьютерным управлением.



Рис. 3.1 Вакуумная индукционная печь VIM 50 (ALD Vacuum Technologies)

Конструкция печи позволяет регулировать режим выплавки, обеспечивающий поддержание состава выплавляемых сплавов в узких пределах легирования и варьировать последовательность введения в расплав легирующих элементов, сохранять вакуум  $\sim 5 \times 10^{-4}$  мм рт. ст. Это позволяет снизить содержание примесей N, P, S (в 2-3 раза ниже допустимого), Sb, Bi, Sn (на 2-3 порядка ниже) и снизить различия в содержании основных и ЛЭ по высоте заготовки до величин, не превышающих ошибки опыта.

**Выплавка заготовок по I способу** (стандартная процедура), предполагает введение в тигель вакуумной индукционной печи всего Al (совместно Ti + Zr + Al) в шихту, состоящую из Ni, Co, Cr, W, Mo, Re и очищенного лома. Исследование показало, что при нагреве до 1480-1500°C происходит интенсивный алюмотермический разогрев шихты и образующегося расплава до высоких температур ( $\sim 1750-1850^\circ\text{C}$ ), что является нежелательным, поскольку препятствует удалению углерода и кислорода в виде CO, так как образуются тугоплавкие карбиды вольфрама, молибдена, титана, циркония. Кроме того, происходит опускание на дно расплава (и слитка) тяжелых тугоплавких ЛЭ (вольфрам, рений), которые не успевают прореагировать с расплавившимся алюминием, раствориться в расплаве. РЗМ, вводимые при последующей НК, практически не влияют на содержание и

распределение кислорода в расплаве и не меняют характер и количество выделившихся первичных выделений  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>Al [11].

Структура сплава ВКНА-1В, изготовленного способом I, приведена на рис.3.2. В образцах формируется ячеисто-дендритная структура. Дендриты представляют собой  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>Al матрицу, участки которой разделены сплошными или прерывистыми прослойками  $\gamma$  твердого раствора на основе  $\gamma$  Ni. В междендритных пространствах расположены первичные выделения  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>Al, которые иногда рассматривают как вырожденную эвтектику  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$ .

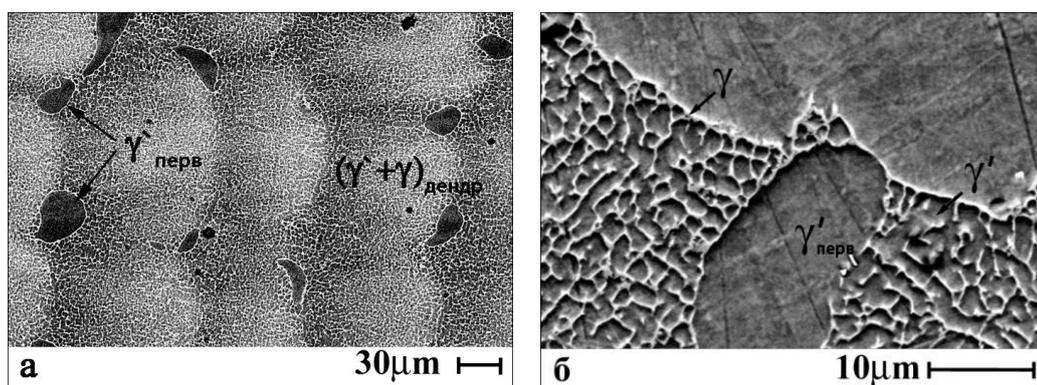


Рис. 3.2 Микроструктура ( $\gamma' + \gamma$ ) сплава ВКНА-1В после НК. СЭМ

В структуре сплавов типа ВКНА, выплавленных по I способу, наряду с основными фазами  $\gamma'$  и  $\gamma$ , обнаружены довольно крупные частицы, беспорядочно расположенные в объеме металла, представляющие собой дополнительные фазы, преимущественно с топологически плотно упакованной кристаллической решеткой (рис. 3.3).

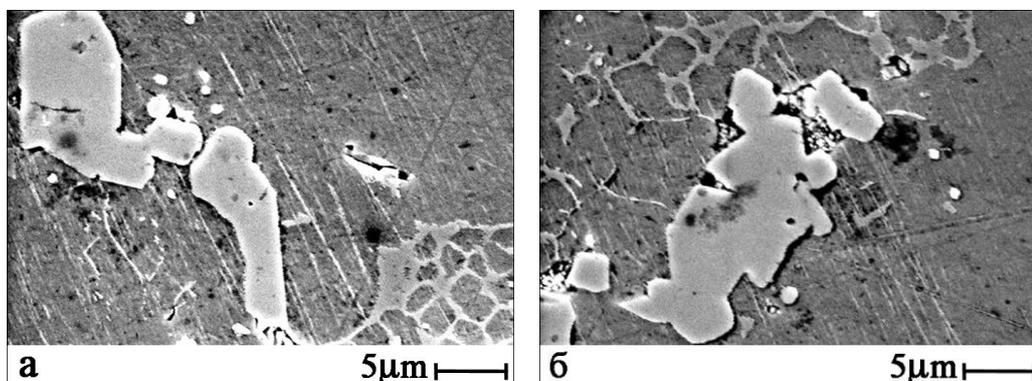


Рис. 3.3 Включения ТПУ фаз в сплаве типа ВКНА, выплавленном по I способу

Согласно данным МРСА, состав включений фаз на рис. 3.3 соответствует примерной формуле  $\text{Ni}_{35}\text{Mo}_{34}\text{Cr}_{14}\text{W}_{8,7}\text{Al}_4\text{Si}_3\text{Ti}_{1,3}$  (данные приведены на основании анализа нескольких включений этого типа). Они обогащены тугоплавкими элементами (хромом) и содержат никель, алюминий, кремний и титан. Эти включения представляют собой ТПУ фазу, являющуюся твердым раствором на основе  $\delta$ -фазы в системе Mo-Ni. Еще более интенсивно идет образование выделений ТПУ фаз в сплавах, дополнительно легированных кобальтом и рением, способными образовывать  $\sigma$ - и  $\chi$ -фазы с другими тугоплавкими металлами (W, Mo) [78].

**Выплавка по II способу** предусматривает поэтапное введение элементов в шихту и расплав при ВИП для протекания реакционного сплавообразования в оптимальной последовательности. На первой стадии в шихту вводили химически неактивные (реакционно-неактивные) элементы Ni, W, Mo, Re, в том числе через лигатуры типа  $\text{W}_x\text{Ni}_y$ , более легкоплавкие и с меньшей плотностью, чем ЛЭ (W, Re), чтобы устранить необходимость перегрева расплава и предотвратить опускание тяжелых элементов в донную часть ванны. На второй стадии последовательно вводили 2-3 порциями весь Cr и весь Ti. На третьей стадии последовательно вводили 3-4 порциями химически активные (реакционно-активные) легирующие элементы, образующие термодинамически стабильные оксиды (первые порции Al вместе со всем Zr и Ti, последняя порция Al вместе со всем La или другими РЗМ) в виде лигатуры NiLa (для предотвращения их «выгорания» на стадии загрузки в шихту). Выдержки расплава между стадиями и перед разливкой в чугунные кокилы (для получения заготовок для последующей НК) при 1500-1550°C составляли 5-10 мин. В некоторые образцы лигатуру NiLa вводили при НК (при расплавлении заготовки в вакуумной индукционной печи перед НК) [11].

Разработка способа введения при ВИП элементов с учетом их реакционной способности, контроль состава расплава в процессе ВИП обеспечили получение шихтовых заготовок для изготовления

монокристаллов, а также получение из них методом ВГНК деталей с равномерным распределением компонентов сплава по их длине и сечению.

*Исследование влияния способа введения компонентов в шихту при выплавке заготовок на структуру и свойства полученных из них монокристаллов* показало, что в НК сплавах с 0,015 % La из заготовок, выплавленных по способу II, происходит измельчение выделений ТПУ фаз и изменение их морфологии [10, 78].

Исчезают крупные включения ТПУ фаз, типа представленных на рис. 3.3, аккумулирующие тугоплавкие металлы и являющиеся потенциальными источниками зарождения трещин. Образуются субмикронные округлые и плоские выделения фаз с упорядоченной ОЦК структурой (200-500 нм), содержащие тугоплавкие элементы (рис. 3.4 а). Округлые типа  $\sigma$ -фаз включения на рис. 3.4 а, и компактные включения неправильной формы на рис. 3.4 г (линейный размер  $\sim 500$  нм) обогащены хромом (рис. 3.4 в и 3.4 д соответственно).

Кроме упомянутых дополнительных фаз, содержащих тугоплавкие элементы, в монокристаллах из выплавленных по способу II заготовок, легированных 0,1-0,2 % La, образуются дисперсные выделения лантанидов никеля (рис. 3.5 а) и алюминия (рис. 3.5 б) и наноразмерные частицы (10-20 нм) карбида лантана  $\text{La}_2\text{C}_3$  на дислокациях в  $\gamma$ -прослойках (рис. 3.5 в).



предотвратило образование в монокристаллах крупных включений дополнительных фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ и служащих концентраторами напряжений, привело к измельчению некоторых структурных элементов и формированию наноразмерных выделений дополнительных интерметаллидных фаз, дополнительно стабилизирующих структуру, что обеспечило повышение характеристик жаропрочности, что показано на примере сплава ВКНА-1В (табл. 3.2).

Таблица 3.2 Влияние способа вакуумной индукционной плавки заготовок сплава ВКНА-1В на характеристики кратковременной прочности при 1000, 1100 и 1200°С монокристаллов с КГО <111>, легированных лантаном

La, % мас.	Т, °С	$\sigma_{0,2}$ , МПа		$\sigma_b$ , МПа		$\delta$ , % (среднее)	
		I	II	I	II	I	II
0,1	1000	440	507-540	540	596-618	32	28
	1100	360	405-440	420	457-500	24	25
	1200	196	215	250	275-283	31	28
0,3	1000	410	400-430	510	500-527	32	29
	1100	330	390-407	400	450-473	20	28
	1200	150	155	180	250	25	30

Из таблицы 3.2 видно, что свойства сплава на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ , полученного по способу II, при котором происходит дробное постадийное введение в сплав основных и легирующих элементов при ВИП, выше по сравнению со сплавами, выплавленными по способу I, при котором в шихту ВИП одновременно загружают все компоненты сплава, а лантаносодержащую лигатуру (NiLa) вводят при НК в заготовку с полностью сформированной структурой.

### 3.2 Влияние условий кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплавов типа ВКНА с различной кристаллографической ориентацией

Исследование проводили на двух сплавах: ВКНА-1В и ВКНА-25 (содержит кобальт и рений) с микроприсадками РЗМ. Условно сплавы обозначили как сплавы I типа (ВКНА-1В) и II типа (ВКНА-25). Сплавы, составы которых приведены в таблице 3.1, были изготовлены по разработанному способу выплавки (см. раздел 3.1), обеспечивающему равномерное распределение компонентов сплава в микрообъемах монокристаллических образцов. Составы сплавов подобраны таким образом, чтобы в них была сформирована термически стабильная до температур начала плавления структура естественного эвтектического композита при содержании фаз (85-90) об. %  $\gamma'$  и (10-15) об. %  $\gamma$ .

Структурно-фазовое состояние и, следовательно, механические свойства литейных ИМ сплавов, полученных НК, не подвергающихся деформации, сильно зависят от таких параметров кристаллизации, как температурный градиент ( $G$ , °C/см) и скорость кристаллизации ( $R$ , мм/мин) или скорость охлаждения при кристаллизации ( $G \cdot R$ , °C/мин), а также от температурно-временных параметров термической обработки литых изделий.

**Характерные микроструктуры монокристаллов жаропрочных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов** системы Ni-Al-Cr-Mo-W-Ti(Zr)-(Co)-(Re)-La(B) в состоянии после НК по различным режимам приведены на рис. 3.6 и 3.7.

Монокристаллы сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 независимо от скорости охлаждения при кристаллизации, имеют ячеисто-дендритную структуру, которая представляет собой двухфазные ( $\gamma'Ni_3Al+\gamma Ni$ ) – дендриты. В дендритах участки  $\gamma'Ni_3Al$  матрицы разделены тонкими (иногда прерывистыми) прослойками твердого раствора на основе никеля  $\gamma Ni$  [79].

В междендритном пространстве (сплав ВКНА-1В) формируются крупные включения первичных выделений  $\gamma'Ni_3Al_{перв}$ .

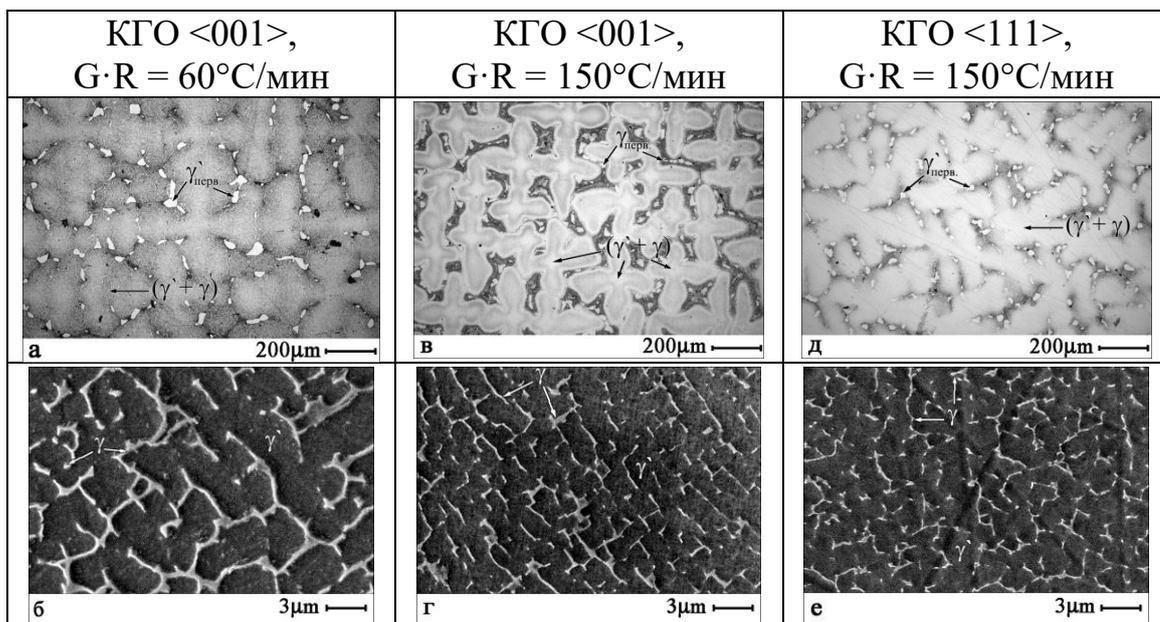


Рис. 3.6 Структура монокристаллов ВКНА-1В с КГО <001> (а-г), <111> (д, е), G = 60°С/см (а, б) и 150°С/см (в-е) при R = 10 мм/мин. РЭМ

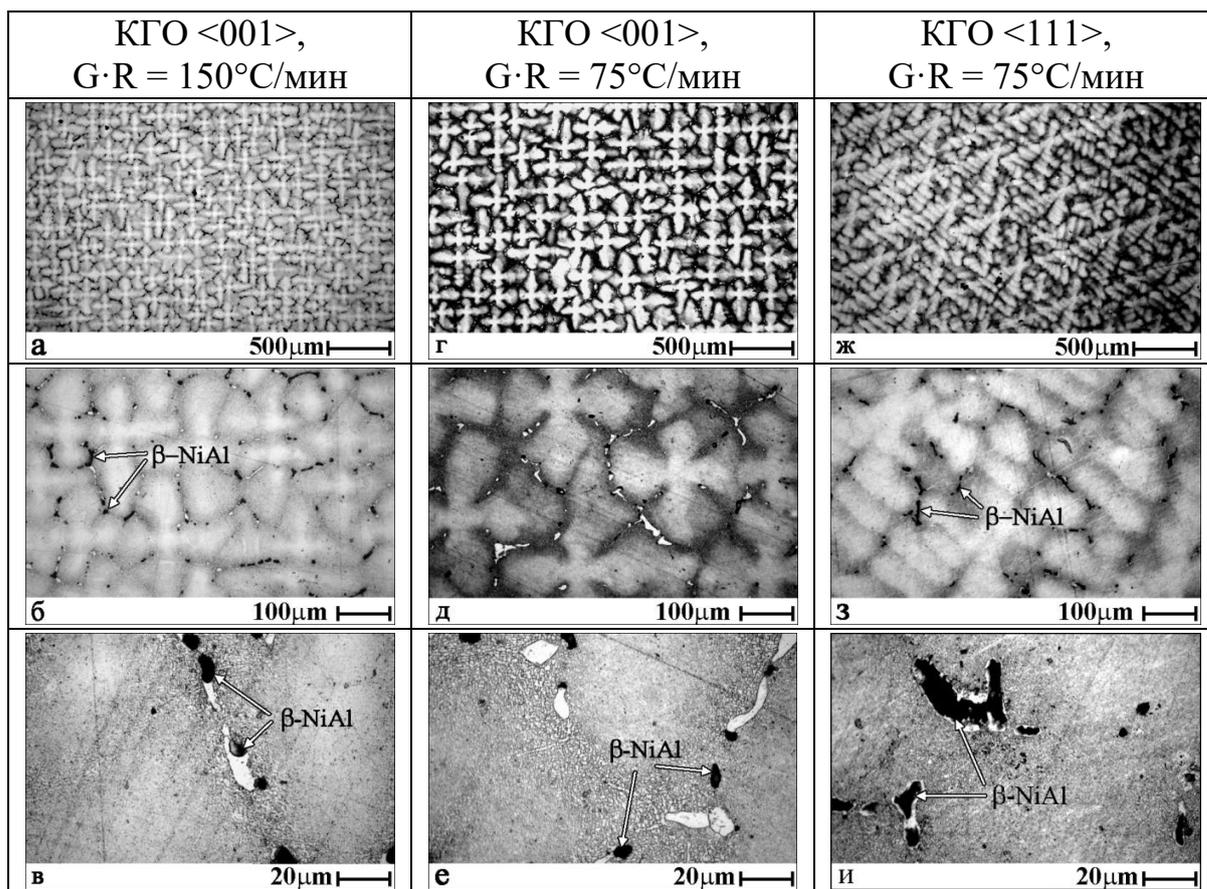


Рис. 3.7 Структура монокристаллов сплава ВКНА-25 с КГО: <001>, G = 150°С/см, R=10 мм/мин (а-в); <001>, G = 150°С/см, R=5 мм/мин (г-е); <111>, G = 150°С/см, R=5 мм/мин (ж-и). ОМ

Кристаллизация сплава ВКНА-25 заканчивается образованием в междендритном пространстве двухфазных выделений  $\gamma'Ni_3Al$ , внутри которых расположены выделения, обогащенные алюминием, обозначенные на рисунках как  $\beta NiAl$ .

Однофазные включения (рис. 3.6) можно трактовать, как вырожденную эвтектику [ $L \leftrightarrow (\gamma' + \gamma) + \gamma'$ ], если кристаллизация идет по первому варианту (рис. 1.1 а), двухфазные включения (рис. 3.7) - как вырожденную эвтектику [ $L \leftrightarrow (\gamma' + \beta) + \beta$ ], если кристаллизация идет по второму варианту (рис. 1.1 б).

Основные различия в структуре образцов ВКНА-1В и ВКНА-25, полученных с различной скоростью кристаллизации, касаются размера структурных составляющих. На поперечных шлифах определяли междендритное расстояние между осями первого порядка, размер первичных выделений  $\gamma'_{перв}$  или  $(\gamma' + \beta)_{перв}$ , сформировавшихся при кристаллизации в междендритных пространствах, размер  $\gamma'$ -участков в дендритах, разделенных  $\gamma$ -прослойками как в межосном (междендритном) пространстве, так и в осях дендритов, толщину  $\gamma$ -прослоек. В осях дендритов  $\gamma'$ -участки в 1,5-2 раза мельче, чем в междендритном пространстве (рис. 3.6 - 3.8).

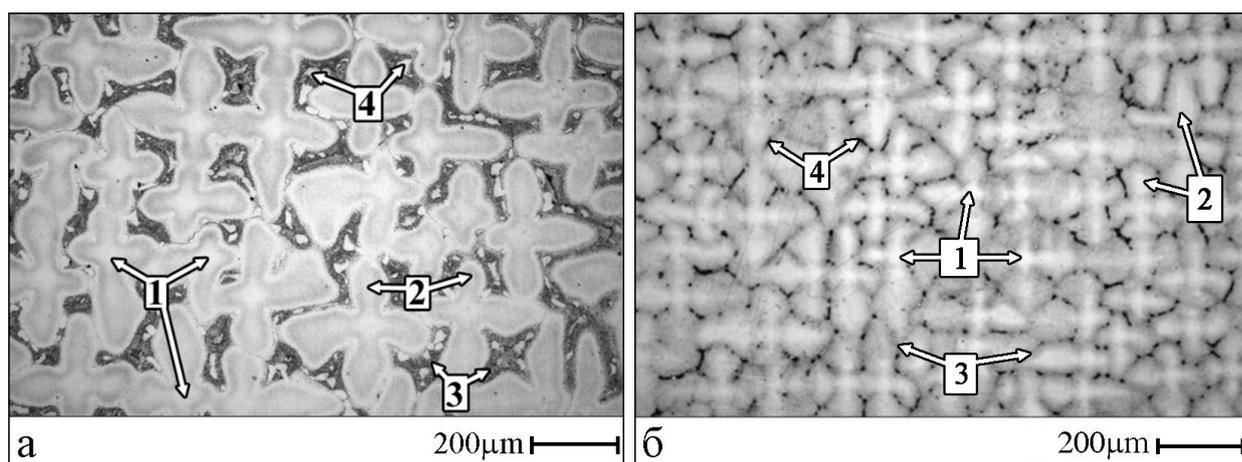


Рис. 3.8 Микроструктура монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  сплавов ВКНА-1В (а) и ВКНА-25 (б), полученных НК со скоростью охлаждения  $150^\circ C/мин$ : 1 - ось дендрита  $(\gamma' + \gamma)$  первого порядка, 2 - ось дендрита  $(\gamma' + \gamma)$  второго порядка, 3 - междендритное пространство, 4 - первичные выделения  $\gamma'Ni_3Al$  в междендритном пространстве. ОМ

В монокристаллах с КГО  $\langle 001 \rangle$  в продольном сечении оси дендритов первого порядка, которые соответствуют кристаллографическому направлению  $\langle 001 \rangle$ , вытянуты вдоль теплового потока и развиты практически на всю длину слитка (образца). Ветви второго порядка расположены поперек теплового потока и поэтому развиты слабее: они выстраиваются рядами вдоль плоскостей (100) и (010) и в поперечном сечении расположены под прямым углом друг к другу (рис. 3.6 а, в, 3.7 а, б, г, д). Монокристаллы с КГО  $\langle 111 \rangle$  не имеют дендритных ветвей, преимущественно развитых в каком-либо одном направлении. При росте такого кристалла в одном и том же направлении  $\langle 111 \rangle$  происходит непрерывное чередование или переход от осей первого порядка в оси второго порядка и наоборот. В результате дендритная структура приобретает форму трехмерной сетки с размером ячейки, соответствующим междендритному расстоянию. Упорядоченное расположение дендритных ветвей в плоскостях (001) проявляется на поперечном шлифе монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  в виде трех систем пересекающихся линий под углом  $60^\circ$ , которые образуют равносторонние треугольники (рис. 3.7 ж).

Исследование показало, что увеличение скорости охлаждения при кристаллизации сплавов типа ВКНА от  $G \cdot R = 60^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$  (в 2,5 раза) приводит к измельчению всех структурных составляющих в 2-3 раза (рис. 3.9). При этом морфология и взаимное расположение структурных составляющих от градиента кристаллизации и скорости кристаллизации не зависят.

Введение кобальта и рения в сплав ВКНА-25 приводит к уменьшению размеров структурных составляющих всех уровней по сравнению со сплавом ВКНА-1В (рис. 3.9). Так величина междендритного расстояния между осями I порядка в сплаве ВКНА-25 на  $\sim 30\%$  меньше, чем в сплаве ВКНА-1В, а размер структурных составляющих остальных уровней для сплава ВКНА-25 примерно в 2-3 раза меньше, чем для сплава ВКНА-1В [80-81].

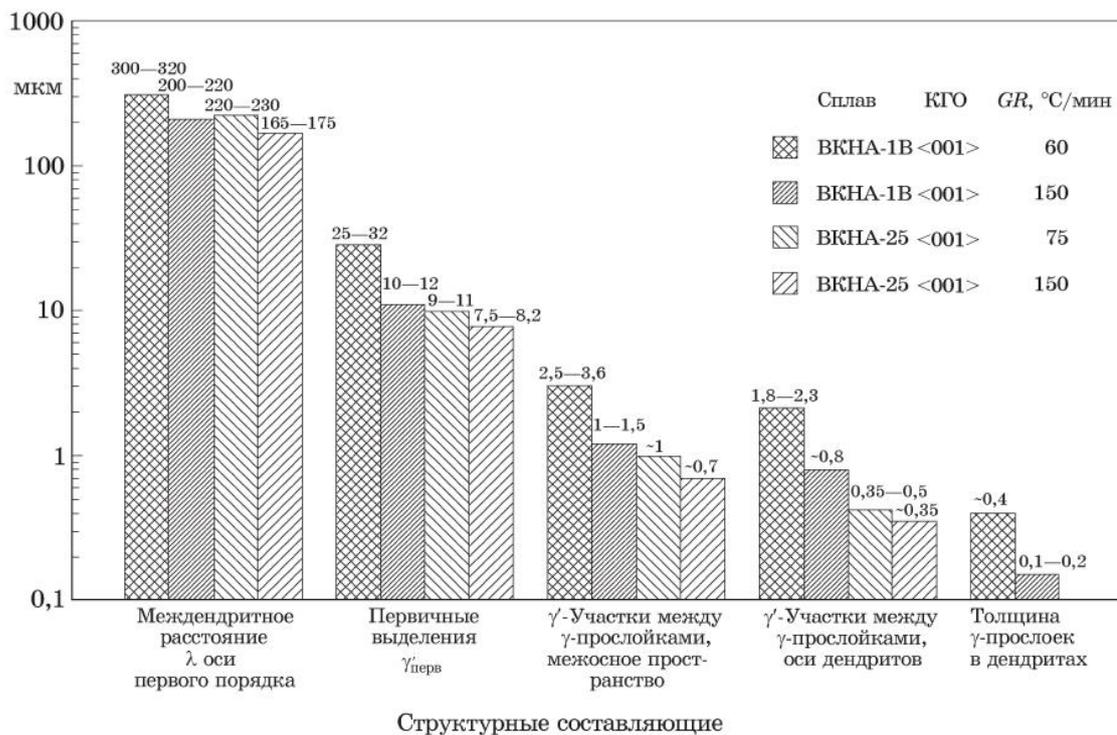


Рис. 3.9 Размер структурных составляющих монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 с КГО <001>, полученных НК с разными скоростями охлаждения

Изучали влияние скорости охлаждения при НК монокристаллов сплавов на степень неоднородности распределения ЛЭ в дендритно-ячеистой структуре монокристаллов.

Для оценки характера распределения ЛЭ между жидкой и твердой фазами при кристаллизации использовали коэффициенты распределения и дендритной микроликвации.

**Коэффициент распределения ( $k_p$ )** определяли как отношение концентраций легирующих элементов в твердой и жидкой фазах ( $c_s$  и  $c_L$  соответственно). В работе  $c_s$  определяли как концентрацию элемента в оси дендрита первого порядка  $c_{од-1}$  в монокристаллах с КГО <001> или  $c_{од}$  в монокристаллах с КГО <111>, в которых оси первого и второго порядка при кристаллизации чередуются. Концентрация ЛЭ в жидкой фазе  $c_L$ , которая соответствовала составу сплава с равномерным распределением элементов в

расплаве, обозначали как  $c_0$ . Таким образом, коэффициент распределения обозначали как:  $k_p = c_{од-I} / c_0$ , или  $k_p = c_{од} / c_0$ .

Для количественной оценки характеристики *степени ликвационной неоднородности по дендритной ячейке* в работе использовали соотношения  $k_{л} = c_{од-I} / c_{мд}$ , (или  $c_{од} / c_{мд}$ ), где  $c_{мд}$  – состав сплава в междендритном пространстве. Исследовали также химические составы в конце осей второго порядка  $c_{од-II}$ . В качестве примера на рис. 3.8 и 3.10 приведено расположение точек определения состава методом МРСА сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 с КГО  $\langle 001 \rangle$ , полученных с различными скоростями охлаждения.

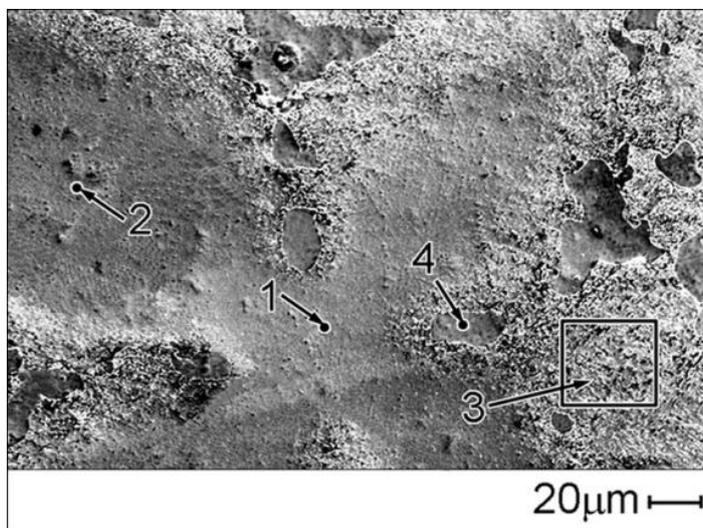


Рис. 3.10 Микроструктура сплава ВКНА-1В (КГО  $\langle 001 \rangle$ ,  $G=60^\circ\text{C}/\text{мм}$ ,  $R=10$  мм/мин.  $G \cdot R=60$   $^\circ\text{C}/\text{мин}$ ), РЭМ: 1 - ось дендрита ( $\gamma'+\gamma$ ) первого порядка, 2 – ось дендрита ( $\gamma'+\gamma$ ) второго порядка, 3 – междендритное пространство, 4 - первичные выделения  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  в междендритном пространстве

Примеры расчета коэффициентов распределения ЛЭ ( $k_p$ ) и коэффициентов дендритной микроликвации ( $k_{л}$ ) для сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 приведены в таблицах 3.3 и 3.4.

Таблица 3.3 Распределение основных ЛЭ и параметры ликвации в монокристалле сплава ВКНА-1В, КГО <001>,  $G=60^\circ\text{C}/\text{см}$ ,  $R=10$  мм/мин ( $G \cdot R = 60$   $^\circ\text{C}/\text{мин}$ )

Параметры ликвации	Содержание элемента, мас. %				
	Al	Ti	Cr	Mo	W
Содержание в сплаве $c_0$ , %	8,6	1,6	5,7	3,1	3,5
Состав сплава в точке 1, $c_{\text{од-I}}$ %	6,67	0,84	5,40	3,54	4,71
Коэф. распредел. $k_p = c_1/c_0$	<b>0,78</b>	<b>0,53</b>	<b>0,95</b>	<b>1,14</b>	<b>1,35</b>
Состав сплава в точке 2, $c_{\text{од-II}}$	6,94	0,86	5,26	3,21	4,76
Коэфф. ликв: $k_L = c_{\text{од-I}}/c_{\text{од-II}}$	0,96	0,98	1,03	1,01	0,99
Состав сплава в точке 3, $c_{\text{мд}}$ , %	7,50	1,70	5,98	3,94	2,62
Коэф. ликвации $k_L = c_{\text{од-I}}/c_{\text{мд}}$	<b>0,89</b>	<b>0,49</b>	<b>0,90</b>	<b>0,89</b>	<b>1,80</b>

Установлено, что уже при скоростях охлаждения  $G \cdot R = 60$  и  $75$   $^\circ\text{C}/\text{мин}$  химические составы осей первого (точка 1 на рис. 3.10) и второго (точка 2) порядка практически одинаковы (см. табл. 3.3), поскольку весь дендритный каркас формируется в достаточно узком интервале температур. В связи с этим при расчете параметров ликвации для сплава типа ВКНА-25 (таблица 3.4) приведены только значения  $c_{\text{од-I}}$ . Расчеты проводили для монокристаллов, полученных с различными скоростями охлаждения (от  $G \cdot R = 60^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $G \cdot R = 300^\circ\text{C}/\text{мин}$ ). В качестве примера приведен расчет для сплава ВКНА-25,  $G \cdot R = 75$   $^\circ\text{C}/\text{мин}$ .

Таблица 3.4 Распределение основных ЛЭ в монокристалле сплава ВКНА-25,  $G \cdot R = 75 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$

Параметры ликвации	Содержание элемента, мас. %						
	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re
Содержание в сплаве $c_0$ , %	8,37	0,57	5,7	4,5	5,14	3,03	1,6
$c_{\text{од-1}}$ %	6,99	0,34	5,48	4,75	4,95	4,17	1,94
$k_p = c_{\text{од-1}} / c_0$	<b>0,84</b>	<b>0,60</b>	<b>0,96</b>	<b>1,05</b>	<b>0,96</b>	<b>1,39</b>	<b>1,21</b>
$c_{\text{мд}}$ , %	8,52	0,68	6,08	4,32	5,38	2,39	0,99
$k_{\text{л}} = c_{\text{од-1}} / c_{\text{мд}}$	<b>0,82</b>	<b>0,50</b>	<b>0,95</b>	<b>1,10</b>	<b>0,92</b>	<b>1,74</b>	<b>1,95</b>

Это коррелирует с данными по никелевым рений содержащим сплавам. Согласно данным [82] коэффициент распределения рения между  $\gamma'$ -фазой и  $\gamma$ -твердым раствором составляет  $k_{\gamma'/\gamma} = 0,08-0,1$ . Такое малое значение коэффициента распределения рения указывает на то, что его содержание в  $\gamma'$ -фазе находится в пределах ошибки измерения и стремится к нулю.

При определении коэффициента дендритной микроликвации  $k_{\text{л}} = c_{\text{од}}/c_{\text{мд}}$ , в сплавах на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  наблюдаются определенные сложности. Это связано с особенностями ячеисто-дендритной структуры интерметаллидных сплавов. Как было показано выше, в междендритном пространстве, на границах между дендритами, расположены довольно крупные первичные выделения частиц  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  (рис.3.6-3.8). Микрорентгеноспектральный анализ частиц первичных выделений  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  на границах ( $\gamma'+\gamma$ )- дендритов в сплавах типа ВКНА-1В и ВКНА-25 (таблица 3.5) показал, что эти частицы содержат повышенное количество Al по сравнению с ( $\gamma'+\gamma$ )-дендритами, растворяют все основные ЛЭ кроме рения. Рений (содержится в сплаве типа ВКНА-25) в первичных выделениях не обнаружен. Он сосредоточен в  $\gamma$  твердом растворе на основе Ni.

Таблица 3.5 Содержание ЛЭ в первичных  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al включениях в междендритном пространстве в сплавах типа ВКНА (МРСА в точке)

Сплав	Содержание ЛЭ, мас.%, Ni - основа						
	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re
ВКНА-1В*	8,77	2,82	3,38	-	2,27	2,43	-
ВКНА-25**	7,66	0,65	5,12	3,75	3,92	3,41	0,02

Примечание: \* - Приведен усредненный состав для образцов сплава ВКНА-1В с  $G \cdot R = (60-150)$  мм/мин. \*\* - Приведен усредненный состав для образцов сплава ВКНА-25 с  $G \cdot R = (30-300)$  мм/мин.

Зависимость коэффициента распределения и коэффициента дендритной микроликвации элементов в сплавах ВКНА-1В и ВКНА-25 от скорости охлаждения при кристаллизации приведена на рис. 3.11 а и 3.11 б соответственно.

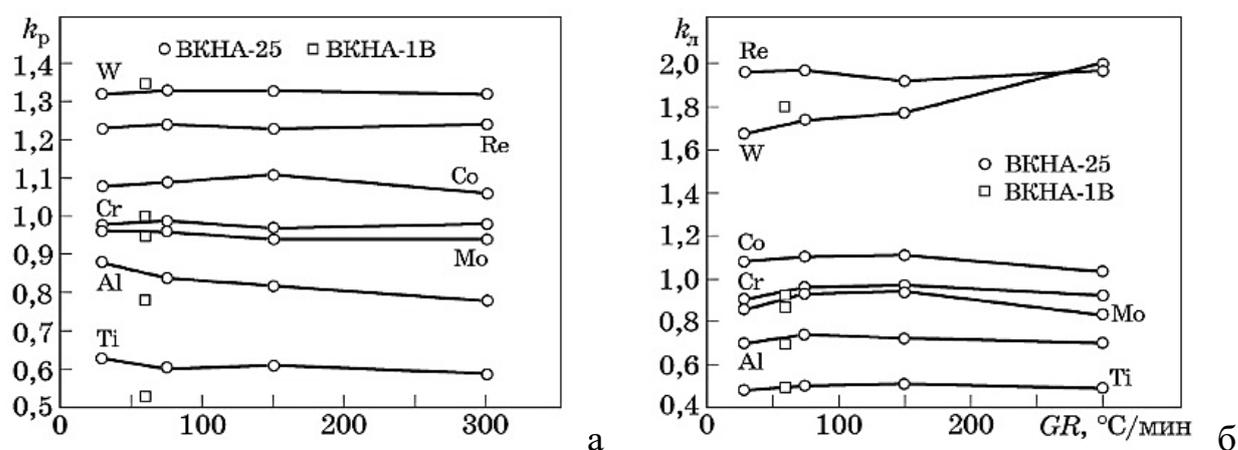


Рис. 3.11 Влияние скорости охлаждения при НК на коэффициент распределения ЛЭ (а) и коэффициент дендритной микроликвации (б) в монокристаллах сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25

Из рис. 3.11 а видно, что коэффициенты распределения всех ЛЭ, кроме алюминия практически не зависят от скорости охлаждения, тогда как для наиболее легкоплавкого компонента Al выявлена четкая зависимость: с увеличением скорости охлаждения  $k_p$  понижается. Обращает на себя

внимание, что коэффициент распределения ЛЭ зависит от соотношения ЛЭ в сплавах: так для сплава ВКНА-1В  $k_p$  более легкоплавких Ti и Al значительно ниже, чем для сплава с 4,5 мас. % Co и 1,6 мас. % Re. Это связано со сложным воздействием ЛЭ на температуру солидус в многокомпонентном сплаве. Коэффициенты дендритной микроликвации  $k_d$  всех ЛЭ за исключением вольфрама также практически не зависят от скорости охлаждения (рис. 3.11 б). Можно отметить наличие слабой тенденции к снижению  $k_d$  для кобальта, хрома и молибдена.

Как видно из рис. 3.11 а для интерметаллидных сплавов на основе  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al соблюдается правило, выведенное для двух- и трехкомпонентных сплавов на основе никеля: если вводимый ЛЭ повышает  $T_{пл}$  металла-основы (Ni), то  $k_p > 1$  и ЛЭ обогащает оси дендритов, причем тем больше, чем больше повышение температуры плавления: Co ( $k_p \sim 1,1$ ), Re ( $k_p \sim 1,25$ ), W ( $k_p \sim 1,35$ ). Если ЛЭ понижает  $T_{пл}$  никеля, то  $k_p < 1$  (ЛЭ обогащает междендритное пространство): Mo (Cr) ( $k_p \sim 0,98$ ), Al ( $k_p \sim 0,75-0,97$ ), Ti ( $k_p \sim 0,5-0,6$ ). Влияние ЛЭ на  $T_{пл}$  никеля приведено на рис. 3.12.

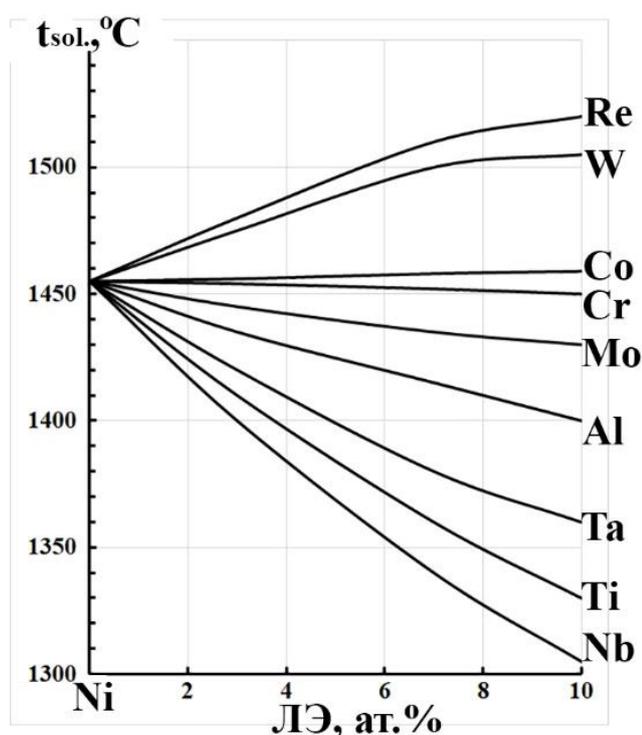


Рис. 3.12 Влияние легирующих элементов на  $T_{пл}$  никеля

Коэффициенты дендритной микроликвации  $k_d$  понижаются в следующем ряду: Re ( $k_d \sim 1,92$ ), W ( $k_d \sim 1,77$ ), Co ( $k_d \sim 1,11$ ), Cr (0,97), Mo ( $k_d \sim 0,94$ ), Al ( $k_d \sim 0,82$ ), Ti ( $k_d \sim 0,51$ ), т.е. в той же последовательности, что и коэффициент распределения  $k_p$ . Значения приведены для  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ .

**Механические свойства монокристаллов.** Монокристаллы сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 в состоянии после НК демонстрируют высокие, но не всегда стабильные характеристики прочности, пластичности и жаропрочности из-за напряжений, возникающих при кристаллизации, и напряжений, вызванных механической обработкой при изготовлении образцов.

В связи с этим все механические свойства монокристаллов сплавов типа ВКНА с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  изучали на образцах после кратковременной (1-2 ч) ТО при температуре  $1150^\circ\text{C}$  (ниже  $T_{\text{solvus}}$ ), обозначенной как ТО1, обеспечивающей снятие как литейных напряжений, так и напряжений, вызванных механической обработкой при изготовлении образцов [80-84].

Структура монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 (после ТО1) после испытаний при комнатной температуре ( $T_k$ ) приведены на рис. 3.13.

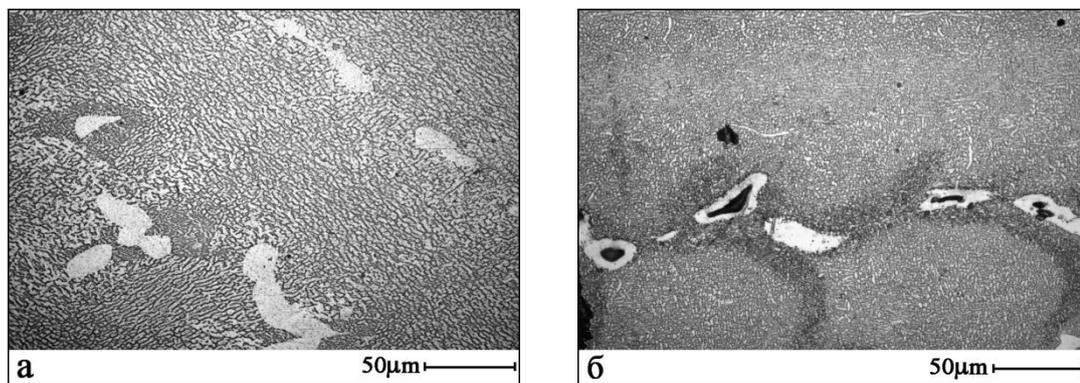


Рис. 3.13 Микроструктуры сплавов после ТО1 и механических испытаний на разрыв: ВКНА-1В (а) и ВКНА-25 (б). ОМ

Как видно из рис. 3.13, при кратковременных испытаниях при  $T_k$  микроструктура сплавов (после ТО1) не изменяется: в междендритных пространствах сохраняются однофазные  $\gamma'_{\text{перв}}$  включения в сплаве ВКНА-1В и

двухфазные ( $\gamma' + \beta$ ) первичные включения в междендритных пространствах в сплаве ВКНА-25, аналогичные представленным на рис. 3.6 и рис. 3.7.

Температурные зависимости характеристик прочности и пластичности монокристаллов с основными КГО, полученных НК со скоростями охлаждения  $G \cdot R = 60$  и  $150^\circ\text{C}/\text{мин}$ , после ТО1 приведены на рис. 3.14.

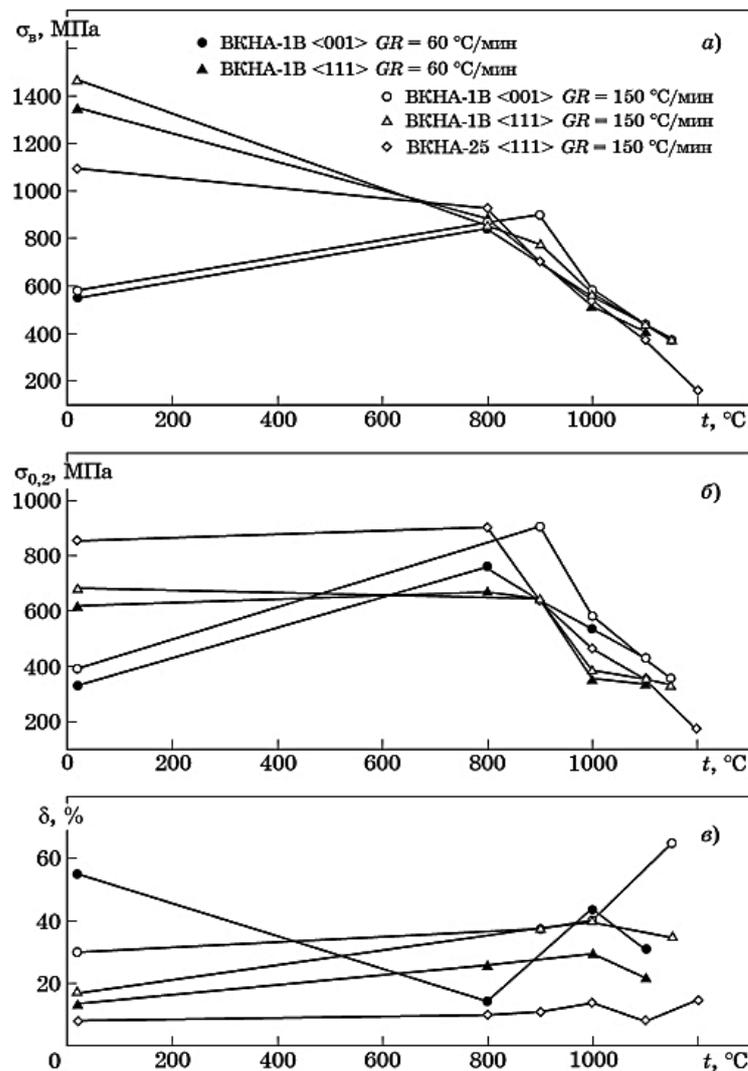


Рис. 3.14 Влияние температуры на предел прочности (а), предел текучести (б), удлинение (в) сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 с КГО <001> и <111>. НК со скоростями охлаждения  $G \cdot R = 60$  и  $150^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Термическая обработка по режиму ТО1

Как видно из рис. 3.14, увеличение скорости охлаждения в 2,5 раза (с 60 до  $150^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) в той или иной мере повышает пределы прочности и текучести

сплава ВКНА-1В при комнатной температуре. Так для монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$   $\sigma_b$  повышается от 550 до 650 МПа, для монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  повышается с 1350 до 1470 МПа, что связано с измельчением структурных составляющих (см. рис. 3.8). При температурах 1000-1150°C различия пределов прочности монокристаллов с различными КГО и скоростями кристаллизации близки и зависят от скорости охлаждения в меньшей мере. Так для монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$   $\sigma_b$  увеличивается от 520-550 МПа для  $G \cdot R = 60^\circ\text{C}/\text{мин}$  до 570-580 МПа для  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$  (рис. 3.14 а). Наблюдается общая тенденция: при температурах выше 1100°C монокристаллы сплава ВКНА-25, КГО  $\langle 111 \rangle$  разупрочняется быстрее, чем монокристаллы сплава ВКНА-1В с любой КГО (рис. 3.14 а, б).

Обращает на себя внимание аномальный рост предела текучести монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  сплава ВКНА-1В, полученных как с  $G \cdot R = 60^\circ\text{C}/\text{мин}$ , так и с  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ , до максимума в окрестностях температур 800-900°C, обусловленный термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций. Так наблюдается увеличение предела текучести от  $\sigma_{0,2} = 390$  МПа при  $T_k$  до 905 МПа при 900°C для  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Для монокристаллов обоих сплавов с КГО  $\langle 111 \rangle$  это явление проявляется не в виде увеличения характеристик прочности с повышением температуры от  $T_k$  до 800-900°C, а в отсутствии разупрочнения в этом интервале температур: пределы текучести при 20 и 800-900°C практически равны (рис. 3.14 б). Изменение хода кривых предела текучести в окрестностях 800°C связано с изменением систем скольжения (смена октаэдрического скольжения кубическим) при переходе через температуру максимума текучести. Смена октаэдрического скольжения кубическим при повышении температуры была обнаружена во многих интерметаллидах со сверхструктурой  $L1_2$  (в том числе и  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ),  $L1_0$  ( $\text{TiAl}$ ), а также с некоторыми другими сверхструктурами [85-86].

Удлинение монокристаллов обоих сплавов с КГО  $\langle 111 \rangle$  при  $T_k$  значительно ниже, чем ВКНА-1В с КГО  $\langle 001 \rangle$  и плавно увеличивается с

повышением температуры. При этом во всем интервале температур удлинение ВКНА-25 примерно в 2-2,5 раза ниже, чем ВКНА-1В. Для сплава ВКНА-1В с КГО  $\langle 001 \rangle$ , полученного с  $G \cdot R = 60^\circ\text{C}/\text{мин}$  наблюдается характерная немонотонная температурная зависимость удлинения монокристаллов: провал пластичности при температурах пика пределов прочности и текучести (800-900°C). На монокристаллах ВКНА-1В с КГО  $\langle 001 \rangle$ , полученных с  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$  провал пластичности не зафиксирован. Это может быть связано с измельчением размера фаз и структурных составляющих (см. рис. 3.8)

Строение сплава ВКНА-25 после кратковременных испытаний на растяжение при 1000°C (рис. 3.15 а) практически не меняется (ср. рис. 3.14 б). Сохраняются двухфазные ( $\gamma' + \beta$ ) первичные включения в междендритных пространствах (рис. 3.15 а).

После длительных испытаний при 1000°C крупные междендритные ( $\gamma' + \beta$ )<sub>перв</sub> выделения становятся однофазными ( $\gamma'$ -фаза), неравновесные включения  $\beta$ -фазы исчезают. В осях дендритов наблюдаются участки вытянутых  $\gamma'$ -участков, разделенных  $\gamma$ -прослойками (рис. 3.15 б).

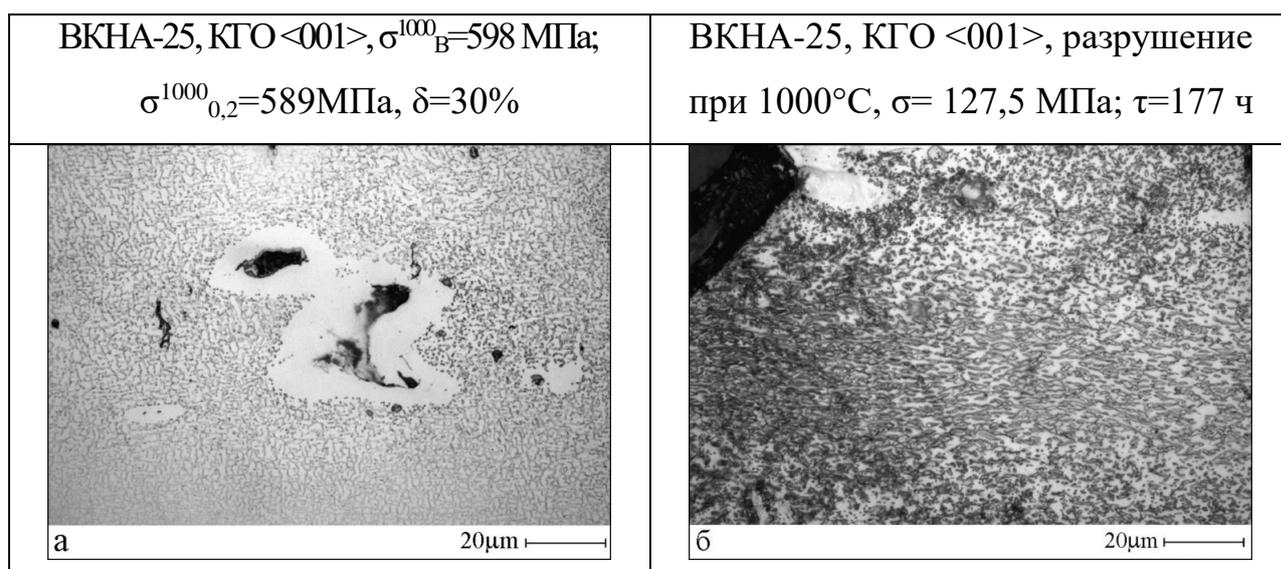


Рис. 3.15 Микроструктуры сплава ВКНА-25 после кратковременных (а) и длительных (долговечность) (б) испытаний при  $T = 1000^\circ\text{C}$ . ОМ

Изучение влияния скорости охлаждения при кристаллизации на длительную прочность сплава ВКНА-1В на базе 10, 100 и 500 ч показало, что изменение скорости охлаждения при кристаллизации в пределах 60...150°C/мин не вносит существенных изменений в значения длительной прочности, в связи с чем на рис. 3.16 приведены данные только для монокристаллов, полученных с  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ .

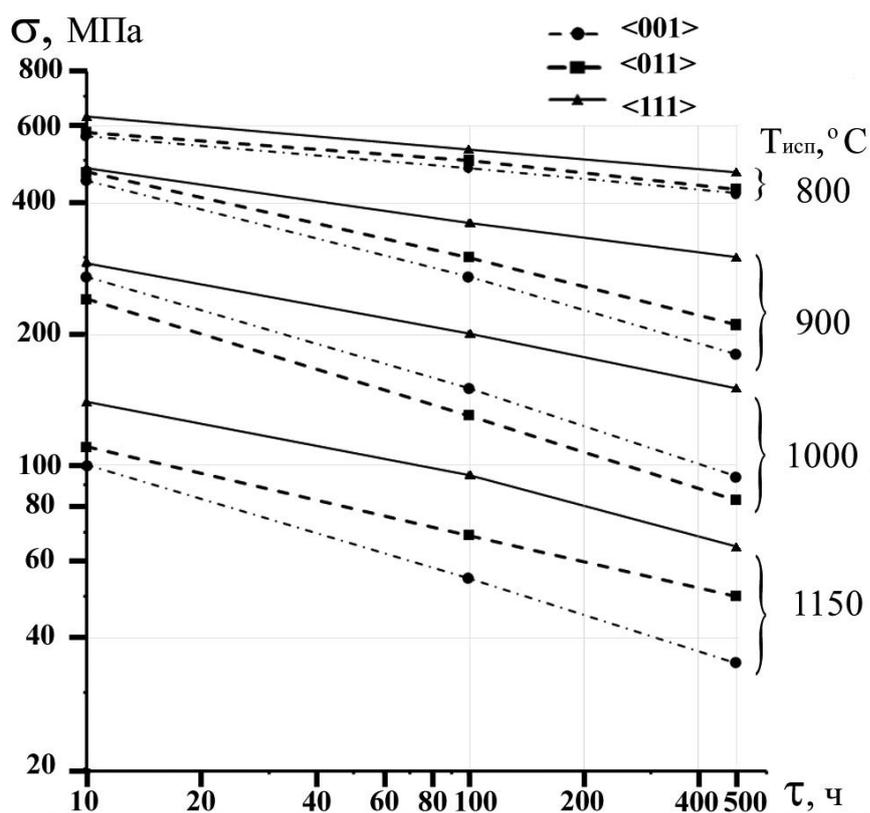


Рис. 3.16 Влияние температуры испытания на длительную прочность монокристаллов сплава типа ВКНА-1В с КГО <001>, <011> и <111> ( $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) [80]

При длительных испытаниях на базе 10, 100 и 500 ч монокристаллы с КГО <111> показывают существенно более высокую прочность, чем монокристаллы с КГО <001> и <011>. Чем больше длительность и температура испытания, тем больше различие в характеристиках прочности монокристаллов с разной КГО (рис. 3.16). Из данных рис. 3.16 видно, что скорость разупрочнения монокристаллов с КГО <111> при 800°C близка к

таковой для монокристаллов  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$ , а в интервале температур от 900 до 1150°C разупрочнение монокристаллов  $\langle 111 \rangle$  идет значительно медленнее, чем монокристаллов ориентации  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$ .

Изучение влияния КГО на температурную зависимость характеристик прочности сплава ВКНА-1В показало, что эти характеристики имеют максимальные значения для монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  [10, 80, 87-88]. В связи с этим чтобы сократить объем эксперимента, испытания механических свойств легированного кобальтом и рением сплава ВКНА-25 проводили только на монокристаллах с КГО  $\langle 111 \rangle$ , полученных с  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$  (таблица 3.6).

Таблица 3.6 Длительная прочность монокристаллов сплава типа ВКНА-25

КГО	$T_{\text{исп}}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{100}, \text{МПа}$	$\sigma_{500}, \text{МПа}$	$\sigma_{1000}, \text{МПа}$
$\langle 111 \rangle$	900	440	360	330
	1100	125	95	85
	1200	60	40	-

Сравнение данных по длительной прочности низколегированного сплава типа ВКНА-1В [80] и сплава, дополнительно легированного кобальтом и рением [81] показало, что умеренное легирование кобальтом и рением повышает длительную прочность на базе 100 и 500 ч при 900 и 1000°C приблизительно на 20 %.

### 3.3 Влияние термической обработки на структуру и свойства литых сплавов типа ВКНА

Одним из важных факторов, определяющих структуру и свойства монокристаллов литых никелевых и ИМ (на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) сплавов, не подвергающихся деформации, является дендритная микроликвация, т.е. неравномерное распределение легирующих элементов по сечению

дендритной ячейки при однородном распределении элементов по высоте монокристалла и его поперечному сечению. Проблема устранения дендритной микроликвации в никелевых суперсплавах решена путем многоступенчатой термической обработки, включающей длительную гомогенизацию в однофазной области  $\gamma$ -твердых растворов, расположенной между гетерофазной ( $\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$ ) областью и  $T_{\text{solidus}}$ , и последующее чередование циклов «растворение – старение». Это позволяет сформировать однородные ( $\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$ ) структуры с заданными морфологией и размерами частиц упрочняющей  $\gamma'_{\text{вт}}$  фазы разного генезиса и оптимальным  $\gamma / \gamma'$  мисфитом, ответственные за высокие характеристики жаропрочности никелевых суперсплавов.

Для литейных ИМ ( $\gamma\text{Ni}_3\text{Al}+\gamma\text{Ni}$ ) сплавов типа ВКНА проведение такого рода гомогенизации для устранения дендритной микроликвации невозможно, поскольку они сохраняют сложную гетерофазную структуру вплоть до начала плавления ( $T_{\text{solidus}}$ ).

В связи с этим возникает вопрос, *в какой мере возможна и необходима гомогенизация литейных ИМ ( $\gamma\text{Ni}_3\text{Al}+\gamma\text{Ni}$ ) сплавов для повышения характеристик их жаропрочности.* Немногочисленные разрозненные исследования влияния длительных и кратковременных нагревов монокристаллических литейных сплавов в процессе ТО (высокотемпературный отжиг, направленный на уменьшение микроликвации, и низкотемпературный отжиг-старение, направленный на выделение частиц  $\gamma'_{\text{вт}}$  разного уровня дисперсности) на их структуру и жаропрочность [71, 74] не позволяют однозначно ответить на этот вопрос. К тому же эти исследования проведены на сплавах, отличающихся характером микролегирования.

Настоящий раздел работы посвящен изучению влияния кратковременной и длительной термической обработки в интервале температур 1000-1300°C на строение и механические свойства литейных сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25.

*Режимы термической обработки.* Температурные интервалы ТО (таблица 3.7) выбраны на основании ранее проведенных исследований ( $\gamma'+\gamma$ )

сплавов типа ВКНА, в которых были определены температуры  $T_{\text{solidus}} \sim 1330\text{-}1350^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{solvus}} \sim 1250\text{-}1280^\circ\text{C}$  (выделение/растворение  $\gamma'_{\text{ВТ}}$  в  $\gamma\text{Ni}$  прослойках между  $\gamma'$ -участками в дендритах) [79, 89].

Таблица 3.7 Режимы термической обработки

ТО	Интервал температур	Температура, °C	Продолжительность, часы
ТО1	$T < T_{\text{solvus}}^*$	1000-1200	1-2 (кратковременная ТО)
ТО2	$T < T_{\text{solvus}}$	1000	25, 50, 100 (длительная ТО)
ТО3	$T \geq T_{\text{solvus}}$	1200-1280	5, 10, 100, 250, 500
ТО4	$T_{\text{solvus}} \leq T \leq T_{\text{solidus}}^{**}$	1300	10

Примечание:  $*T_{\text{solvus}}$  – температура выделения  $\gamma'_{\text{ВТ}}$ - фазы из образующего прослойки между  $\gamma'$ -участками в дендритах пересыщенного твердого раствора на основе никеля ( $\gamma$ -фаза).  $**T_{\text{solidus}}$  – температура эвтектического превращения  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$ , которая для сплавов типа ВКНА может колебаться в пределах  $1330\text{-}1350^\circ\text{C}$ ).

В таблице 3.8 приведены данные о влиянии ТО на коэффициент дендритной микроликвации  $k_{\text{л}} = c_{\text{од}}/c_{\text{мд}}$  основных ЛЭ на примере монокристаллов сплава ВКНА-25,  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ , поскольку помимо основного комплекса легирующих элементов (Al, Ti, Cr, Mo и W), содержащихся в ВКНА-1В, в нем присутствуют дополнительные элементы (Co и Re), не входящие в состав сплава ВКНА-1В.

Следует отметить, что коэффициенты дендритной ликвации после ТО1 (таблица 3.8) близки к таковым в состоянии после НК. После кратковременной и длительной ТО монокристаллов сплава ВКНА-25 при температурах ниже  $T_{\text{solvus}}$  коэффициенты дендритной микроликвации изменяются слабо.

Таблица 3.8 Влияние ТО на коэффициент дендритной ликвации  $k_L = c_{од}/c_{мд}$   $k_L$  основных ЛЭ в монокристаллах сплава типа ВКНА-25,  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$

Состояние	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re
НК, исходное состояние	0,82	0,51	0,97	1,11	0,94	1,77	1,92
ТО1 1150°C, 1 ч	0,85	0,55	0,97	1,08	0,94	1,74	1,92
ТО2: 1000°C, 100 ч	0,95	0,70	0,98	1,00	0,95	1,55	1,7
ТО3: 1250°C 100 ч	1,00	0,85	1,00	1,00	0,97	1,15	1,3
ТО4: 1300°C 10 ч	1,00	0,90	1,00	1,00	1,00	1,00	1,3

Примечание: Приведены средние значения из не менее 10 определений, разброс значений не превышал  $\pm 5\%$ .

Кратковременный и длительный отжиг при  $T \approx T_{\text{solvus}}$  по режиму ТО3 практически устраняет дендритную микроликвацию Al, Cr, Co: коэффициенты дендритной микроликвации в монокристаллах сплава ВКНА-25 как легкоплавких легирующих элементов (Al), так и наиболее тугоплавких (W), а также Cr, Co и Mo становятся равными или близки к 1. Исключение составляют Ti ( $k_L = 0,85$ ) и Re ( $k_L = 1,3$ ). После длительного (10 ч) отжига при  $T \leq T_{\text{solidus}}$  по режиму ТО4 коэффициенты дендритной микроликвации становятся  $\approx 1$  (или продолжают приближаться к 1) для всех ЛЭ, кроме рения, который обогащает преимущественно оси дендритов, поскольку растворяется только в  $\gamma$  прослойках, и не растворяется в крупных первичных выделениях  $\gamma'$ - фазы, расположенных в междендритных пространствах.

Как отмечалось выше некоторое изменение коэффициентов дендритной микроликвации в монокристаллах сплава ВКНА-25 после ТО1 (см. табл. 3.8) не оказывает заметного влияния на структуру исходного материала после НК.

Исследование влияния температуры кратковременного отжига в течение 1 ч (ТО1) на долговечность при 1000°C монокристаллов сплава ВКНА-1В с КГО  $\langle 111 \rangle$  показало, что характеристики длительной прочности с увеличением температуры ТО изменяются немонотонно: наиболее высокие реализуются на образцах, отожженных при 1150°C в течение 1ч, дальнейшее

повышение температуры ТО до 1200°C приводит к снижению долговечности (рис. 3.17).

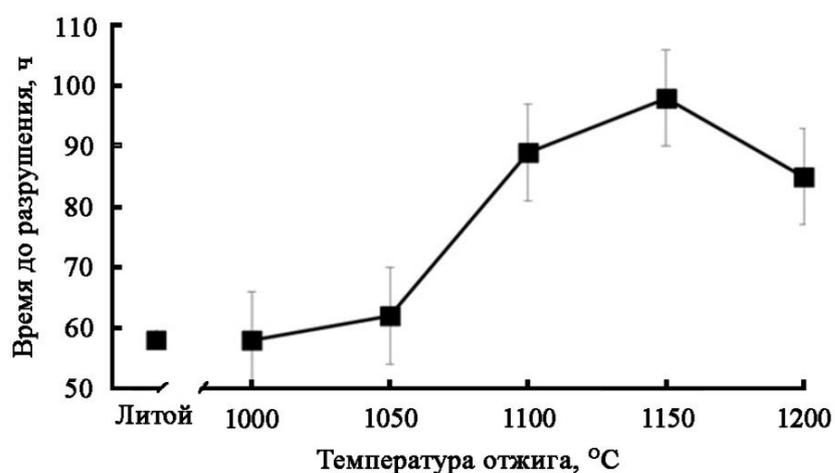


Рис. 3.17 Влияние температуры кратковременного отжига в течение 1 ч (ТО1) монокристаллов сплава ВКНА-1В с КГО <111> на долговечность при 1000°C и  $\sigma=180$  МПа

Это указывает на то, что на процесс влияют несколько различных факторов. Прежде всего при кратковременных отжигах происходит снятие литейных напряжений, возникающих в монокристаллах при НК и при механической обработке образцов, что начинается уже при 1050°C, достигает максимума в окрестностях 1150°C. Параллельно при нагреве развиваются диффузионные процессы, направленные на уменьшение дендритной микроликвации (см табл. 3.8). При повышении температуры термической обработки коэффициент дендритной микроликвации практически всех элементов (кроме рения) стремится к единице. Это приводит к некоторому изменению объемной доли фаз, их состава, а, следовательно, и периодов кристаллической решетки, что в свою очередь влияет на размерное несоответствие кристаллических решеток  $\gamma'$ - и  $\gamma$ - фаз (мисфит), и характеристики жаропрочности.

Влияние длительной термической обработки при температуре 1000°C в течение 25, 50 и 100 ч (ТО2) и при температурах 1200-1300°C в течение 10 ч

(ТО3, ТО4) на долговечность исследовали на монокристаллах, полученных НК со скоростью охлаждения  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ .

На примере сплава ВКНА-1В показано (рис. 3.18 а), что с увеличением продолжительности ТО до 100 ч при  $T=1000^\circ\text{C}$  ( $<T_{\text{solvus}}$ ) долговечность сплава понижается. Это обусловлено структурно-фазовыми изменениями, происходящими в результате уменьшения дендритной микроликвации, что обсуждалось выше. Исследование влияния повышения температуры 10-часовой ТО от  $1150^\circ\text{C}$  до  $1300^\circ\text{C}$  на структуру и долговечность, проведенное на примере сплава ВКНА-25 (рис. 3.18 б), показало, что с повышением температуры ТО объемная доля первичных выделений  $\gamma'$ -фазы в междендритных областях уменьшается (практически исчезает) (рис. 3.18, 3.19).

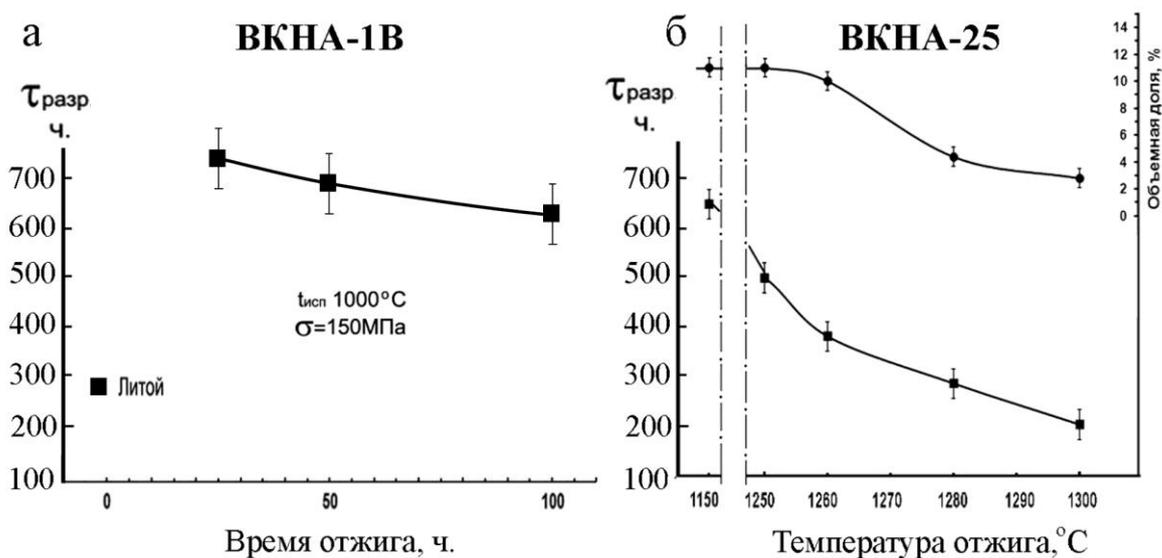


Рис. 3.18 Влияние продолжительности отжига при  $1000^\circ\text{C}$  (ТО2) на долговечность монокристаллов сплава ВКНА-1В, КГО  $\langle 111 \rangle$  при  $1000^\circ\text{C}$  и напряжении 150 МПа (а) и температуры 10-часовой ТО3-ТО4 на объемную долю первичных выделений  $\gamma'$ -фазы и долговечность при  $1100^\circ\text{C}$  и  $\sigma=50$  МПа сплава ВКНА-25, КГО  $\langle 001 \rangle$  (б) (значения долговечности после отжига при  $1150^\circ\text{C}$  приведены для ТО в течение 1-2 ч)

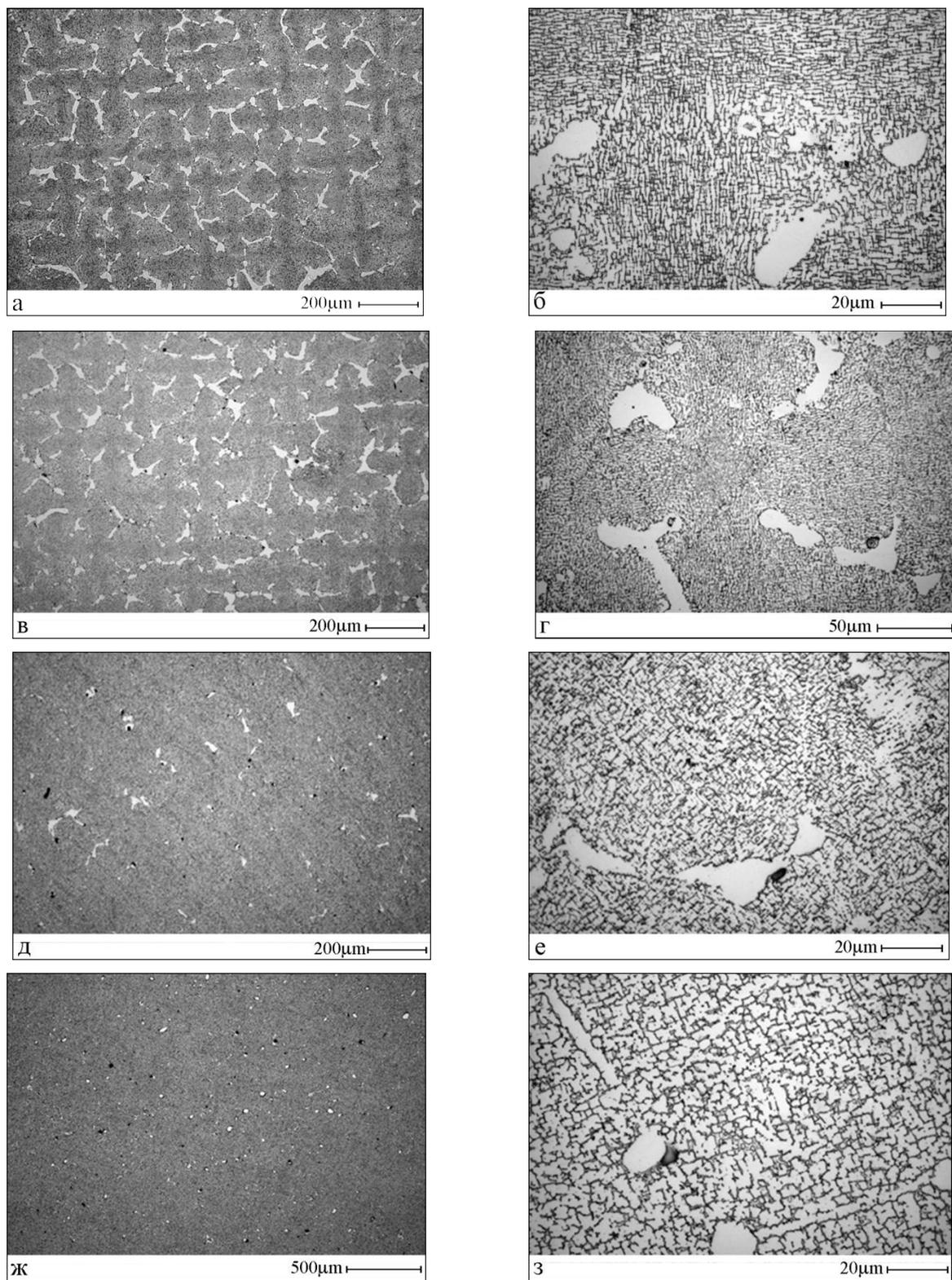


Рис. 3.19 Влияние температуры ТО 10 ч на микроструктуру монокристалла с КГО  $\langle 001 \rangle$  сплава ВКНА-25. Температура ТО: 1250°C (а, б), 1260°C (в, г), 1280°C (д, е), 1300°C (ж, з)

Как видно из рис. 3.18 б и рис. 3.19 уменьшение объемной доли  $\gamma'_{\text{перв}}$ , исчезновение дендритов, увеличение размера  $\gamma'$  в  $(\gamma'+\gamma)$  области при ТОЗ, ТО4 приводят к снижению долговечности интерметаллидного сплава ВКНА-25.

Структура сплава становится практически однородной и представляет собой довольно крупные участки  $\gamma'$ -фазы неправильной формы, окруженные сплошными или прерывистыми прослойками  $\gamma$ -фазы. Это коррелирует с данными таблицы 3.8, согласно которым с увеличением температуры и продолжительности ТО коэффициент дендритной микроликвации всех элементов изменяется и стремится к единице для всех ЛЭ, кроме рения [89]. При этом долговечность сплава становится в 3 раза ниже, чем у отожженного по оптимальному режиму ( $1150^{\circ}\text{C}$ , 1-2 ч), который характеризуется максимальной микроликвационной неоднородностью.

Можно назвать это «гомогенизацией» гетерофазных  $(\gamma'+\gamma)$  интерметаллидных сплавов. Увеличение температуры ТО (до  $1200-1300^{\circ}\text{C}$ ) и продолжительности ТО (до 5-500 ч) приводит к «гомогенизации» структуры в различной степени:

- исчезают включения неравновесной  $\beta$ -фазы в  $(\gamma'+\beta)_{\text{перв}}$ ;
- уменьшается объемная доля или исчезают полностью крупные первичные выделения  $\gamma'$ -фазы в междендритном пространстве, происходит перераспределение ЛЭ между осями дендритов и междендритным пространством;
- коэффициент дендритной микроликвации всех элементов стремится к единице (уменьшается неоднородность распределения элементов в ячейке).

Такая «гомогенизация» приводит к уменьшению долговечности при высоких температурах монокристаллов обоих сплавов типа ВКНА. Так долговечность сплава ВКНА-25 после так называемой «гомогенизации» становится в  $\sim 3$  раза ниже, чем у монокристалла сплава после отжига по режиму ТО1, который характеризуется максимальной микроликвационной неоднородностью (см. табл. 3.8 и рис. 3.18 б).

Формирующаяся в интерметаллидных сплавах однородная ( $\gamma'+\gamma$ ) – структура, характерная для ИМ дендритов (участки  $\gamma'$ -фазы неправильной формы, разделенные сплошными или прерывистыми прослойками  $\gamma$ -фазы) (рис. 3.20 а) принципиально отличается от структуры ЖНС (рис. 3.20 б) после традиционной ТО, принятой для ЖНС.

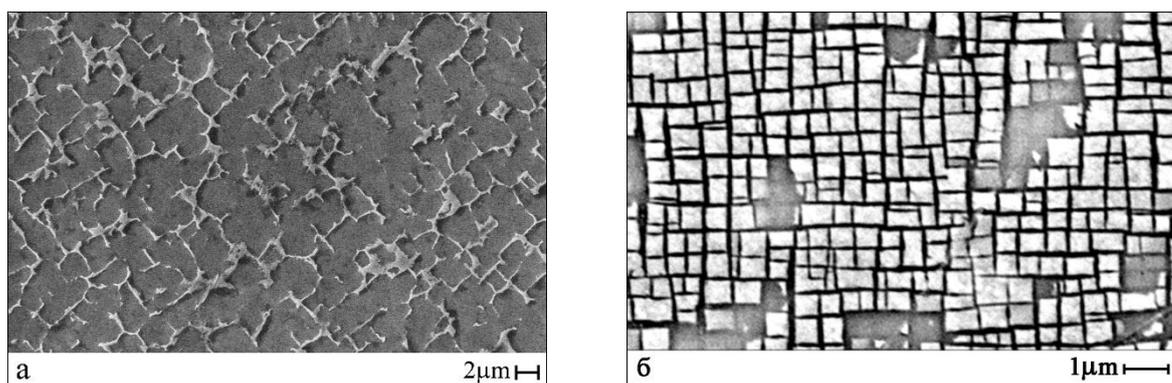


Рис. 3.20 Микроструктура интерметаллидного сплава ВКНА-25 после «гомогенизационного» отжига при 1300°C 10 ч (а) и характерная микроструктура жаропрочного никелевого сплава после обработки по традиционной для ЖНС схеме (ФГУП ВИАМ) (б)

Длительная гомогенизация ЖНС в однофазной области  $\gamma$ -твердых растворов и последующее чередование циклов «растворение – старение» позволяют сформировать однородные ( $\gamma+\gamma'_{вт}$ ) структуры, ответственные за высокие характеристики жаропрочности никелевых суперсплавов с оптимальными морфологией (кубоиды) и размерами дисперсных частиц упрочняющей  $\gamma'_{вт}$  фазы разного генезиса и оптимальным  $\gamma/\gamma'$  мисфитом.

Таким образом по результатам данного этапа работы для повышения характеристик прочности и жаропрочности монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 с основными КГО можно рекомендовать кратковременный (1-2 ч) отжиг при 1150°C, практически не меняющий микроструктуру сплавов. Однако, данное исследование не затрагивает структурные изменения, происходящие на глубинном уровне, такие как изменения дислокационной

структуры при ТО, состав, размер и особенности формирования дополнительных фаз, образующихся в многокомпонентных ИМ сплавах.

### Выводы к главе 3

1. Изучено влияние способа получения заготовок и режимов кристаллизации сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА на характер распределения компонентов и структуру заготовок и монокристаллов интерметаллидных  $\gamma'Ni_3Al+\gamma Ni$  сплавов. Показано, что выплавка по разработанному способу (постадийное введение элементов в шихту и расплав при ВИП для протекания реакционного сплавообразования в оптимальной последовательности) позволяет предотвратить формирование крупных включений ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ и служащих концентраторами напряжений, приводит к измельчению структурных элементов и формированию наноразмерных выделений дополнительных интерметаллидных фаз, дополнительно стабилизирующих структуру.

2. Изучено влияние условий кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплавов типа ВКНА с различной кристаллографической ориентацией. Показано, что максимальные характеристики прочности демонстрируют монокристаллы с КГО  $\langle 111 \rangle$ .

3. Установлено, что для интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$  соблюдается правило, выведенное для двух- и трехкомпонентных сплавов на основе никеля: если вводимый ЛЭ повышает  $T_{пл}$  металла-основы (никель), коэффициент распределения ЛЭ  $k_p > 1$  и ЛЭ обогащает оси дендритов (Co, Re, W). Если ЛЭ понижает  $T_{пл}$  никеля, то  $k_p < 1$  (ЛЭ обогащает междендритное пространство): Mo (Cr), Al, Ti.

4. Установлено, что введение Co и Re, а также увеличение скорости охлаждения при кристаллизации монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  в пределах 30-300°C/мин приводит к уменьшению размера структурных составляющих всех уровней.

5. Установлено, что коэффициенты дендритной микроликвации  $k_d$  практически не зависят от скорости охлаждения при кристаллизации и понижаются в следующем ряду: Re, W, Co, Cr, Mo, Al, Ti.

6. Изучено влияние температурно-временных параметров (температура от 1000 до 1300°C, время от 1 до 500 ч) термической обработки монокристаллов с основными КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , гетерофазных интерметаллидных ( $\gamma' + \gamma$ ) сплавов системы тира ВКНА на их структуру, характер разрушения.

7. Установлено, что увеличение продолжительности низкотемпературной ТО ( $T < T_{\text{solvus}}$ ) а также повышение температуры ТО (до  $T_{\text{solvus}} \leq T \leq T_{\text{solidus}}$ ) приводит к «гомогенизации» гетерофазных ( $\gamma' + \gamma$ ) интерметаллидных сплавов. Коэффициенты дендритной микроликвации всех ЛЭ (кроме Re) приближаются к единице, исчезают междендритные неравновесные выделения  $\gamma'_{\text{перв}}$ ,  $(\gamma' + \beta)_{\text{перв}}$ . Формируется однородная ( $\gamma' + \gamma$ ) – структура, характерная для ИМ дендритов, резко отличающаяся от структуры ЖНС, сформированной после гомогенизации и последующих ТО.

8. «Гомогенизация» интерметаллидных сплавов типа ВКНА приводит к снижению долговечности по сравнению с литым материалом, который сохраняет максимальную микроликвационную неоднородность после кратковременной ТО для снятия литейных напряжений и напряжений, вызванных механообработкой при получении образцов.

#### **Глава 4. Влияние кратковременных и длительных испытаний на растяжение, термоциклирования и малоциклового усталости на структуру и характер разрушения сплавов типа ВКНА**

Наиболее тяжело нагруженные детали, к которым относятся, прежде всего, рабочие лопатки авиационных ГТД, работают как в условиях кратковременных и длительных статических нагрузений при постоянных температурах, так и в условиях термоциклирования, вибрации, циклических пульсирующих и знакопеременных нагрузок. Все виды нагрузок интенсифицируют в материалах диффузионные и усталостные процессы, приводят к деградации структуры и, следовательно, к снижению жаропрочности, пластичности и вязкости разрушения. Это ограничивает как рабочие температуры, так и срок службы наиболее нагруженных деталей ГТД. Известно, что большинство разрушений рабочих лопаток современных газотурбинных двигателей носит усталостный и термоусталостный характер. Хотя усталостная прочность в первую очередь определяется конструкцией лопатки, сам материал также должен обладать высоким сопротивлением распространению трещин усталости. Постепенное накопление повреждений под действием постоянных статических нагрузок (испытания на долговечность, длительную прочность), повторно-переменных циклических напряжений, приводит к образованию трещин, их развитию и разрушению материала, причем разрушение может происходить под действием напряжений, намного меньших пределов прочности или текучести, когда усталостное повреждение или разрушение происходит при упругопластическом деформировании [90-91].

Поведение монокристаллов никелевых суперсплавов ( $\gamma + \gamma'_{\text{вт}}$ ) в условиях испытаний на многоцикловую усталость (МнЦУ на базе  $10^7$  циклов) и малоцикловую усталость (МЦУ на базе  $10^4$  циклов) изучено достаточно полно и было обобщено уже в 1997 г. [82], хотя сами сплавы появились только в середине XX века. Количество этих исследований в разы и на порядки меньше, чем исследований, посвященных сплавам на основе титана, алюминия и тем

более сталям, начало исследований которых датируется серединой 19 века (работы В.А. Альберта в 1829 г., Ж.-В. Понселе 1836г., А. Веллера, Л. Шпангенберга 1874 г. из работы [91]). Что касается исследований, посвященных изучению поведения в условиях испытаний на МнЦУ и МЦУ конструкционных материалов на основе интерметаллидов с упорядоченной кристаллической структурой, и, в частности, сплавов на основе алюминида никеля  $Ni_3Al$ , то эти исследования являются весьма скудными.

*Целью работ* главы 4 является изучение особенностей изменения структуры и характера разрушения гетерофазных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА на основе алюминида никеля  $\gamma'Ni_3Al$ , разработанных в ВИАМ совместно с ИМЕТ РАН, в условиях как кратковременных, так и длительных статических нагружений при постоянных температурах, термоциклировании, а также в условиях циклических нагрузок.

#### **4.1 Структура и характер разрушения в условиях статических нагружений**

Долговечность (время до разрушения) при испытаниях на растяжение в вакууме при температурах 1000-1100°C определяли на монокристаллах сплавов типа ВКНА после кратковременной ТО для снятия литейных напряжений (ТО1) при 1150°C в течение 1 ч, (образцы с максимальной ликвационной неоднородностью в дендритной ячейке) обеспечивающей максимальные характеристики долговечности, и после ТО3 и ТО4 при 1300 и 1320°C в течение 10ч (образцы с минимальной ликвационной неоднородностью в дендритной ячейке) (см. гл. 3). Испытания при напряжении 50 МПа были прекращены после 1400 и 1820 ч (около одной трети ресурса), испытания при напряжениях 110 и 130 МПа были продолжены до разрушения образцов.

Микроструктуры сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 после ТО1 приведены на рис. 4.1.

Кратковременное растяжение при 20°C не вносит какие-либо изменения в микроструктуру обоих сплавов (рис. 4.2 и 4.3).

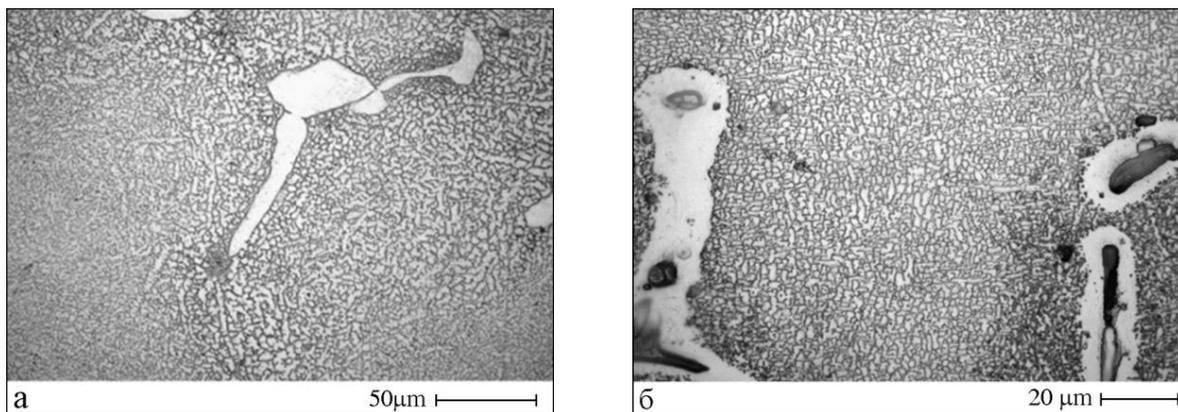


Рис. 4.1 Микроструктуры монокристаллов сплавов ВКНА-1В с КГО <001> (а) и ВКНА-25 <111> (б) после ТО1 при 1150°C 1 ч

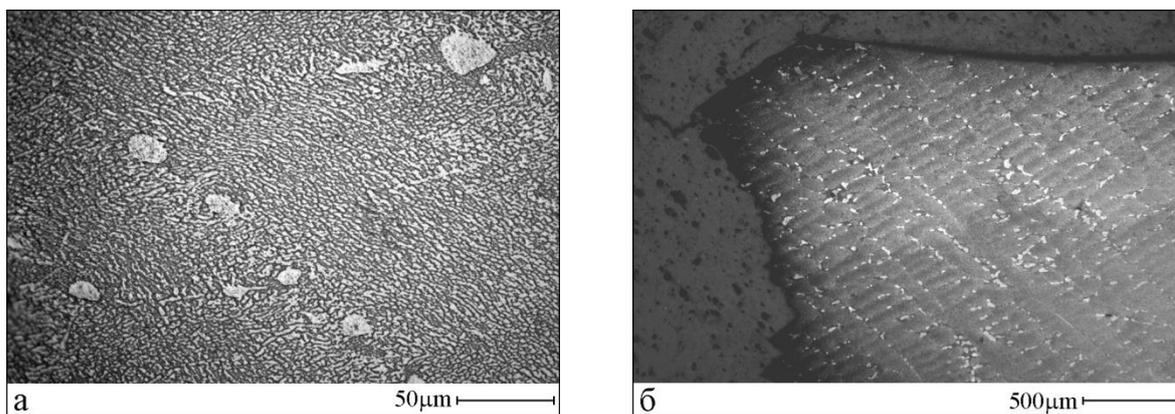


Рис. 4.2 ВКНА-1В, КГО <111>. Микроструктура (а) и структура в зоне разрушения при 20°C (б),  $\sigma_B=1462$  МПа после ТО1

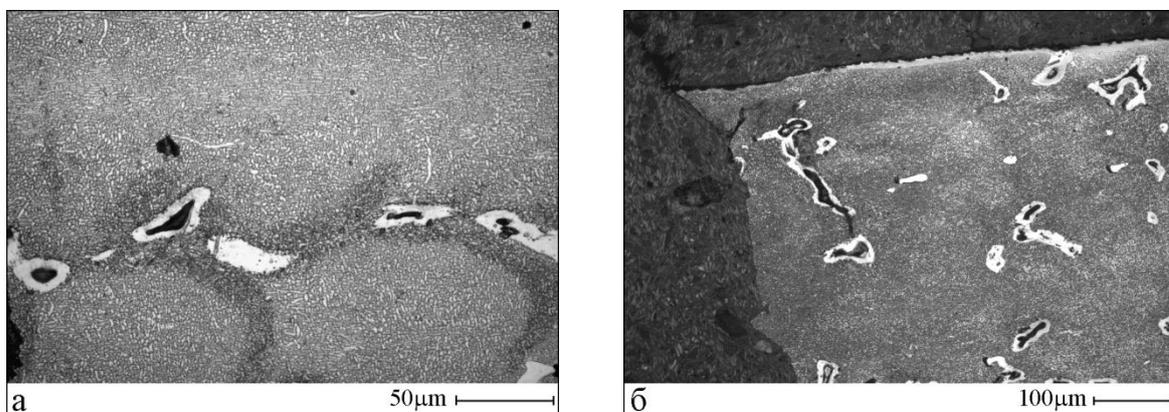


Рис. 4.3 ВКНА-25, КГО <001>. Микроструктура (а) и структура в зоне разрушения при 20°C (б),  $\sigma_B=1118$  МПа после ТО1

Как видно из сравнения структур на рис. 4.1 а и рис. 4.2 а и структур на рис. 4.1 б и рис 4.3, в междендритных пространствах сохраняются первичные  $\gamma'$  и  $(\gamma'+\beta)$  включения, микроструктура  $(\gamma'+\gamma)$  дендритов не меняется. Какие-либо следы деформации в микроструктуре образцов не выявлены. Изменения структуры в зоне разрушения (шейка образца) свидетельствуют, что оба сплава не склонны к сосредоточенной деформации (сужение практически отсутствует), отсутствуют также свидетельства концентрации напряжений в виде микротрещин, поперечных разрывов на межфазных границах и других элементах структуры. Профиль разрушения в шейке имеет геометрический характер.

Микроструктуры и зоны разрушения при кратковременных и длительных испытаниях при  $1000^\circ\text{C}$  монокристалла сплава ВКНА-25, КГО  $\langle 001 \rangle$  приведены на рис. 4.4 и 4.5 соответственно.

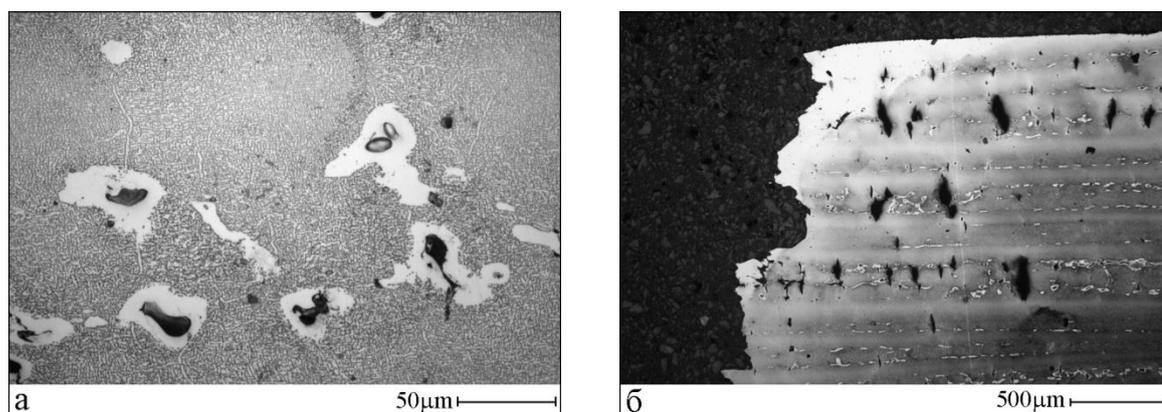


Рис. 4.4 ВКНА-25, КГО  $\langle 001 \rangle$ . Микроструктура образца (а) и структура в зоне разрушения при  $1000^\circ\text{C}$  (б), ( $\sigma_{\text{В}}^{1000}=598$  МПа;  $\sigma_{0,2}^{1000}=589$  МПа,  $\delta=30\%$ )

После кратковременных испытаний при  $1000^\circ\text{C}$  сохраняются неравновесные междендритные включения  $(\gamma'+\beta)_{\text{перв}}$ . В шейке образца в зоне разрушения появляются поперечные разрывы, (рис 4.4 б). Профиль зоны отрыва демонстрирует как элементы кристаллографического, так и деформационного разрушения. На поверхности образца практически отсутствуют следы, предшествующие зарождению трещин (рис 4.4 б),

разрушение начинается на внутренних концентраторах напряжений, по-видимому, в междендритных пространствах.

Длительные испытания (177 ч) при 1000°C резко изменяют и структуру, и характер разрушения монокристаллов (рис 4.5).

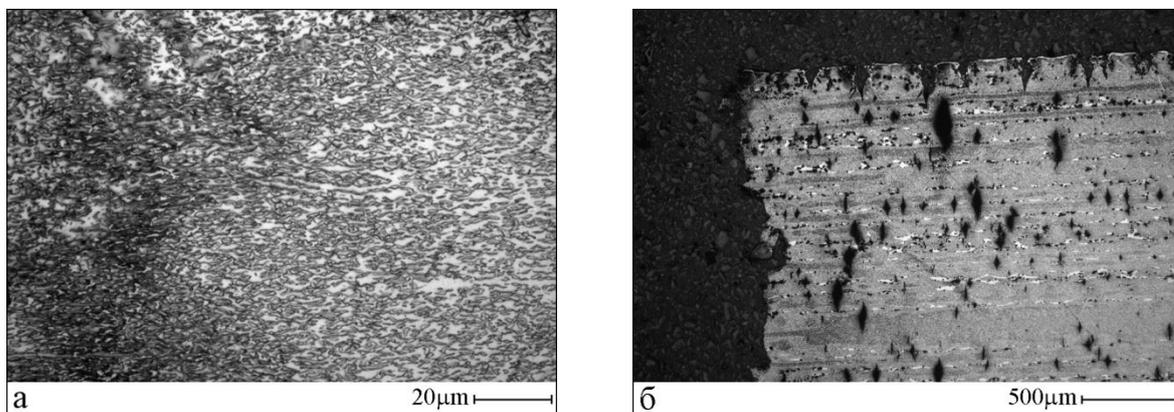


Рис. 4.5 ВКНА-25, КГО <001>. Микроструктура образца (а) и структура в зоне разрушения при 1000°C (б), ( $\sigma=127,5$  МПа;  $\tau=177$  ч)

Исчезают неравновесные включения  $\beta$ -фазы в  $(\gamma'+\beta)_{\text{перв}}$  междендритных включениях. Объемная доля и размеры  $\gamma'_{\text{перв}}$  в междендритном пространстве уменьшаются, в дендритах участки  $\gamma'$ -фазы и  $\gamma$ -прослойки между ними вытягиваются в направлении деформации (рис. 4.5 а). Разрушению образца монокристалла с КГО <001> предшествует формирование многочисленных крупных поперечных трещин вблизи зоны разрушения и на поверхности (рис. 4.5 б). Разрушение образца происходит вязким отрывом, перпендикулярно оси образца <001> и направлению приложения усилия, следы кристаллографического разрушения отсутствуют.

Увеличение температуры испытания до 1100°C и продолжительности до 1820 ч в результате уменьшения нагрузки до  $\sigma=50$  МПа (испытание было прервано примерно при достижении 1/3 долговечности) приводит к дальнейшему изменению строения дендритов: формируются локальные участки с рафт-структурой и наноразмерными выделениями  $\gamma'_{\text{вт}}$  в  $\gamma$ -прослойках (рис. 4.6 а). Повышение температуры до 1200°C вызывает разрушение при  $\sigma=40$  МПа уже через  $\tau=132$ ч 26мин. Толщина  $\gamma$ -прослоек в

дендритах увеличивается практически до ширины участков  $\gamma'$ -фазы (рис. 4.6 б). Происходит интенсивное выделение в  $\gamma$ -прослойках дисперсных частиц  $\gamma'_{вт}$  (рис.4.6 б), более крупных, чем при 1100°C.

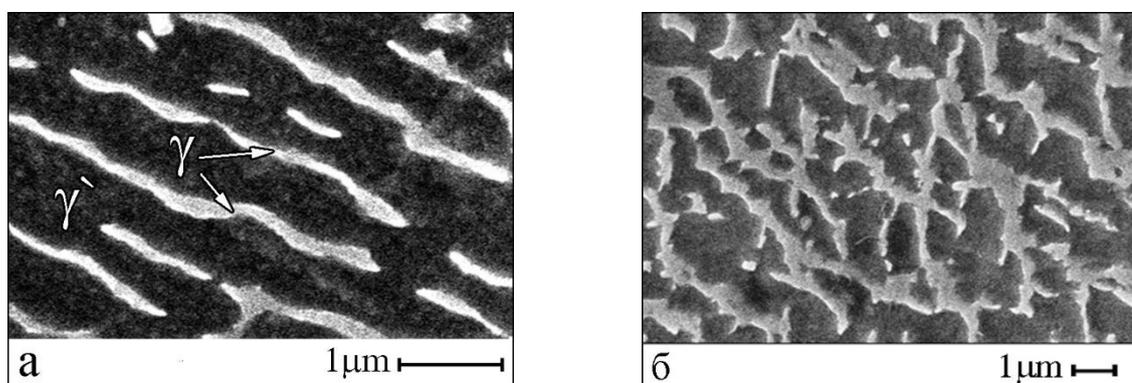


Рис. 4.6 Микроструктуры дендритов монокристаллов сплава ВКНА-25 с КГО  $\langle 111 \rangle$ ,  $G \cdot R = 75^\circ\text{C}/\text{мин}$  после испытаний при 1100°C и  $\sigma = 50$  МПа в течение 1820 ч, образец не разрушился (а), при 1200°C и  $\sigma = 40$  Мпа, образец разрушился через  $\tau = 132$ ч 26мин (б). СЭМ

Детальное исследование изменения строения прослоек  $\gamma$ -фазы при испытаниях на долговечность при 1000°C сплавов типа ВКНА методом ПЭМ, проведенное на монокристаллах сплава ВКНА-1В, показало, что в результате распада пересыщенного твердого раствора на основе никеля в  $\gamma$ -прослойках выделяются наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы (рис. 4.7).

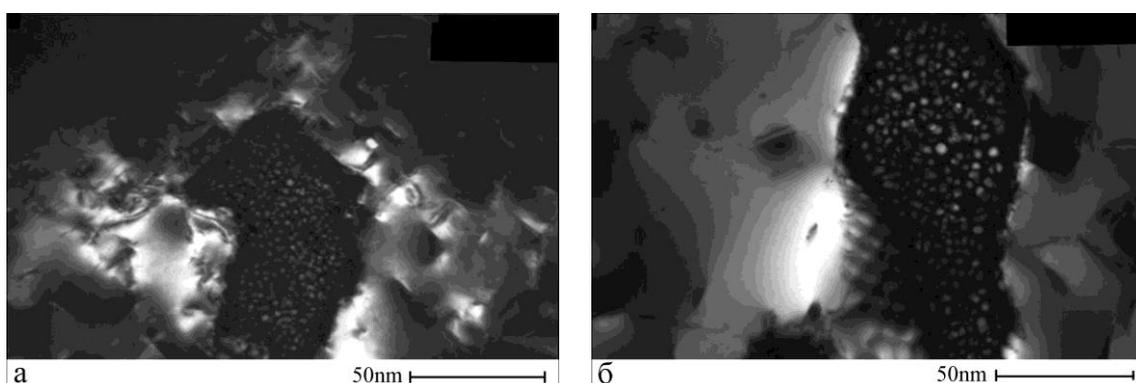


Рис. 4.7 Наноразмерные вторичные выделения  $\gamma'$ -фазы в прослойках  $\gamma$ -фазы в сплаве ВКНА-1В после ТО1 и испытаний на долговечность при 1000°C. Время до разрушения 367,7 ч (а) и 257,5 ч (б)

Следует отметить, что существует общая тенденция развития структурно-фазовых превращений при испытаниях на долговечность монокристаллов всех ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА с Со и Re независимо от колебания их химического состава и присутствия присадок других элементов (например 0,5 мас.% Та в сплаве ВИН2), режима кристаллизации и последующей ТО. В дендритах происходит трансформация тонких прослоек  $\gamma$ -фазы в достаточно крупные выделения неправильной формы, размер которых соизмерим с размером разделяемых ими участков  $\gamma'$ -фазы. В  $\gamma$ -прослойках активно происходит выделение наноразмерных частиц неправильной формы  $\gamma'_{вт}$  из пересыщенного твердого раствора на основе никеля и (рис. 4.8). Размер структурных составляющих может колебаться в широких пределах в зависимости от параметров кристаллизации и предшествовавшей ТО.

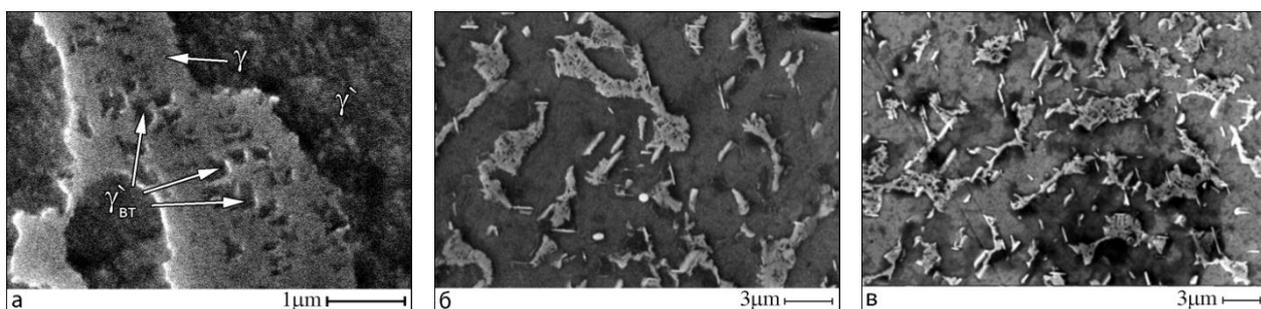


Рис. 4.8 Микроструктуры осей дендритов монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  сплава ВКНА-25(а) и ВИН2 (б, в) после ТО и статических испытаний на растяжение. (а) - ТО1 1150°С, 1ч, исп. 1100,  $\sigma=130$  МПа,  $\tau = 118,5$  ч; (б) – ТО1 1150°С, 1ч, исп. 1100,  $\sigma=130$  МПа,  $\tau = 118,5$  ч; (в) – ТО3 1290°С 10 ч, исп. 1100°С  $\sigma=110$  МПа,  $\tau = 815$  ч. (СЭМ)

Обращает на себя внимание, что такой распад не происходит при ТО по любому из исследованных режимов (см. гл. 3), а реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений, вызывающих разрушение материала, т.е. между этими характеристиками существует взаимосвязь. Однако, на основании полученных данных нет возможности

установить жесткую корреляцию между температурой, напряжением, продолжительностью испытания и структурными параметрами в виду их многофакторности.

Следует отметить еще одну характерную особенность изменения структурно-фазового состояния монокристаллов сплавов, содержащих кобальт и рений. В процессе испытаний на долговечность в осях дендритов (преимущественно) формируются игольчатые частицы дополнительных фаз (длиной до 7 мкм, сечением до 1 мкм) ориентированные в относительно ГЦК кристаллической решетки ( $\gamma'+\gamma$ ) дендритов: в поперечном сечении монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  они образуют равносторонний треугольник (рис. 4.8 и 4.9).

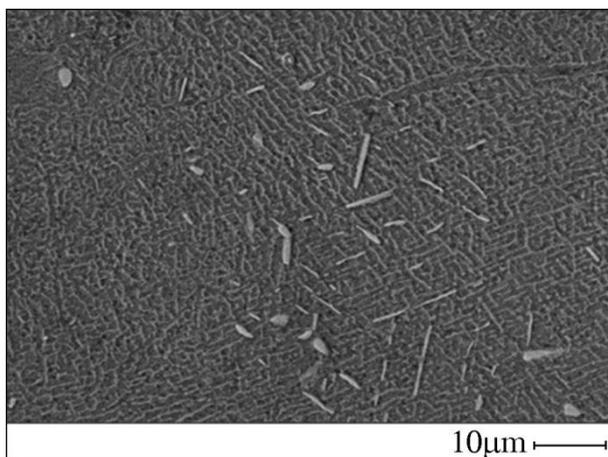


Рис. 4.9 Микроструктура оси дендрита монокристалла сплава ВКНА-25, КГО  $\langle 111 \rangle$  после ТО1 и статических испытаний на растяжение при 1100°C и  $\sigma=50$  МПа в течение 1820 ч (образец не разрушился). СЭМ

Исследование, проведенное в работе [89], показало, что составы более крупных частиц, приведенные на рис. 4.8 и 4.9, соответствуют  $\delta$  фазе и представляют собой твердый раствор (Re+Co) в  $\delta$  фазе системы Ni-Mo, в котором Re и Co замещают позиции молибдена. Все это свидетельствует о высоком уровне дендритной микроликвации. Как было показано в главе 3, при исследовании влияния ТО на параметры дендритной микроликвации, с увеличением температуры и/или продолжительности нагрева монокристаллов с ячеисто-дендритной структурой ИМ ( $\gamma'+\gamma$ )-сплавов типа ВКНА степень

дендритной ликвации уменьшается, причем повышение температуры более эффективно, чем увеличение продолжительности нагрева. При этом коэффициент ликвации ( $k_l = c_{од}/c_{мд}$ ) рения сохраняется на уровне не ниже 1,3, тогда как для остальных легирующих элементов (Al, Cr, Mo, Co), включая наиболее тугоплавкий вольфрам, становится равным 1 или приближается к ней (Ti).

В данной работе сделана попытка оценить совместное влияние температуры и нагрузки при испытании на долговечность на степень дендритной ликвации монокристаллов сплава ВКНА-25 (таблица 4.1) и сравнить с влиянием ТО на степень дендритной микроликвации (см. табл. 3.8)

Таблица 4.1 Распределение основных и легирующих элементов в ячеисто-дендритной структуре монокристалла сплава типа ВКНА-25, КГО <111>, ( $G \cdot R = 75^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) после длительных испытаний при  $1100^\circ\text{C}$  и  $\sigma = 50$  МПа. (Коэффициент ликвации  $k_l = c_{од}/c_{мд}$ )

Состояние	Содержание элементов, мас.%						
	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re
Исходное состояние: ВГНК+ТО1: $1150^\circ\text{C}$ , 1 ч ( $T \sim T_{\text{solvus}}$ )	<b>0,85</b>	<b>0,55</b>	<b>0,97</b>	<b>1,08</b>	<b>0,94</b>	<b>1,74</b>	<b>1,92</b>
ТО2: $1000^\circ\text{C}$ , 100 ч ( $T < T_{\text{solvus}}$ )	0,90	0,60	0,98	1,00	0,95	1,65	1,87
$1100^\circ\text{C}$ и $\sigma = 50$ МПа. (Испытание остановлено после 1820ч) ( $T \sim T_{\text{solvus}}$ )	<b>0,95</b>	<b>0,70</b>	<b>0,95</b>	<b>1,00</b>	<b>0,95</b>	<b>1,55</b>	<b>1,71</b>
ТО4: $1300^\circ\text{C}$ 10 ч $T_{\text{solvus}} < T \leq T_{\text{solidus}}$	1,00	0,90	1,00	1,00	1,00	1,00	1,30

Как видно из таблицы 4.1, увеличение продолжительности нагрева (от 1 до 100 ч  $T < T_{\text{solvus}}$  без нагружения или до 1820 ч при температурах ниже или вблизи  $T_{\text{solvus}}$  ( $1100^\circ\text{C}$ ) при одновременном воздействии напряжений ( $\sigma = 50$  МПа) в той или иной степени уменьшают дендритную микроликвацию.

Однако предельное (достигнутое в исследованиях) уменьшение микроликвации обусловлено длительным (10 ч) отжигом при подсолидусной температуре 1300°C.

#### 4.2 Малоцикловая усталость сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al

Данных о таких важных характеристиках жаропрочных конструкционных сплавов как мало- и многоцикловая усталость для сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al в литературе немного, и они являются разрозненными. Так в работе [92] впервые были исследованы зарождение и распространение трещины вдоль плоскостей скольжения при изучении многоцикловой усталости практически однофазного монокристалла  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al. В работах [93-94,] при испытаниях на МЦУ была показана важная роль границ зерен как мест зарождения трещин в микролегированном бором поликристаллическом  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al. На монокристаллах Ni<sub>3</sub>Al было изучено влияние циклических напряжений на эволюцию дислокационной субструктуры при испытаниях на МЦУ [95-98]. Изучение влияния кристаллографической ориентации на усталостное растрескивание монокристаллов с кристаллографической ориентацией (100)[010] и (110)[110] сплава  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al, содержавшего (масс. %) 16.7Al, 8Cr, 0.3В показало, что кристаллографическое растрескивание может одновременно происходить по двум или более плоскостям скольжения октаэдра {111}, наклоненным к оси образца[99].

Данных о поведении монокристаллических гетерофазных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА в условиях малоцикловых нагружений мало, и они разрознены. К числу первых исследований могут быть отнесены работа [101], где было изучено поведение монокристаллов сплава ВКНА-25 при 850°C и 1050°C при испытаниях на МЦУ в условиях «жесткого» нагружении, а также работа с участием автора [100], где была изучена долговечность монокристаллов сплава типа ВКНА-25 в условиях МЦУ (на базе 10<sup>4</sup> цикла) при «мягком» нагружении на гладких образцах при комнатной температуре.

*Целью работы данного раздела главы было изучение влияния температуры на строение образцов сплава ВКНА-25 при испытании на малоцикловую усталость (на базе  $10^4$  цикла) при напряжениях, меньших статического предела текучести, когда усталостное повреждение или разрушение происходит при упругопластическом деформировании монокристаллов литейного сплава на основе  $Ni_3Al$  с основными КГО при «мягком» нагружении (контролируемый параметр – нагрузка).*

Характерные микроструктуры образцов сплава ВКНА-25 приведены на рис. 4.10.

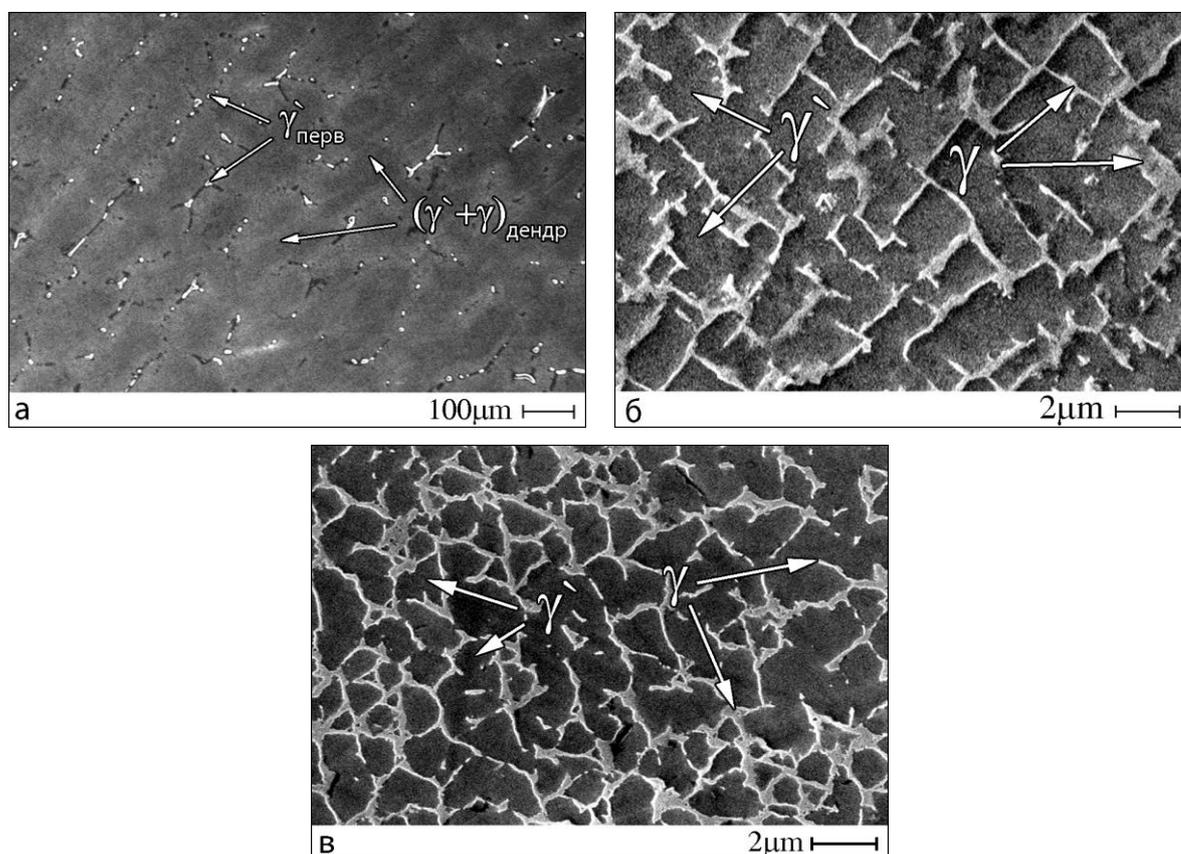


Рис. 4.10 Характерные микроструктуры монокристаллов ( $\gamma'+\gamma$ ) сплава ВКНА 25. Продольное сечение, КГО  $\langle 001 \rangle$  (а); поперечное сечение, КГО  $\langle 001 \rangle$  (б) и КГО  $\langle 111 \rangle$  (в)

**Испытания на МЦУ.** По результатам испытаний для каждой партии образцов были определены средние значения пределов МЦУ на базе  $10^4$  циклов, которые приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 Средние значения предела МЦУ при «мягком» нагружении монокристаллов сплава типа ВКНА-25 с различной КГО

Температура испытания, °С	Средние значения предела МЦУ (МПа)		
	<111>	<011>	<001>
20	860	660	740
750	840	740	840
900	620	580	660

Следует отметить, что по выносливости при МЦУ на базе  $10^4$  циклов при температуре  $900^\circ\text{C}$  сплавы типа ВКНА-25 близки к никелевому суперсплаву ЖС-26 ( $660\pm 20$  МПа), но при этом имеют более низкую плотность и более высокую жаростойкость, чем никелевые сплавы.

**Характер разрушения.** Внешний вид некоторых монокристаллов в зоне разрушения при 20 и  $900^\circ\text{C}$  приведен на рис. 4.11.

Поскольку интерметаллидные сплавы типа ВКНА и никелевые сплавы типа ЖС32 являются гетерофазными (различное соотношение двух фаз с ГЦК упорядоченной ( $\gamma'$ ) и ( $\gamma$ ) неупорядоченной кристаллической решеткой), в настоящей работе при обсуждении данных по МЦУ были привлечены данные работы [82] о поведении монокристаллов ( $\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$ ) никелевого сплава ЖС-32.

По аналогии со сплавами типа ЖС-32 [82] можно считать, что при комнатной температуре очаги разрушения образцов (рис. 4.11 а, б) возникли в местах выхода на поверхность образцов направлений <011>, вследствие чего распространение трещины произошло по двум из 4-х возможных плоскостей октаэдра {111} (стрелки А на рис. 4.11 а, б).

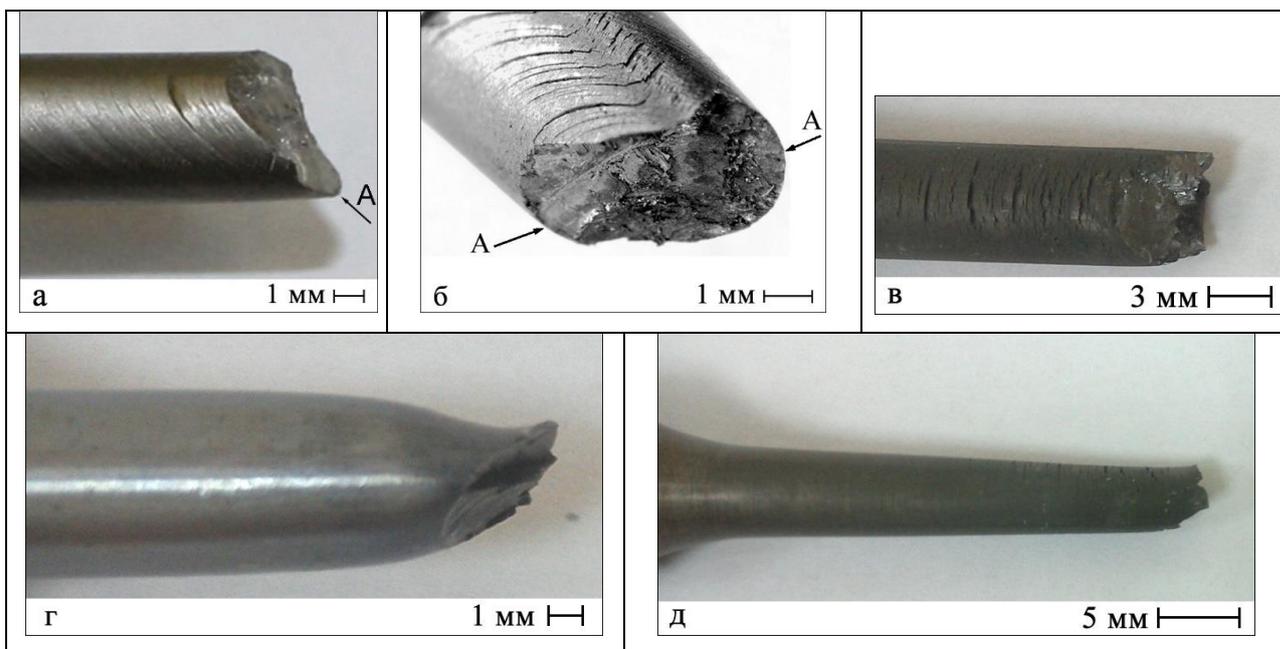


Рис. 4.11 Внешний вид монокристаллов сплава ВКНА-25 с разными КГО в зоне разрушения при испытаниях на МЦУ. (а) КГО  $\langle 111 \rangle$  при  $20^\circ\text{C}$ ; (б) КГО  $\langle 001 \rangle$  при  $20^\circ\text{C}$ ; (в) КГО  $\langle 001 \rangle$  при  $900^\circ\text{C}$ ; (г) КГО  $\langle 111 \rangle$  при  $750^\circ\text{C}$ ; (д) КГО  $\langle 111 \rangle$  при  $900^\circ\text{C}$ . Стрелками А показаны места зарождения трещины

Обращает на себя внимание, что деформация монокристаллов со всеми изученными КГО при испытаниях на МЦУ при  $20^\circ\text{C}$  происходит множественным сдвигом по соответствующим плоскостям скольжения  $\{111\}$ , о чем свидетельствуют следы пересечения этих плоскостей с боковыми поверхностями образцов. Эти следы пересечения являются источниками зарождения трещин и особенно ярко выражены на образцах с КГО  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 001 \rangle$  (рис. 4.11 а, б). Преимущественное скольжение в той или иной системе плоскостей приводит к деформации рабочей части образцов. В результате этого поперечное сечение монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 001 \rangle$  после испытаний на МЦУ при  $20^\circ\text{C}$  приобретает эллипсовидную форму.

При испытаниях на МЦУ при  $750^\circ\text{C}$  (ниже температуры максимума, при которой в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  со сверхструктурой  $L1_2$  происходит смена системы октаэдрического скольжения на кубическое), на боковой поверхности образца видны слабые следы пересечения плоскостей скольжения  $\{111\}$  с поверхностью, поперечное сечение приобрело эллипсовидную форму.

Монокристалл сплава ВКНА-25 с КГО  $\langle 111 \rangle$  при испытаниях на МЦУ при  $750^\circ\text{C}$  демонстрирует более высокую способность к локальной деформации (сужение), чем к равномерной (рис. 4.11 г).

При испытаниях на МЦУ монокристалла с КГО  $\langle 001 \rangle$  при  $900^\circ\text{C}$  (выше температуры максимума, при которой в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  происходит смена системы октаэдрического скольжения на кубическое, скольжение по плоскостям отсутствует, форма рабочей части образцов не меняется (см. рис. 4.11 в). Разрушению предшествует образование на поверхности образцов множественных трещин с неровными краями (рис. 4.11 в), перпендикулярных оси приложения напряжений.

При испытаниях монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  на МЦУ при  $900^\circ\text{C}$  (выше температуры максимума, при которой в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  происходит смена системы октаэдрического скольжения на кубическое) заметно утонение по всей длине рабочей части, что свидетельствует о преимущественной способности к равномерной деформации (рис. 4.11 д). Вблизи зоны разрушения на поверхности видны слабые следы трещин, перпендикулярных оси приложения напряжений.

В зоне разрушения при  $900^\circ\text{C}$  монокристаллов со всеми КГО видны следы значительной пластической деформации.

***Поверхности разрушения при комнатной температуре.*** На рис. 4.12 приведены участки изломов монокристаллов сплава с КГО  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  после разрушения при испытаниях на МЦУ при комнатной температуре в зоне начала разрушения.

Анализ изломов на рис. 4.12 показал, что при испытаниях, как гладких образцов, так и образцов с надрезом на МЦУ в пульсирующем режиме, разрушение начинается на поверхности образцов. Как указывалось выше, источником зарождения магистральных трещин (стрелки А) служат линии пересечения плоскостей скольжения октаэдра  $\{111\}$  с поверхностью образца (рис. 4.12 а-в) или надрез (рис. 4.12 г). Это наглядно видно при небольших увеличениях.

Обращает на себя внимание различная степень фрагментации поверхности разрушения образцов с различной КГО.

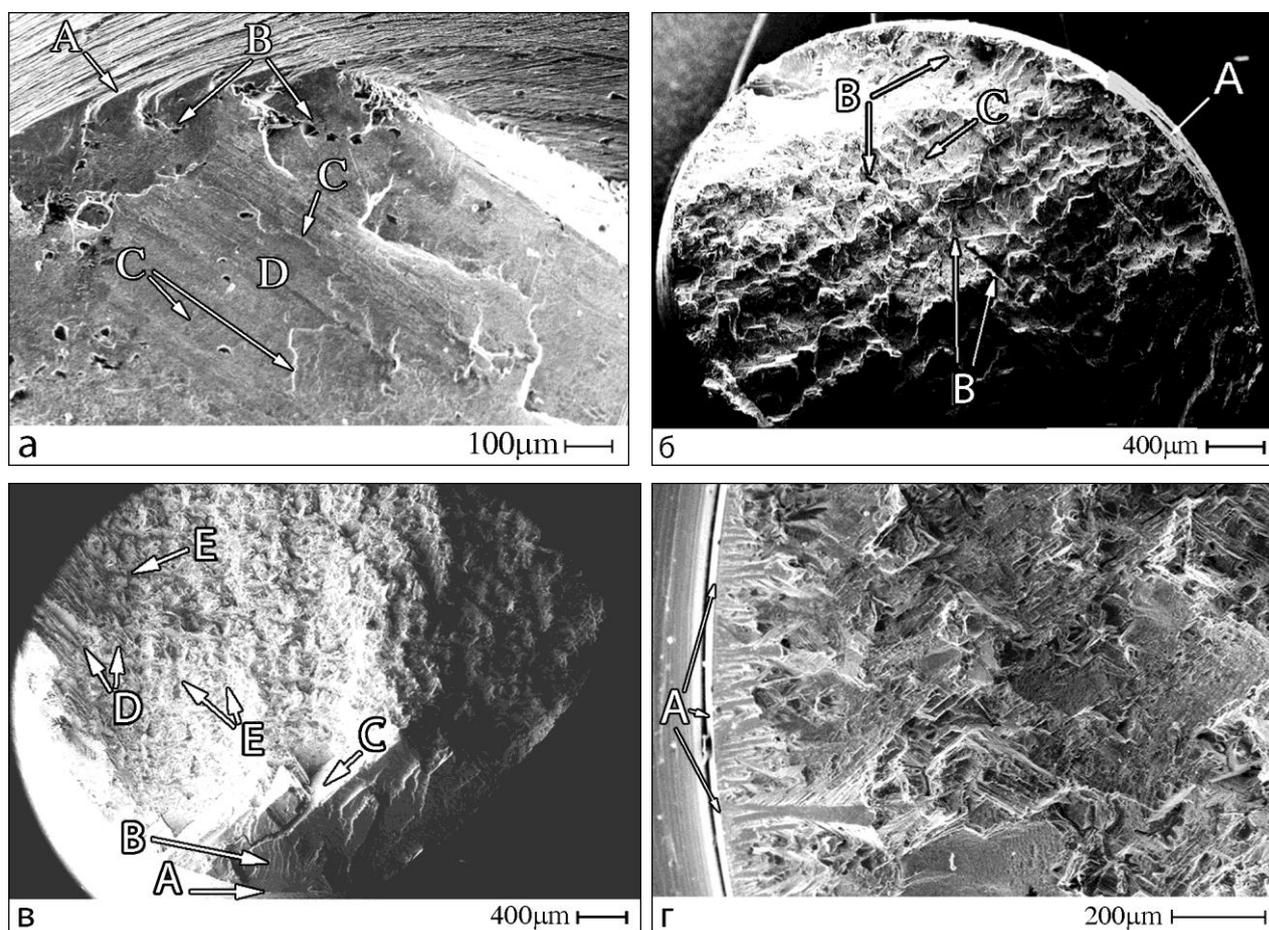


Рис. 4.12 Поверхность разрушения после испытания на МЦУ при 20°C гладких образцов (а-в) и образца с надрезом (г) монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  (а),  $\langle 011 \rangle$  (б),  $\langle 111 \rangle$  (в, г) из сплава типа ВКНА-25. (Начало разрушения указано стрелками А). СЭМ

Наименее фрагментирована поверхность разрушения образцов с КГО  $\langle 001 \rangle$ . На рис. 4.12 а видно, что поверхность разрушения образца монокристалла  $\langle 001 \rangle$  лежит в плоскости с относительно слабо развитым рельефом (стрелкой указано начало первичной трещины А). Глубина первичной трещины, по-видимому, колеблется в пределах 100-200 мкм. На рис. 4.12 а отчетливо видны поры, образующиеся перед фронтом распространения трещины, некоторые из которых имеют характерную

огранку (стрелки В). Линейный размер пор может достигать 20-25 мкм. Первичная трещина продолжает развиваться в той же плоскости, образуются слабо выраженные террасы (стрелки С), перемежающиеся с участками псевдовязкого разрушения (зоны D).

Поверхности разрушения образцов монокристаллов с КГО  $\langle 011 \rangle$  (рис. 4.12 б) и  $\langle 111 \rangle$  (рис. 4.12 в, г) настолько сильно фрагментированы, что практически нельзя говорить о плоскости разрушения или плоскости развития магистральной трещины. При разрушении образцов с обеими КГО трещина переходит из одной октаэдрической плоскости в другую, образует террасы и ступеньки, расположенные под определенными углами друг к другу («кристаллографический» излом), в результате чего поверхность разрушения изгибается, становится криволинейной.

На поверхности разрушения монокристалла с КГО  $\langle 011 \rangle$  четко прослеживаются три системы крупных «террас». Обращают на себя внимание многочисленные вторичные трещины, направленные вглубь образца (стрелки В), а также трещины, возникшие, по-видимому, на границе раздела между крупными первичными выделениями  $\gamma'Ni_3Al$  и двухфазной областью  $(\gamma'+\gamma)_{дендр}$  (стрелка С).

Поверхность разрушения монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  имеет еще более сложное строение (рис. 4.12 в). Первичная трещина А развивается на пересечении плоскости октаэдра с поверхностью, глубина первичной трещины составляет  $\sim 200$  мкм, после чего трещина начинает ветвиться, развиваются линии речного узора на глубину  $\sim 400$  мкм (зона В). Далее начинает развиваться кристаллографический излом (стрелка С), после чего на поверхности разрушения формируется зона, в которой сочетаются элементы кристаллографического разрушения (стрелки D) и псевдовязкого отрыва (зона Е).

Разрушение образца с надрезом начинается с поверхности образца по всей периферии сечения. В остальном, характер разрушения принципиально не отличается от характера разрушения гладких образцов.

Участок кристаллографического излома монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  приведен на рис. 4.13 а. Трещина переходит из одной октаэдрической плоскости в другую, образуя ступеньки и террасы. На изломе видны участки, на которых магистральная трещина, вызвавшая разрушение образца, прошла по границе между двумя структурными составляющими: первичными выделениями  $\gamma'_{\text{перв}}$  и  $(\gamma'+\gamma)_{\text{дендр}}$  (стрелка А).

В ряде случаев наблюдается образование вторичных трещин между этими структурными составляющими (стрелка В) и растрескивание крупных выделений  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}_{\text{перв}}$  (вторичная трещина, стрелка С) при прохождении трещины через  $\gamma'_{\text{перв}}$ , поскольку при комнатной температуре пластичность  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ниже пластичности  $(\gamma'+\gamma)_{\text{дендр}}$  – структурной составляющей, которая содержит вязкую фазу  $\gamma\text{Ni}$  (рис. 4.13 б).

На поверхности разрушения  $(\gamma'+\gamma)_{\text{дендр}}$  видны усталостные бороздки (стрелки D) (рис. 4.13 в). Обращает на себя внимание, что усталостные бороздки продолжают на поверхности участков  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  в дендрите, не меняя направления (стрелка E), пересекают их и снова продолжают в  $(\gamma'+\gamma)_{\text{дендр}}$  (стрелка F). Это свидетельствует о прочной связи между  $\gamma'_{\text{перв}}$  и  $(\gamma'+\gamma)_{\text{дендр}}$  (рис. 4.13 г).

Исследование поверхности разрушения монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  при больших увеличениях (рис. 4.13 д) показало, что разрушение  $\gamma'_{\text{дендр}}$  и  $\gamma_{\text{дендр}}$  фаз происходит по-разному:  $\gamma'_{\text{дендр}}$  участки разрушились хрупко и раньше, чем  $\gamma_{\text{дендр}}$  – прослойки между ними, которые деформировались растяжением и как бы «вытягивались» в направлении растяжения (стрелки J). На вытянувшихся прослойках  $\gamma$ -твердого раствора на основе Ni видны усталостные бороздки (стрелки H). Поверхность разрушения более хрупких  $\gamma'_{\text{дендр}}$  с упорядоченной кристаллической решеткой сильно фрагментирована, отдельные фрагменты сдвинуты относительно соседних участков (стрелки I) (экструзия и интрузия).

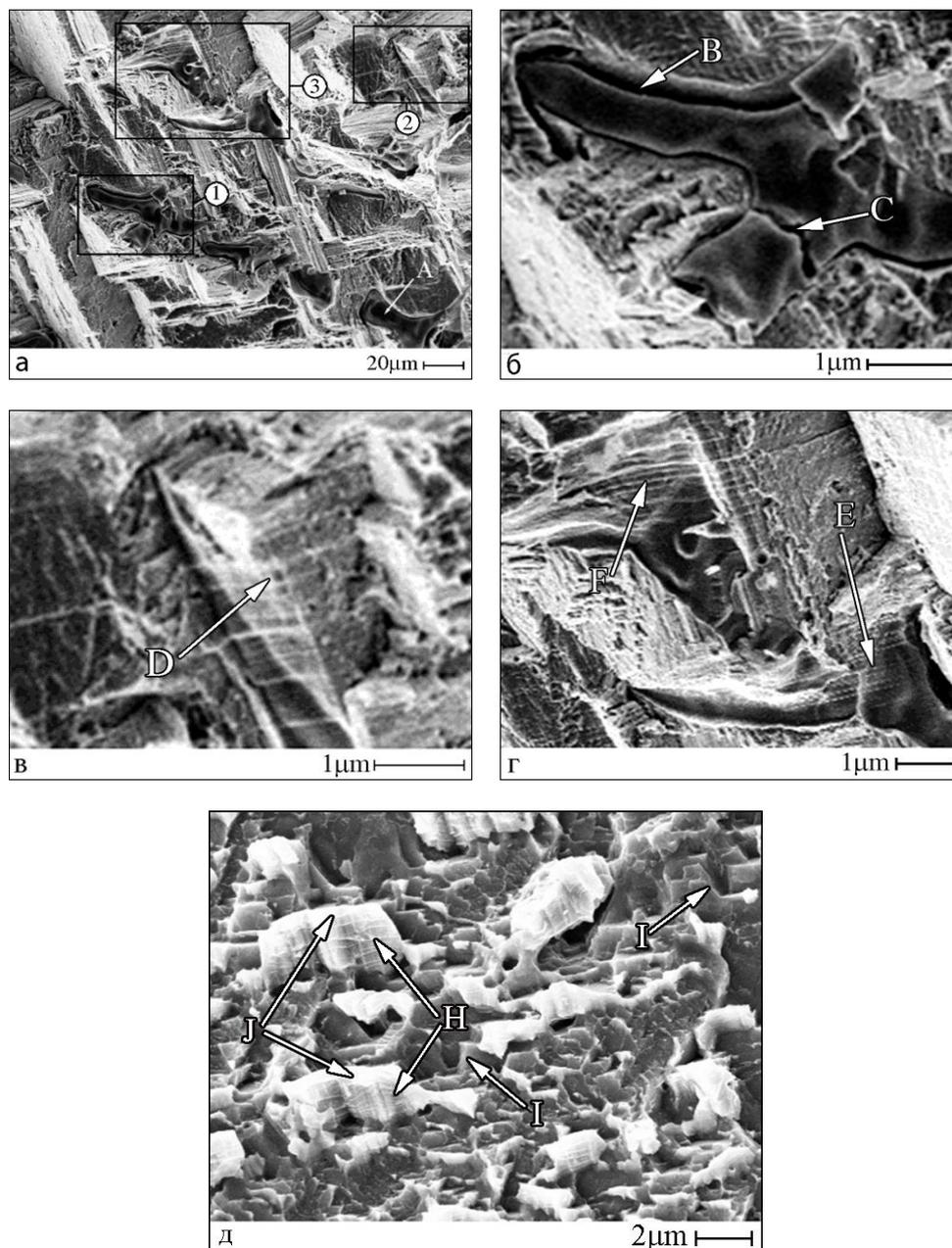


Рис. 4.13 Поверхность разрушения после испытания на МЦУ при 20°С на гладких образцах монокристалла с КГО <111> сплава типа ВКНА-25. СЭМ. б – участок 1 на фото а; в – участок 2 на фото а; г – участок 3 на фото а

Характерные микроструктуры двух участков продольного сечения в зоне разрыва после испытания на МЦУ при 20°С гладких образцов монокристалла с КГО <111> сплава ВКНА-25 приведены на рис. 4.14.

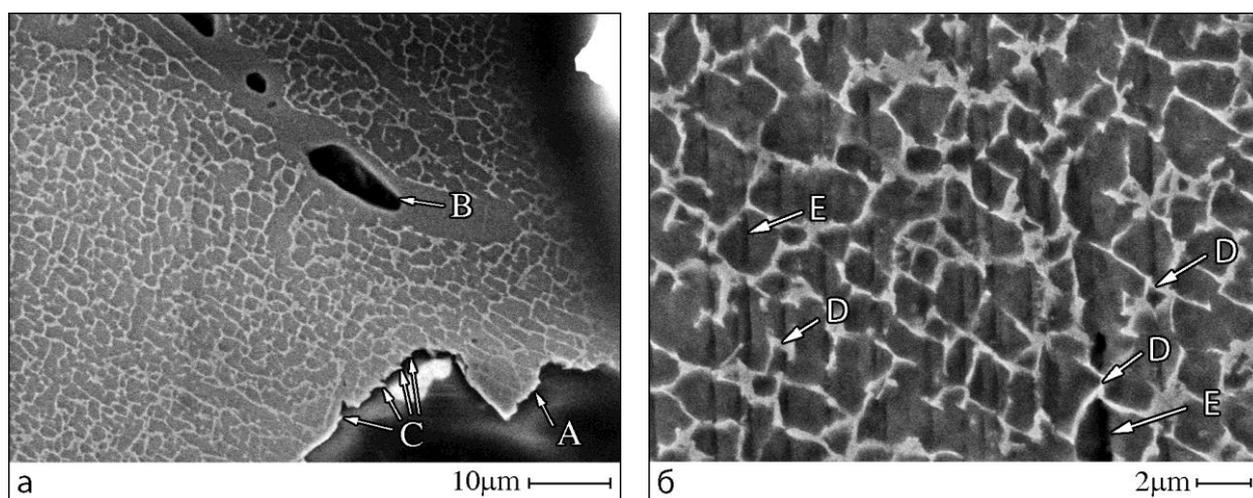


Рис. 4.14 Микроструктура в продольном сечении в зоне разрыва после испытания на МЦУ при 20°C на гладких образцах монокристалла с КГО <111> сплава ВКНА-25. СЭМ

На рис. 4.14 а видно, что магистральная усталостная трещина, распространяясь на участке структурной составляющей ( $\gamma'+\gamma$ ), меняет направление, переходя из одной октаэдрической плоскости в другую, что свидетельствует о кристаллографическом характере разрушения. Поверхность разрушения на рис. 4.14 а указана стрелкой А. На рис. 4.14 а видны слегка вытянутые участки прослоек вязкой фазы  $\gamma_{\text{дендр}}$ , деформирующихся (растягивающихся) при отрыве (стрелки С). Полости внутри первичных выделений ( $\gamma'+\beta$ )<sub>перв</sub> (стрелка В) на рис. 4.14 а) являются следствием вытравливания  $\beta$ -включений, обогащенные алюминием.

На рис. 4.14 б видны многочисленные продольные параллельные вторичные трещины с разной степенью раскрытия и протяженности, проходящие по  $\gamma'$ -участкам дендрита (стрелки Е). «Вытягивающиеся» прослойки пластичной  $\gamma$ -фазы образуют «мостики-перемычки» (стрелки D) между разрушившимися  $\gamma'$ -участками.

Изучение поверхности разрушения показало, что при комнатной температуре разрушение хрупкое, носит кристаллографический характер для монокристаллов со всеми КГО (см. рис. 4.11, 4.13).

**Поверхности разрушения монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  с при 20, 750 и 900°C** резко отличаются (рис. 4.15).

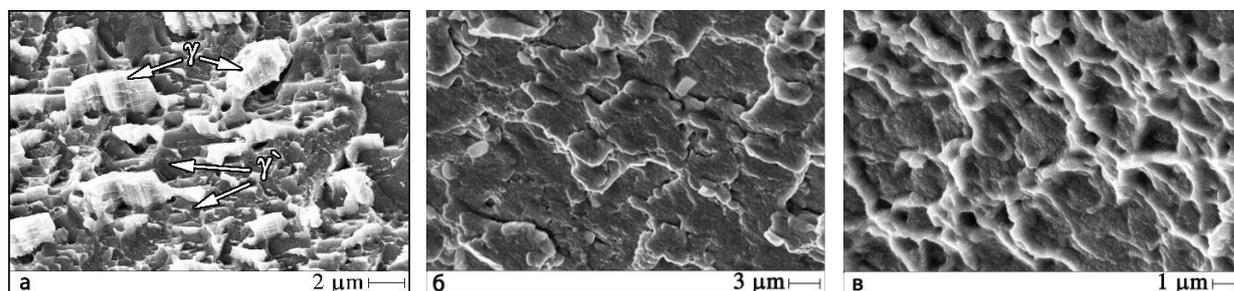


Рис. 4.15 Поверхность разрушения монокристалла с КГО  $\langle 111 \rangle$  при испытаниях на МЦУ на базе  $10^4$  циклов при 20°C (а), 750°C (б), 900°C (в)

При испытании на МЦУ при 20°C разрушение  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -фаз в двухфазной области происходит по-разному:  $\gamma'$  матрица разрушается хрупко и раньше, чем  $\gamma$  – прослойки, которые деформируются растяжением и как бы «вытягиваются» из  $\gamma'Ni_3Al_{дендр}$  матрицы (рис. 4.13 д, 4.15 а), т.е. материал деформируется как композит.

После испытаний при 750°C ( $T < T_{пика}$ ) на поверхности разрушения образцов большую долю занимают участки псевдовязкого (рис. 4.15 б) отрыва. После испытаний при 900°C ( $T > T_{пика}$ ) наблюдается вязкий отрыв (некое подобие чашечного излома) (рис. 4.15 в).

**Прочность при циклическом и статическом нагружении.** Известно, что в условиях испытания на МЦУ, когда максимальные напряжения цикла превосходят предел упругости, пластические деформации возникают в больших объемах материала. От цикла к циклу пластические деформации накапливаются и, наконец, при сравнительно небольшом количестве циклов достигают предельной величины, соответствующей разрушению материала при однократном статическом нагружении. В связи с этим представляло интерес сравнить температурные зависимости предела выносливости при МЦУ при «мягком» нагружении ( $\sigma_{мцу}^t$ ) на базе  $10^4$  цикла (рис. 4.16 а) и предела прочности монокристаллов с разной КГО сплава ВКНА-25 (рис. 4.16 б).

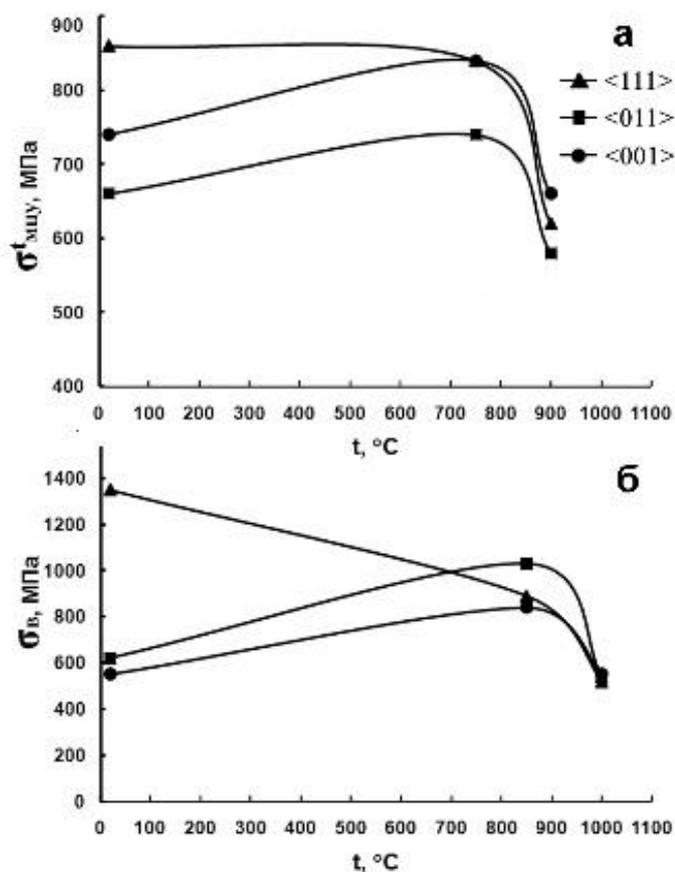


Рис. 4.16 Влияние температуры на: а - предел МЦУ при «мягком» нагружении ( $\sigma_{\text{мц}}^t$ ) на базе  $10^4$  цикла, (б) - предел прочности монокристаллов с разной КГО сплава ВКНА-25

Как видно из рисунка, характер изменения предела выносливости при испытаниях на МЦУ (рис. 4.16 а) и предела прочности (рис. 4.16 б) монокристаллов с разной КГО сплава ВКНА-25 с повышением температуры не является монотонным. Установлено наличие сильной температурной аномалии обеих характеристик монокристаллов с КГО <001> и <011>: при повышении температуры испытания с 20 до 750-850°C наблюдается повышение предела выносливости на ~ 12-14 % и предела прочности на 48% для КГО <001> и на 68% для <011>, и только при повышении температуры до 900-1000°C предел выносливости при МЦУ и предел прочности резко снижаются. При этом при всех температурах предел выносливости при МЦУ монокристаллов с КГО <001> на 10-12 % выше, чем монокристаллов с КГО

$\langle 011 \rangle$ . Что касается монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$ , то при повышении температуры до  $750^\circ\text{C}$  предел выносливости при МЦУ снижается слабо (на  $\sim 3\%$ ), а при  $900^\circ\text{C}$  резко уменьшается и занимает промежуточное положение между характеристиками монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$ . Предел прочности снижается более интенсивно на  $\sim 34\%$ , и при  $1000^\circ\text{C}$  прочность монокристаллов с различными КГО практически одинакова. Общим для обеих характеристик является ярко выраженное аномальное повышение обеих характеристик монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$  с максимумом в окрестностях температур  $750\text{-}850^\circ\text{C}$ , обусловленное термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций [17, 21].

Изменение характера разрушения при испытаниях на МЦУ при температурах  $750$  и  $900^\circ\text{C}$  по сравнению с характером разрушения при  $20^\circ\text{C}$  и аномальное повышение предела выносливости при МЦУ, предела текучести и предела прочности монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$  до  $T_{\text{макс}}=750\text{-}850^\circ\text{C}$  обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой  $L1_2$  и изменением свойств самих  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -фаз друг относительно друга. При температуре максимума в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое.

**Изменение систем скольжения.** Как уже отмечалось ранее (гл. 1, гл. 3), смена октаэдрического скольжения кубическим при повышении температуры была обнаружена во многих сплавах со сверхструктурой  $L1_2$  (в том числе и  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ),  $L1_0$  ( $\text{TiAl}$ ), а также с некоторыми другими сверхструктурами. Многочисленные исследования деформируемых сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  типа IC218, 221, 264, 396 с поликристаллической структурой и литейных сплавов типа ВКНА с дендритной или монокристаллической структурой показали, что тип легирования может влиять на высоту пика и сдвигать в некоторых пределах температуру максимума, но не влияет на общий характер аномальной температурной зависимости (см. рис. 1.2 а). В работе [86] отмечаются и другие особенности деформационного поведения

ИМ в той же области: аномальная зависимость коэффициента упрочнения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  от температуры и слабая зависимость напряжения течения от скорости деформации  $\dot{\epsilon}$ . Наличие заблокированных сверхдислокаций в области аномального температурного хода предела текучести и смена октаэдрического скольжения кубическим при переходе через температуру пика текучести и прочности сопровождается немонотонный ход деформационных характеристик. Следует отметить, что изменения механизма деформации были отмечены и при исследовании никелевого суперсплава с монокристаллической структурой. Так в работе [103] при исследовании изменения дислокационной структуры в процессе МЦУ никелевого  $(\gamma+\gamma')$  суперсплава было показано, что при повышении температуры от комнатной до  $900^\circ\text{C}$  режим множественного скольжения постепенно изменяется от планарного (при  $20^\circ\text{C}$ ) на волновое скольжение при  $750^\circ\text{C}$ . При движении дислокаций в  $\gamma$  матрице происходит перерезание частиц фазы  $\gamma'_{\text{вт}}$ . Повышение температуры до  $900^\circ\text{C}$  приводит к реализации поперечного скольжения, происходит огибание частиц дислокациями. Отмечено, что при этом происходит гомогенизация деформации, которая приводит к переходу от режима растрескивания в результате разрушения сдвигом к нормальному разрушению.

**Изменение свойств  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -фаз.** С повышением температуры меняется способность к деформации  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -фаз. Как показано в ранее проведенной нами работе [100] при комнатной температуре  $\gamma'$ -матрица разрушается хрупко и раньше, чем  $\gamma$  – прослойки, которые деформируются растяжением и как бы «вытягиваются» из  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  матрицы в направлении растяжения, материал деформируется как композит. При  $750$  и  $900^\circ\text{C}$  характеристики пластичности фаз сближаются за счет повышения пластичности интерметаллида. Следует отметить, что изменения свойств  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз относительно друг друга с повышением температуры были отмечены и при исследовании никелевого суперсплава с 45 об. %  $\gamma'$ -фазы с

поликристаллической структурой. Так в работе [104] с использованием нейтронной дифракции было установлено, что с увеличением температуры постепенно изменяется относительная твердость двух фаз, присутствующих в  $(\gamma+\gamma'_{\text{вт}})$  суперсплаве. При температурах между комнатной температурой и  $500^{\circ}\text{C}$   $\gamma'$ -фаза является более мягкой фазой, при более высоких температурах ( $750^{\circ}\text{C}$ ) более мягкой является  $\gamma$ -матрица.

#### **4.3 Исследование влияния термической усталости на структуру и свойства монокристаллов сплавов на основе $\text{Ni}_3\text{Al}$**

Целью данного раздела *настоящей* работы являлось исследование влияния термоциклирования на базе  $10^3$  термоциклов в условиях  $100\leftrightarrow 850^{\circ}\text{C}$ ,  $100\leftrightarrow 1050^{\circ}\text{C}$  и  $100\leftrightarrow 1100^{\circ}\text{C}$  с контролируемым напряжением в цикле на характер разрушения и структуру монокристаллов сплава ВКНА-1В с основными кристаллографическими ориентациями  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  и установление корреляции между характеристиками термоусталости и другими характеристиками жаропрочности сплавов.

Многочисленные исследования сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА, легированных Cr, Mo, W, Ti, которые обеспечили возможность их применения в промышленности, в том числе для рабочих лопаток малоразмерных ГТД, створок регулируемого сопла, и ряда других деталей ГТД, в основном касаются изучения влияния состава, структуры и КГО на такие механические свойства, как кратковременная и длительная прочность при постоянных температурах и напряжениях [63, 66, 105]. Однако детали ГТД работают в условиях переменных циклических температур и напряжений. Расширение и сжатие материала при резком изменении температуры (термоударах) при таких операциях как включение/выключение приводит к возникновению внутренних напряжений, вызывает локальную пластическую деформацию. Возникающие при термоциклировании внутренние напряжения способны вызвать разрушение ответственных деталей ГТД и, наряду с циклическими

переменными нагрузками в режиме малоциклового или многоциклового усталости, определяют срок жизни двигателя. Процессы зарождения и роста трещин в условиях термоусталости, мало- и многоциклового усталости хорошо изучены для никелевых ( $\gamma+\gamma'$ ) суперсплавов [82, 106-111].

Однако для ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе интерметаллида  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  эти процессы практически не изучены или мало изучены. Только в последнее десятилетие стали появляться единичные работы, направленные на изучение поведения сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  серий ВКНА/ВИН, легированных Cr, Mo, W, Ti, Re [77] и IC6/IC6SX, легированных Mo (Re). В работах [42, 112] освещаются исследования, посвященные изучению характера зарождения и роста трещины в монокристаллах с КГО  $\langle 001 \rangle$  сплава марки IC6SX (мас. %) Ni - (7,4-7,8) Al - (13,5-14,3) Mo-(0,01-0,03) W. Отмечается, что в условиях испытания  $1000 \leftrightarrow 15^\circ\text{C}$  образцов с V-образным надрезом трещина распространяется более легко вдоль направления роста по междендритным участкам, обогащенным карбоборидами и интерметаллидом  $\text{NiMo}$ , чем в поперечном направлении. Отмечено отрицательное влияние кислорода на сопротивление термоусталости сплавов этого типа, что связано с формированием в устье развивающейся трещины оксидов и шпинелей  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiMoO}_4$ .

*Настоящее* исследование было проведено на сплаве ВКНА-1В на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [105].

Характеристики термической усталости в значительной мере зависят от модуля нормальной упругости, который зависит от КГО. Согласно данным ВИАМ, модули нормальной упругости монокристаллов сплава на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с основными КГО при комнатной температуре сильно различаются, аналогично тому, как это имеет место для никелевых суперсплавов [107]. С повышением температуры до  $1000^\circ\text{C}$  различие несколько уменьшается (таблица 4.3).

Таблица 4.3 Влияние температуры на значения модуля нормальной упругости  $E^{<hkl>}$  монокристаллов с КГО  $<001>$ ,  $<011>$  и  $<111>$  сплава на основе  $Ni_3Al$

Т, °С	Средние значения модуля Е (МПа) для основных КГО		
	$<001>$	$<011>$	$<111>$
20	126	221	303
800	90	174,5	228,75
900	78,5	157,5	207
1000	70,75	145,5	184,25

Режимы испытаний на термоциклирование и число циклов до разрушения приведены в таблице 4.4.

Таблица 4.4 Режимы испытаний на термоциклирование монокристаллов с КГО  $<001>$  и  $<111>$  из сплава на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА-1В

КГО	Режим испытания	$\Delta\sigma_{\text{терм}}$ , МПа	Число циклов до разрушения, N
$<001>$	100↔850°С	730	7700
$<001>$	100↔1100°С	650	1097
$<111>$	100↔850°С	1000	7920
$<111>$	100↔1100°С	700	1399

Как видно из таблиц 4.3 и 4.4, монокристаллы с КГО  $<111>$  с модулем нормальной упругости в 3 раза больше, чем таковой для КГО  $<001>$  обладают наибольшим сопротивлением термической усталости только при циклировании в условиях 100↔850°С на базе  $10^3$  цикла.

Монокристаллы с КГО  $<111>$  демонстрируют примерно одинаковое число циклов до разрушения, что и монокристаллы с КГО  $<001>$ , но при размахе напряжения в ~1,3-1,7 раз больше. При повышении максимальной температуры цикла до 1100°С тенденция сохраняется, но результаты много

скромнее, и роль модуля упругости монокристаллов с разными КГО уменьшается с повышением температуры испытания.

**Структура.** Структура в поперечном сечении монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  после термоциклирования по режимам  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$  при  $\Delta\sigma_{\text{терм}} = 1000 \text{ МПа}$  и  $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$  при  $\Delta\sigma_{\text{терм}} = 700 \text{ МПа}$  приведена на рис. 4.17 и 4.18

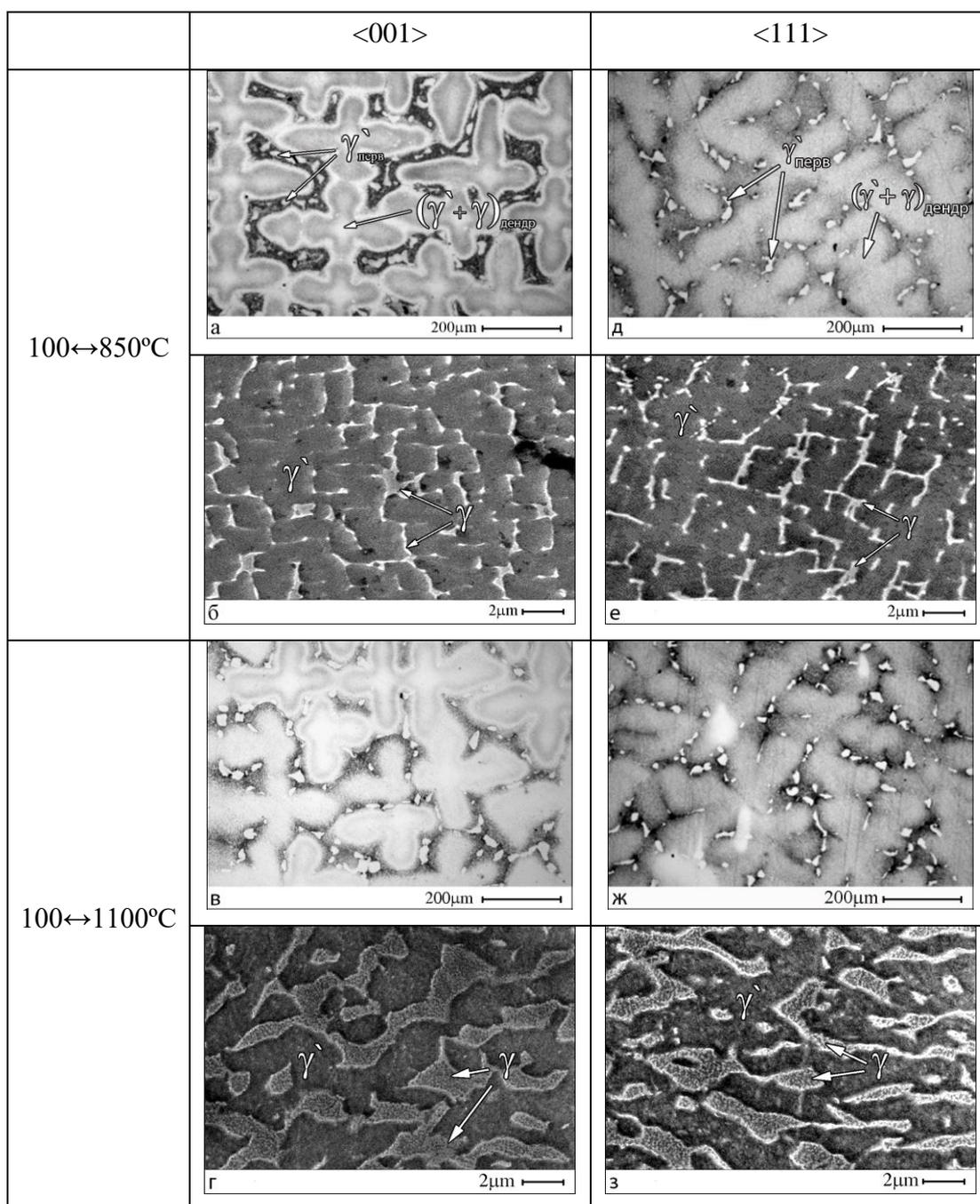


Рис. 4.17 Структура монокристаллов сплава ВКНА-1В с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  в поперечном направлении после термоциклирования. ОМ – а, б, в, г. СЭМ - б, е, г, з

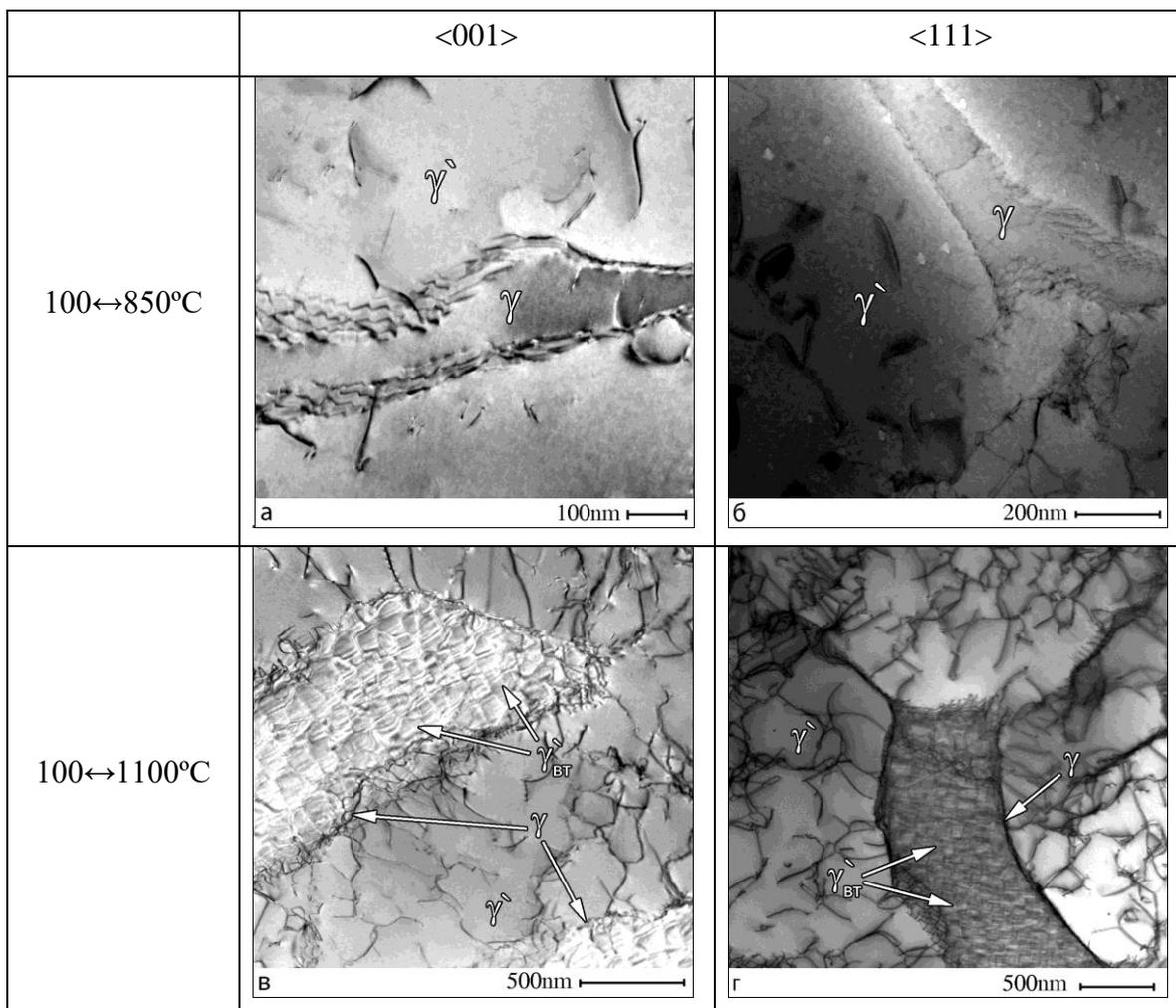


Рис. 4.18 Электронная микроскопия монокристаллов с КГО <001> и <111> сплава ВКНА-1В после термоциклирования по режимам 100↔850°C и 100↔1100°C. ПЭМ

Как видно из рис. 4.17 и 4.18, после испытаний в условиях термоциклирования с максимальными температурами термоцикла 850 и 1100°C монокристаллические образцы сохраняют ячеисто-дендритное строение, свойственное литым сплавам. Оси дендритов (рис. 4.17 б, е, г, з) сохраняют двухфазную структуру ( $\gamma' + \gamma$ ). При этом участки  $\gamma'$ -фазы разделены прерывистыми прослойками  $\gamma$ -фазы (твёрдый раствор на основе никеля), являющейся вязкой структурной составляющей. После термоциклирования по режиму 100↔850°C ( $\Delta\sigma_{\text{терм}}=730$  МПа)  $\gamma$ -прослойки в двухфазной ( $\gamma' + \gamma$ ) области в дендритах сохраняют однофазное строение, как и в литом материале, толщина прослоек колеблется в пределах 100-150 нм (рис. 4.17 б, е

и рис. 4.18 а, б). Повышение максимальной температуры термоцикла до 1100°C приводит к тому, что прерывистые прослойки  $\gamma$ -фазы в  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрице изменяют морфологию: они становятся короче и шире, их толщина соизмерима с размером разделяемых ими участков  $\gamma'$ -фазы (рис. 4.17 г, з). Внутри  $\gamma$ -прослоек происходит распад пересыщенного твердого раствора на основе никеля, образуются вторичные выделения  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'_{вт}$ ), имеющие форму кубоидов. Средний линейный размер кубоидов изменяется от 20 нм до 80 нм для максимальных температур цикла 1100°C соответственно (рис. 4.18 в, г).

Термоциклирование по указанным в таблице 4.3 режимам приводит к изменению структурно-фазового состояния материала, которое зависит от условий испытания. Под действием возникающих при термоциклировании знакопеременных напряжений происходит пластическая деформация, которая, как и в никелевых сплавах, на первой стадии осуществляется скольжением винтовых дислокаций  $a/2 [110]$  по октаэдрическим плоскостям  $\{111\}$  в каналах матрицы. При этом на поверхностях раздела  $\gamma'/\gamma$  образуются сетки 60-градусных дислокационных сегментов (рис. 4.18 а, б). Плотность дислокаций в сетке зависит от степени пластической деформации. Плотность дислокаций в  $\gamma'$  матрице низка.

Следует отметить, что под воздействием термически индуцированных знакопеременных напряжений границы между  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрицей и двухфазными включениями ( $\gamma+\gamma'_{вт}$ ), также, как и границы между  $\gamma'$  и  $\gamma$ , представляют собой сетки 60-градусных дислокационных сегментов; сверхдислокации могут пересекать эти сетки и проникать из  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрицы в двухфазную ( $\gamma+\gamma'_{вт}$ ) структурную составляющую.

Обращает на себя внимание различие в дислокационной структуре образцов, подвергавшихся термоциклированию по различным режимам. Плотность дислокаций зависит от степени деформации, предшествовавшей разрушению при термоциклировании. Степень деформации в свою очередь

определяется максимальной температурой цикла, коэффициентом термического расширения и жесткостью мембраны, создающей напряжения сжатия (при нагреве и расширении образца) и напряжения растяжения (при его охлаждении). Плотность дислокаций в  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрице в двухфазных ( $\gamma'+\gamma$ ) дендритах после испытаний по режиму 100↔850°C (рис. 4.18 а, б) примерно на порядок ниже, чем после испытаний по режиму 100↔1100°C (рис. 4.18 в, г). Кроме того, в отличие от образцов, испытанных по режиму 100↔850°C, участки  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрицы в двухфазной структурной составляющей  $\gamma'+(\gamma+\gamma'_{вт})$  в монокристаллах после испытаний по режиму 100↔1100°C сильно фрагментированы (рис. 4.18 в, г), линейный размер фрагментов колеблется в пределах 1-3 мкм.

Повышение плотности дислокаций и сильная фрагментация  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al матрицы после испытаний по режиму 100↔1100°C при значениях размаха напряжений в термоцикле  $\Delta\sigma_{терм}$  (разница между максимальными растягивающими и сжимающими напряжениями) 700 МПа по сравнению со значительно более низкой плотностью дислокаций и отсутствием фрагментации после испытания по режиму 100↔850°C при более высоком размахе термических напряжений в цикле (1000 МПа) указывают на больший вклад в деформацию и изменение структуры от термических напряжений, чем от размаха напряжений в термоцикле.

**Характер разрушения.** Поверхности разрушения монокристаллов с КГО <001> и <111>, испытанных по двум температурным режимам, приведены на рис. 4.19.

Анализ изломов на рис. 4.19 а, б, д, е показал, что при испытаниях гладких образцов на термоциклирование по обоим режимам (100↔850°C и 100↔1100°C) разрушение начинается на поверхности образцов, аналогично тому, как было показано в работе [113] при исследовании поведения сплава типа ВКНА-1В в условиях малоциклового усталости.

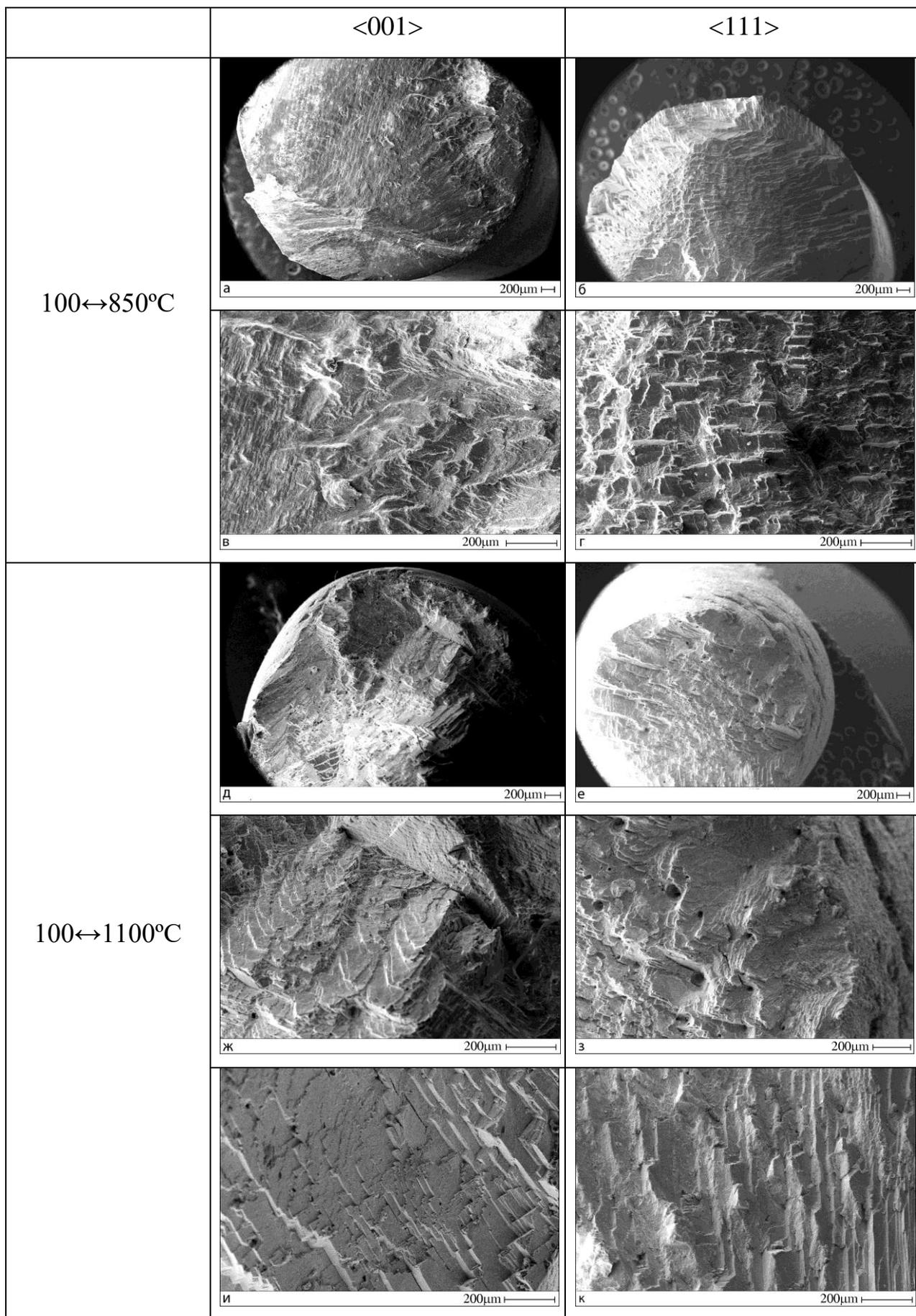


Рис. 4.19 Поверхности разрушения монокристаллов с КГО <001> и <111>, испытанных по двум температурным режимам

Источником зарождения магистральных трещин служат линии пересечения плоскостей скольжения октаэдра  $\{111\}$  с поверхностью образца. Это наглядно видно при небольших увеличениях.

Поверхности разрушения при термоциклировании образцов монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  (рис. 4.19 а, д) и  $\langle 111 \rangle$  (рис. 4.19 б, е) настолько сильно фрагментированы, что практически нельзя говорить о плоскости разрушения или плоскости развития магистральной трещины. При разрушении образцов с обеими КГО трещина переходит из одной октаэдрической плоскости в другую, образует террасы и ступеньки, расположенные под определенными углами друг к другу («кристаллографический» излом), в результате чего поверхность разрушения изгибается, становится криволинейной.

Излом во всех случаях имеет смешанный хрупко-вязкий характер, сочетаются элементы кристаллографического разрушения и вязкого отрыва. Видны как террасы скола, гребни отрыва, так и участки вязкого «ямочного» разрушения. Обращает на себя внимание, что характер разрушения не меняется при распространении трещины в различных структурных составляющих: в однофазной  $\gamma'Ni_3Al$  и двухфазной области  $[\gamma' + (\gamma + \gamma'_{вт})]$ , что указывает на отсутствие различия в их характеристиках пластичности.

#### **Выводы к главе 4**

1. Изучены особенности изменения структуры и характера разрушения монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  гетерофазных  $(\gamma' + \gamma)$  сплавов типа ВКНА-1В и ВКНА-25 на основе алюминида никеля  $\gamma'Ni_3Al$ , в условиях кратковременных и длительных статических нагружений при температурах до  $1200^\circ C$ , в условиях малоциклового усталости (МЦУ) при осевом пульсирующем напряжении при температурах 20, 750 и  $900^\circ C$  в условиях «мягкого» нагружения и в условиях термоциклирования по режимам

100↔850°C и 100↔1100°C при значениях размаха напряжений в термоцикле  $\Delta\sigma_{\text{терм}}=700-1000$  МПа монокристаллов с КГО <001> и <111>.

2. Установлено, что высокотемпературные испытания (при температурах выше 1000°C) сплавов обоих типов на долговечность при статических нагружениях и при термоциклировании приводят к изменению микроструктуры монокристаллов. Уменьшается доля  $\gamma'_{\text{перв}}$  и исчезают двухфазные ( $\gamma'+\beta$ ) включения в междендритном пространстве. В дендритах изменяется строение прослоек  $\gamma$ -фазы, которые утолщаются, становятся прерывистыми соизмеримыми с разделяемыми ими участками  $\gamma'$ -фазы. Происходит интенсивное выделение в  $\gamma$  прослойках дисперсных или наноразмерных частиц  $\gamma'_{\text{вт}}$ .

3. Установлено, что такое же выделение  $\gamma'_{\text{вт}}$  не происходит при ТО по любому из исследованных режимов, а реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений, вызывающих разрушение материала, т.е. между этими характеристиками существует корреляция.

4. Установлено наличие температурной аномалии предела выносливости при МЦУ сплава типа ВКНА (аналогичное наблюдаемому на температурных зависимостях характеристик прочности при растяжении): рост с повышением температуры в температурном интервале от 20 до 750-850°C, обусловленное термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций.

5. Различия в характере разрушения при испытаниях на МЦУ при 20°C и 750-900°C связаны как со сменой октаэдрического скольжения кубическим при переходе через температуру пика, так и с увеличением способности к деформации  $\gamma'$ -фазы с повышением температуры: при 20°C материал деформируется как композит, состоящий из хрупкой  $\gamma'$  и вязкой  $\gamma$  составляющей, тогда как при 750-900°C характеристики прочности и пластичности фаз сближаются.

## Глава 5. Использование результатов работы

В настоящее время из интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА изготавливают ряд деталей авиационных двигателей (рис. 5.1, 5.2 и 5.3).



ВКНА-1В



ВКНА-25

Рис. 6.1. Отливки рабочих неохлаждаемых лопаток ГТД (ФГУП ВИАМ)



Рис. 6.2. Сопловой аппарат из сплава ВКНА-25 (ФГУП ВИАМ)



Рис. 5.3. Проставки реактивного сопла из сплава ВКНА-1В (ФГУП ВИАМ)

Характерные свойства отечественных интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА для тяжело нагруженных деталей авиационных ГТД и ЭУ приведены в таблице 5.1. Там же приведены свойства двух наиболее продвинутых зарубежных ИМ сплавов.

Таблица 5.1 Характерные свойства отечественных интерметаллидных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА и двух зарубежных сплавов

Сплав, производитель	T <sub>раб</sub> , °C	ρ, г/м <sup>3</sup>	σ <sup>20</sup> <sub>в</sub> , МПа	δ <sup>20</sup> , %	σ <sup>1100</sup> <sub>100</sub> , МПа	σ <sup>1200</sup> <sub>100</sub> , МПа
ВКНА-1В (ФГУП ВИАМ)	1200, с забросом до 1300	7,938	1350	14	100	50
ВКНА-25 (ФГУП ВИАМ)	1200	7,910	1120	10	125	48
IC221M (ORNL, USA)	1100	7,860	770	14	28	18
IC6SX Lockheed Martin Energy Res.)	1100	7,900	1093	13	σ <sup>1100</sup> <sub>40</sub> = 130	-

Как видно из табл. 5.1, наиболее продвинутые зарубежные ИМ сплавы уступают отечественным сплавам типа ВКНА по характеристикам длительной прочности при 1100°C и, тем более 1200°C, и следовательно по предельным рабочим температурам.

За рубежом работы по созданию новых и повышению свойств созданных ранее ИМ сплавов ведутся достаточно интенсивно. Наиболее близки по тематике работы Ок-Риджской Национальной Лаборатории в Дейтоне (США) и китайских ученых, которые создали сплав IC6SX, являющийся модификацией американского сплава типа IC6 (мас. %: 7-8 Al, 8 Mo, микроприсадки бора), доведя содержание молибдена до 14 мас. %, а также используя в одной из модификаций легирование 2 мас. % Ru. Эти сплавы позиционируются как материал для сопловых лопаток, а не рабочих, как сплавы типа ВКНА.

Температурная зависимость предела текучести σ<sub>0,2</sub> сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА в сравнении с пределом текучести некоторых традиционных жаропрочных сплавов приведены на рис. 5.4.

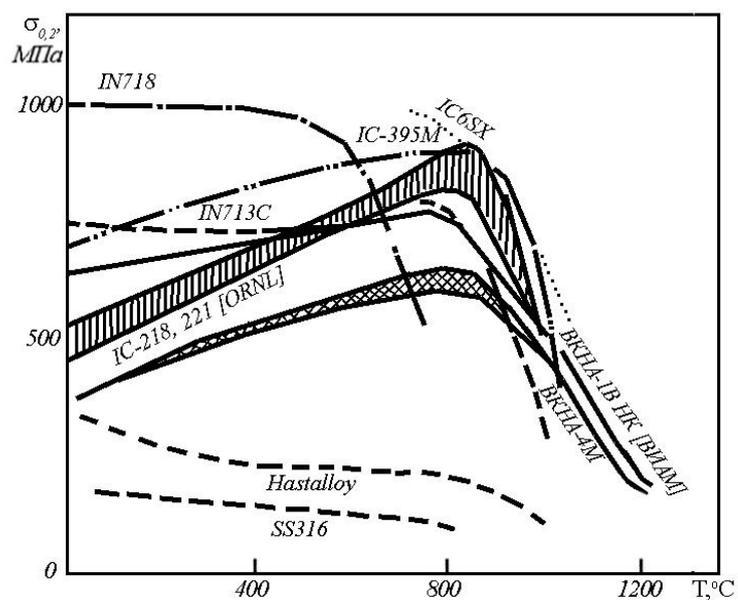


Рис. 5.4 Температурная зависимость предела текучести  $\sigma_{0,2}$  сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа ВКНА в сравнении с пределом текучести некоторых традиционных жаропрочных сплавов и современных зарубежных сплавов на основе  $Ni_3Al$  типа IC (IC-218, IC-221M, IC-395M, IC6SX)

Как видно из рис. 5.4, сплавы типа ВКНА уступают по прочности при средних температурах ряду жаропрочных никелевых и ИМ сплавов, однако при температурах выше  $1100^{\circ}C$  (максимальные рабочие температуры наиболее жаропрочных из них) превосходят их.

*В диссертации проведены структурные исследования*, результаты которых были использованы для достижения высоких характеристик жаропрочности сплавов типа ВКНА.

Установление корреляции между размером частиц ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ, характером их распределения, и способом введения основных и легирующих элементов при вакуумной индукционной выплавке заготовок ИМ сплавов на основе  $Ni_3Al$  с учетом реакционной активности элементов *было использовано* для обоснования выбора постадийного введения при ВИП основных и легирующих элементов (в зависимости от их реакционной способности) при получении заготовок для отливок изделий ответственного назначения с повышенной долговечностью.

Установление корреляции между параметрами высокоградиентной направленной кристаллизацией, степенью дендритной микроликвации в монокристаллах ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавах типа ВКНА, имеющих ячеисто-дендритную структуру, и составом, размером и морфологией фаз и структурных составляющих в сплавах, формирующихся при кристаллизации и термической обработке, и характеристиками их жаропрочности, а также характером разрушения при длительных статических испытаниях на растяжение **было использовано** при выборе режимов НК для отливки ответственных изделий для ГТД.

Выявлены особенности структурно-фазового строения литейных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $Ni_3Al$ , легированных титаном, хромом, молибденом, вольфрамом, кобальтом и рением, в состояниях после направленной кристаллизации, низко- и высокотемпературной термической обработки. **Это позволило научно обосновать выбор режимов ТО**, которая снимает литейные напряжения, практически не приводит к укрупнению структурных составляющих и исчезновению неравновесных первичных выделений  $(\gamma'+\beta)_{перв}$  в сплаве с Co и Re, и  $\gamma'_{перв}$  в сплаве без них, а также, обеспечивает сохранение дендритной микроликвации. Это обеспечило повышение долговечности литых изделий более, чем в 3 раза, позволило скорректировать температурно-временные параметры кратковременной ТО сплавов, которые были использованы при выборе режимов ТО для деталей ГТД нового поколения в изделиях и учтены при составлении соответствующей техдокументации.

На основании проведенных исследований получен патент РФ № 2433196 С1 от 10.11.2011. Бюл. №31, 5 стр. на литейный сплав на основе  $Ni_3Al$  и изделие, выполненное из него, с повышенными характеристиками: малоцикловая усталость на базе  $N=10^4$  циклов при осевой нагрузке на гладких образцах и образцах с надрезом при 20°C и при 900°C увеличена в 2,5-3 раза, число теплосмен  $N$  до разрушения при термоциклировании от 100 до 1100°C при напряжении  $\Delta\sigma = 600$  МПа увеличено более чем в 2,5 раза.

### Основные выводы по работе:

1. Изучено влияние способа получения, условий кристаллизации и температурно-временных параметров термической обработки ( $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al+ $\gamma$ -Ni) сплавов системы Ni-Al-Ti-Cr-Mo-W (ВКНА-1В) и сплавов с Re и Co (ВКНА-25), не содержащих бор, на характер распределения компонентов, структуру и свойства монокристаллов с кристаллографическими ориентациями  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ .

2. Разработанный способ поэтапного введения элементов в зависимости от их реакционной способности при вакуумной индукционной плавке заготовок для направленной кристаллизации позволил предотвратить формирование крупных частиц ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ и служащих концентраторами напряжений. Наноразмерные выделения дополнительных интерметаллидных фаз в сплавах, выплавленных по этому способу, стабилизируют структуру ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов и обеспечивают повышение их долговечности.

3. Установлено, что увеличение скорости охлаждения при направленной кристаллизации сплавов типа ВКНА в 2,5 раза приводит к измельчению всех структурных составляющих в 2-3 раза; введение Co и Re приводит к уменьшению размеров структурных составляющих всех уровней.

4. Установлено, что для многокомпонентных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al соблюдается правило, выведенное для двух- и трехкомпонентных сплавов на основе никеля: если вводимый ЛЭ повышает  $T_{пл}$  металла-основы (никель), коэффициент распределения легирующих элементов  $k_p > 1$  и ЛЭ обогащает оси дендритов (Co, Re, W); если ЛЭ понижает  $T_{пл}$  никеля, то  $k_p < 1$ , ЛЭ обогащает междендритное пространство (Mo, Cr, Al, Ti). Установлено, что коэффициенты дендритной микроликвации  $k_d$  практически не зависят от скорости охлаждения при кристаллизации и понижаются в следующем ряду: Re, W, Co, Mo, Cr, Al, Ti, т.е. в той же последовательности, что и коэффициент распределения  $k_p$ .

5. Установлено, что увеличение продолжительности и повышение температуры термической обработки (до  $T_{\text{solvus}} \leq T \leq T_{\text{solidus}}$ ) приводит к так называемой «гомогенизации» интерметаллидных сплавов, сохраняющих гетерофазную ( $\gamma'+\gamma$ ) структуру вплоть до температуры плавления. При этом коэффициенты дендритной микроликвации всех ЛЭ (кроме Re) приближаются к единице, исчезают междендритные неравновесные выделения, формируется однородная ( $\gamma'+\gamma$ ) – структура, характерная для дендритов (участки  $\gamma'$ -фазы, разделенные прерывистыми извилистыми прослойками  $\gamma$ -фазы), отличающаяся от структуры жаропрочных никелевых сплавов ( $\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$ ), ответственной за максимальную жаропрочность. «Гомогенизация» интерметаллидного сплава приводит к снижению долговечности по сравнению с литым материалом, который сохраняет максимальную микроликвационную неоднородность после кратковременной ТО (1150°C, 1ч) для снятия литейных напряжений и не нуждается в длительных высокотемпературных отжигах, необходимых для ЖНС.

6. Изучены особенности изменения структуры и характера разрушения монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 на основе алюминида никеля  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ , в условиях кратковременных и длительных статических нагружений при температурах до 1200°C, в условиях малоциклового усталости при осевом пульсирующем нагружении при температурах 20, 750 и 900°C и в условиях термоциклирования.

7. Установлено, что при совместном воздействии высоких температур и напряжений исчезают первичные включения в междендритном пространстве, в дендритах в утолщенных  $\gamma$  прослойках происходит выделение субмикронных или наноразмерных частиц  $\gamma'_{\text{вт}}$ . Такой распад не происходит при ТО по любому из исследованных режимов, а реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений.

8. Установлено, что деформация монокристаллов со всеми изученными КГО при испытаниях на МЦУ при 20°C происходит множественным сдвигом по соответствующим плоскостям скольжения октаэдра  $\{111\}$ , круглое

поперечное сечение образца становится эллипсовидным. Источником зарождения магистральных трещин служат линии пересечения плоскостей скольжения с поверхностью образца.

9. При испытаниях на МЦУ при 20°C установлено, что монокристаллы сплавов деформируется как композит, состоящий из хрупкой  $\gamma'$  и вязкой  $\gamma$  составляющей, тогда как при 750-900°C разрушение становится вязким, что связано со склонностью  $\gamma'$ -фазы к деформации.

10. В сплавах типа ВКНА выявлено наличие аномального роста с повышением температуры до 750-850°C как пределов текучести и прочности при испытаниях на растяжение, так и предела выносливости при испытаниях на МЦУ. Это обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой  $L1_2$ . При температуре максимума в  $Ni_3Al$  происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое. Скольжение по плоскостям отсутствует, разрушению монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  предшествует образование на поверхности и в рабочей части образцов множественных поперечных трещин. При испытаниях на растяжение при этих температурах (1000-1100°C) разрушение также начинается на внутренних концентраторах напряжений, в зоне разрушения появляются многочисленные поперечные разрывы.

### Список литературы

1. *Reed, R.C. The Superalloys : fundamentals and applications / R.C. Reed. – Cambridge : Cambridge University Press, 2008. 372 p.*
2. *Sims, T. Superalloys II : High-temperature materials for aerospace and industrial power / T. Sims, S. Stoloff, C. Hagel. – N.Y. :[s.n.], 1987. 615 p.*
3. *Seo, S.M. A Comparative Study of the  $\gamma/\gamma'$  eutectic evolution during the solidification of Ni-base superalloys / S.M. Seo, J.H. Lee, Y.S. Yoo, Jo.H. Miyahara, R. Ogi // Met. and Mater. Trans. A. 2011. V. 42. P.3150–3159.*
4. *Pang, H.T. Microstructure and solidification sequence of the interdendritic region in a third generation single-crystal nickel-base superalloy / H.T. Pang, H.B. Dong, R. Beanland, H.J. Stone, C.M.F. Rae, P.A. Midgley, G. Brewster, N. D'Souza // Met. Mater. Trans. A. 2009. V.40. P.1660–1669.*
5. *Каблов, Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей : сплавы, технологии, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. – 2-е изд. – М. : Наука, 2006. 632 с.*
6. *Петрушин, Н.В. «Физико-химические и структурные характеристики жаропрочных никелевых сплавов» / Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов // Металлы. 2001. № 2. С.63-73.*
7. *Каблов, Е.Н. Жаропрочность никелевых сплавов / Е.Н. Каблов, Е.Р. Голубовский. – М. : Машиностроение, 1998. 464 с.*
8. *Murakumo, T. Creep behavior of single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction / T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Haroda // Acta Materialia. 2004. V. 52. P.3737–3744.*
9. *Каблов, Е.Н. Современные литые никелевые жаропрочные сплавы / Е.Н. Каблов, Н.Е. Петрушин, И.Л. Светлов // Труды международной научно-технической конференции, посвященной 100-летию со дня рождения С.Т. Кишкина. – М. ВИАМ, 2006. С.39–55.*
10. *Поварова, К.Б. Конструкционные жаропрочные сплавы на основе  $Ni_3Al$ : получение, структура и свойства / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А.*

- Дроздов, Н.К. Казанская, А.Е. Морозов, М.А. Самсонова (М.А. Булахтина)  
// *Материаловедение*. 2011. №4. С.39–48.
11. *Поварова, К.Б.* Влияние способа получения монокристаллов сплавов на основе  $Ni_3Al$  на макро- и микрооднородность распределения компонентов, структуру и свойства / Поварова К.Б., Дроздов А.А., Базылева О.А., Бондаренко Ю.А., Булахтина М.А., Аргинбаева Э.Г., Антонова А.В., Морозов А.Е., Нефедов Д.Г // *Металлы*. 2014. №3. С.40–51. – (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., Bondarenko Y.A., Bulakhtina M.A., Arginbaeva E.G., Antonova A.V., Morozov A.E., Nefedov D.G. ‘Effect of the method of producing  $Ni_3Al$ -base alloy single crystals on the macro- and microhomogeneity of component distribution, structure, and properties’, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2014. №5. P. 382-391).
  12. *Поварова, К.Б.* Физико-химические принципы создания термически стабильных сплавов на основе алюминидов переходных металлов // *Материаловедение*. 2007, №12, с.20-27(начало); 2008, №1, с.60–67 (окончание).
  13. *Stoloff, N.S.* Physical and mechanical metallurgy of  $Ni_3Al$  and its alloys / *Intern. Mater. Rev.* 1989. V.34. № 1. P.150–183.
  14. Alexander, D.J. Mechanical properties of advanced nickel aluminides / D.J. Alexander, V.R. Sicca // *Mater. Sci. Eng.* 1992. V.A 152. P.114–119.
  15. *Баннх, О.А.* Интерметаллиды – новый класс легких жаропрочных и жаростойких материалов / О.А. Баннх, К.Б. Поварова // *Технология легких сплавов*. 1992.№ 5. С.26–32.
  16. *Nazmy, M.* Aspects of mechanical behaviour of directional solidified of  $Ni_3Al$  intermetallics / M. Nazmy, M. Staubli // *Scripta metallurgica*, 1991. № 6. V. 25, P.1305–1308.
  17. *Liu, C.T.*  $Ni_3Al$  aluminide alloys / C.T. Liu ; ed. R. Darolia, J.J. Lewandowski [et al.] // *Structural Intermetallics*. – [S.I.]: Miner. Metals Mater. Soc. 1993. P.365–377.

18. *Bannykh, O.A.* Principles of development of new materials based on aluminides for high-temperature service / O.A. Bannykh, N.P. Lyakishev, K.V. Povarova // *J. Advanc. Mater.* 1994. №1(3). P.293–305.
19. *Бунтушкин, В.П.* Механические и эксплуатационные свойства литейного жаропрочного сплава на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  / В.П. Бунтушкин, Е.Н. Каблов, О.А. Базылева // *Металлы.* 1995. №8. С.70–73.
20. *Ночовная, Н.А.* Интерметаллидные сплавы на основе титана и никеля / Н.А. Ночовная, О.А. Базылева, Д.Е. Каблов, П.В. Панин ; под общ. ред. Е.Н. Каблова. – М. : ВИАМ, 2018. 308 с.
21. *Mishima, Y.* [S.t.] / Y. Mishima, S. Ochiai, M. Yokogama, T. Suzuki // *Trans. Jap. Inst. Met.* 1986. V.27. № 1. P.32-50.
22. *Aoki, K.* [S.t.] / K. Aoki, O. Izumi // *J. Jap. Inst. Met.* 1979. V. 43, P. 1190.
23. *Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 томах / под общ. ред. Н.П. Лякишева. – М. : Машиностроение, 1996. Т.1. 992 с. ; 1997. Т.2. 1024 с.; 2001. Т.3 : в 2 книгах. Кн.1. 872 с.; Кн.2. 448 с.*
24. *Hilpert, K.* Phase Diagram Studies on the Al-Ni Sistem / K. Hilpert, D. Kobertz, V. Venugopal, M. Miller, H. Gerads, F.J. Bremer, H. Nickel // *Z. Naturforsch.* 1987. B.42A. P.1327–1332.
25. *Ternary Alloys: A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams / Edited by G. Petzov and G. Effenberg. Weinheim; New-York: VCH. Cop. v. 7, 1993, 497 p.*
26. *Ternary Alloys: A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams / Edited by G. Petzov and G. Effenberg. Weinheim; New-York: VCH. Cop. v. 8, 1992, 490 p.*
27. *Takasudi, T.* [S.t.] / T. Takasudi , O. Izumi, N. Masahashi // *Acta Met.* 1985. V. 33. P.1259–1269.
28. *Cornish, L.A.* [S.t.] / L.A. Cornish, M.J. Witcomb // *Journal of alloys and Compounds.* 1999. V. 291. P.145–166.

29. *Заречнюк, О.С.* Система Се-Ni-Al в области 0-0,333 ат. дол. церия / О.С. Заречнюк, Т.И. Янсон, Р.М. Рыхаль // Изв. АН СССР. Металлы. 1983. № 4. С.192–193.
30. *Villars, P.* Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams / P. Villars. – ASM International, 1995. 10 p.
31. *Поварова, К.Б.* Тройные диаграммы состояния Al - Ti (Ni, Ru) - Me как основа выбора слоистых композитов на основе алюминидов, содержащих вязкую составляющую / К.Б. Поварова, А.В. Антонова, В.И. Бурмистров, О.А. Скачков // Металлы. 2005. № 3. С.75–82. – (Povarova K.B., Antonova A.V., Burmistrov V.I., Skachkov O.A. “Ternary Al-Ti(Ni, Ru)-M phase diagrams as a basis for designing aluminide-base layered composites with a ductile constituent”, Russian Metallurgy (Metally). 2005. №3. P.255-262.)
32. *Поварова, К.Б.* Физико-химические закономерности взаимодействия алюминидов никеля с легирующими элементами. I. Образование твердых растворов на основе алюминидов никеля / К.Б. Поварова, Н.К. Казанская, А.А. Дроздов, А.Е. Морозов // Металлы. 2006. № 5. С. 58–71. – (Povarova K.B., Kazanskaya N.K., Drozdov A.A., Morozov A.E. “Physicochemical laws of the interaction of nickel aluminides with alloying elements: I. Formation of nickel aluminide-based solid solutions”, Russian Metallurgy (Metally). 2006. №5. P.415-426.)
33. Ternary Alloys: A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams / Edited by G. Petzov and G. Effenberg. Weinheim; New-York: VCH. Ser. v. 3, 1990, 647 p.
34. *Ochiai, S.* [S.t.] / S. Ochiai, Y. Oya, T. Suzuki // Acta Metall. 1984. V.32, P.289–298.
35. *Поварова, К.Б.* Редкоземельные металлы (РЗМ) в сплавах на основе алюминидов никеля. I. Физико-химические закономерности взаимодействия в системах Ni-Al-РЗМ и Ni<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>-РЗМ-ЛЭ (легирующий элемент) / К.Б. Поварова, Н.К. Казанская, А.А. Дроздов, А.Е. Морозов // Металлы. 2008. №1. С.58–64. . – (Povarova K.B., Kazanskaya N.K., Drozdov

- A.A., Morozov A.E. “Rare-earth metals (REMS) in nickel aluminide-based alloys: I. Physicochemical laws of the interaction in the Ni-Al-REM and  $Ni_xAl_y$ -REM-AE (alloying element) systems”, Russian Metallurgy (Metally). 2008. №1. P.46-51.)
36. *Поварова, К.Б.* Редкоземельные металлы (РЗМ) в сплавах на основе алюминидов никеля. II. Влияние РЗМ на фазовый состав многокомпонентных сплавов на основе  $Ni_3Al$  / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, Н.К. Казанская, А.Е. Морозов, Ю.Р. Колобов, Т.Н. Вершинина, Э.В. Козлов // *Металлы*. 2008. № 5. С. 48–56. – (Povarova K.B., Drozdov A.A., Kazanskaya N.K., Morozov A.E., Yu.R. Kolobov., Vershinina T.N. “Rare-earth metals (REMS) in nickel aluminide-based alloys: II. Effect of a REM on the phase composition of a multicomponent  $Ni_3Al$ -based alloy”, Russian Metallurgy (Metally). 2008. №5. P.398-405.)
  37. *Han, Y.F.* Effect of yttrium on microstructure and properties of  $Ni_3Al$  base alloy IC6 / Y.F. Han, C.B. Xiao // *Intermetallics*. 2000. v. 8 (6). P.687–691.
  38. *Морозова, Г.И.* Роль электронного и размерного факторов в самоорганизации  $\gamma'$ - фазы и ее стабильность / ДАН 1986. Т. 288. № 6. С.1415–1418.
  39. *Каблов, Е.Н.* Основные принципы легирования интерметаллида  $Ni_3Al$  при создании высокотемпературных сплавов / Е.Н. Каблов, В.П. Бунтушкин, Г.И. Морозова, О.А. Базылева // *Материаловедение*. 1998. № 7. С.13–15.
  40. *Intermetallic Alloy Development. A program Evaluation Panel of Intermetallic Alloy Development Committee on Industrial Technology Assesments, National Materials Advisory Board. Commission on Engineering and Technical Systems/National Research Council / Publ. NMAV-487-1 // National Academy Press. Washington. D. C. 1997, p. 51.*
  41. *Поварова, К.Б.* Принципы создания конструкционных сплавов на основе интерметаллидов / К.Б. Поварова, О.А. Банных // *Материаловедение*. 1999. (Часть 1) № 2. С.27–33; (Часть 2) № 3. С.29–37.

42. *Li, F.* Thermal cycle fatigue behaviors of a single crystal Ni<sub>3</sub>Al base alloy / F. Li, S. Li, Y. Wu, L. Jiang, Y. Han // *Procedia Engineering*. 2012. Vol. 27. P.1141–1149.
43. *Motejadded, H.B.* Coarsening kinetics of  $\gamma'$  precipitates in dendritic regions of a Ni<sub>3</sub>Al base alloy / H.B. Motejadded, M. Soltanieh and S. Rastegari // *J. Mater. Sci. Technol.* 2012. 28(3). P.221–228.
44. *Ai, C.* Influence of withdrawal rate on last stage solidification path of a Mo-rich Ni<sub>3</sub>Al based single crystal superalloy / C. Ai, X. Zhao, L. Liu, H. Zhang, Y. Ru, Y. Pei, J. Zhou, S. Li, S. Gong // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 623. P.362–366.
45. *Ai, C.* Influence of Mo and Ta additions on solidification behavior of Ni<sub>3</sub>Al single crystal alloys / C. Ai, S. Li, Y. Liang, S. Gong // *Progress in Natural Science: Materials International*. 2015. Vol. 25. P.353–360.
46. *Ball, J.* Large strain deformation of Ni,Al+B: IV. The effect of Zr and Fe additions / J. Ball, B. Zeumer, G. Gottstein // *Intermetallics*. 1995. Vol. 3. Iss. 3. P. 209-219.
47. Academic Committee of the Superalloys CSM. China superalloys handbook (book 2). Beijing: China Quality and Standards Publishing. 2012.
48. *Yue, X.* Effect of post-bond heat treatment on microstructure and mechanical properties of the wide gap TLP bonded IC10 superalloy with a low boron Ni<sub>3</sub>Al-based interlayer / X. Yue, F. Liu, Q. Li, H. Qin, H. Gao, L. Li, Y. Yi // *Journal of Manufacturing Processes*. 2020. Vol. 54. P.109–119.
49. *Zhang, S.* Effect of creep feed grinding on surface integrity and fatigue life of Ni<sub>3</sub>Al based superalloy IC10 / S. Zhang, Z. Yang, R. Jiang, Q. Jin, Q. Zhang, W. Wang // *Chinese Journal of Aeronautics*. 2021. Vol. 34, issue 1. P.438–448.
50. *Wu, J.* Precipitation of intersected plate-like  $\gamma'$  phase in  $\beta$  and its effect on creep behavior of multiphase Ni<sub>3</sub>Al-based intermetallic alloy / J. Wu, C. Li, Y. Liu, X. Xia, Z. Zheng, H. Wang. *Materials Science and Engineering A*. 2019. Vol. 767. 138439.

51. *Wu, J.* Influences of solution cooling rate on microstructural evolution of a multiphase Ni<sub>3</sub>Al-based intermetallic alloy / J. Wu, C. Li, , Y. Liu, X. Xia, Y. Wu, Z. Ma, H. Wang // *Intermetallics*. 2019. Vol. 109. P.48-59.
52. *Wu, Y.* Effect of initial microstructure on the hot deformation behavior of a Ni<sub>3</sub>Al-based alloy // Y. Wu, Y. Liu, C. Li, X. Xia, J. Wu, H. Li // *Intermetallics*. 2019. Vol. 113. 106584.
53. *Wu, J.* Creep behaviors of multiphase Ni<sub>3</sub>Al-based intermetallic alloy after 1000°C-1000 h long-term aging at intermediate temperatures / J. Wu, C. Li, Y. Wu, Y. Huang, X. Xia, Y. Liu // *Materials Science and Engineering. A*. 2020. Vol. 790. 139701.
54. *Wu, Y.* Deformation behavior and processing maps of Ni<sub>3</sub>Al-based superalloy during isothermal hot compression / Y. Wu, Y.Liu, C. Li, X. Xia, Y. Huang, H. Li, H. Wang // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 712. P.687-695.
55. *Ding, J.* Microstructure evolution behavior of Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'$ ) phase in eutectic  $\gamma$ - $\gamma'$  of Ni<sub>3</sub>Al-based alloy / J. Ding, S. Jiang, Y. Li, Y. Wu, J. Wu, Y. Peng, X. He, X. Xia, C. Li, Y. Liu // *Intermetallics*. 2018. Vol. 98. P.28–33.
56. *Zhong, J.* Study on high temperature mechanical behavior and microstructure evolution of Ni<sub>3</sub>Al-based superalloy JG4246A / J. Zhong, C. Sun, J. Wu, T. Li, Q. Xu // *Journal of Materials Research and Technology*. 2020. Vol. 9. Issue 3. P.6745–6758.
57. *Wu, Y.* Effect of initial microstructure on the hot deformation behavior of a Ni<sub>3</sub>Al-based alloy / Y. Wu, Y. Liu, C. Li, X. Xia, J. Wu, H. // *Intermetallics*. 2019. Vol. 113. 106584.
58. *Каблов, Е.Н.* Малолегированные легкие жаропрочные высокотемпературные материалы на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al / Е.Н.Каблов, В.П. Бунтушкин, К.Б. Поварова, О.А. Базылева, Г.И. Морозова, Н.К. Казанская // *Металлы*. 1999. №1. С.58–65. – (Kablov E.N., Buntushkin V.P., Povarova K.B., Bazyleva O.A., Morozova G.I., Kazanskaya N.K. “Light low-alloy high-temperature materials based on the intermetallide Ni<sub>3</sub>Al”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 1999. №1. P.69-76.)

59. *Баннх О.А.* Интерметаллиды – новый класс легких жаропрочных и жаростойких материалов / О.А. Баннх, К.Б. Поварова // *Технология легких сплавов.* 1992. № 5. С.26–32.
60. *Kablov, E.N.* Development of aero-space structural Ni<sub>3</sub>Al-based alloys for service at temperature above 1000 C in air without protection coating / E.N. Kablov, K.B. Povarova, V.P. Buntushkin, N.K. Kasanskaya, O.A. Basyleva // *Proceedings of 15<sup>th</sup> International Plansee Seminar. Powder metallurgical high performance materials.* 2001. v.1. P.695-709.
61. *Каблов, Е.Н.* Сплав на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al – перспективный материал для лопаток турбин / Е.Н. Каблов, Б.С. Ломберг, В.П. Бунтушкин, Е.Р. Голубовский, С.А. Мубояджан // *МиТОМ.* 2002. №7. С.16–19.
62. *Поварова, К.Б.* Термостабильность структуры сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al и их применение в рабочих лопатках малоразмерных ГТД / К.Б. Поварова, Н.К. Казанская, В.П. Бунтушкин, В.Г. Костогрыз, В.Г. Бахарев, В.И. Миронов, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, И.О. Баннх // *Металлы.* 2003. №3. С.95–100. – (Povarova K.B., Kazanskaya N.K., Buntushkin V.P., Kostogryz V.G., Bakharev V.G., Mironov V.I., Bazyleva O.A., Drozdov A.A., Bannykh I.O. “Thermal structural stability of an Ni<sub>3</sub>Al-based alloy and its application for blades in small gas-turbine engines”, *Russian Metallurgy (Metally).* 2003. №3. P.269-274.)
63. *Бунтушкин, В.П.* Влияние структуры на механические свойства легированного интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al / В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, К.Б. Поварова, Н.К. Казанская // *Металлы.* 1995. №3. С.74–80.
64. *Портной, К.И.* Конструкционные сплавы на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al / К.И. Портной, В.П. Бунтушкин, О.Д. Мелимевкер // *МиТОМ.* 1981. №6. С.16–23.
65. *Аристова, Е.Ю.* Самодиффузия никеля по внутренним поверхностям раздела в жаропрочном сплаве на основе сложнолегированного

- интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  / Е.Ю. Аристова, Е.Н. Белова, Ю.А. Бондаренко, В.П. Бунтушкин и др. // *Металлы*. 1996. №3. С.113–120.
66. *Бунтушкин, В.П.* Влияние кристаллографической ориентации на механические свойства монокристаллов легированного интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  / В.П. Бунтушкин, К.Б. Поварова, О.А. Банных и др. // *Металлы*. 1998. №2. С.49–53.
67. *Бондаренко, Ю.А.* Высокоградиентная направленная кристаллизация деталей из сплава ВКНА-1В / Ю.А. Бондаренко, О.А. Базылева, А.Б. Ечин, В.А. Сурова, А.Р. Нарский // *Литейное производство*. №6. 2012. С.12–16.
68. *Герасимов, В.В.* Технологические аспекты литья деталей горячего тракта ГТД из интерметаллидных никелевых сплавов типа ВКНА с монокристаллической структурой / В.В. Герасимов, Е.М. Висик // *Литейщик России*. 2012. №2. С.19–23.
69. *Ai, C.* Effect of withdrawal rate on microstructure and lattice misfit of a  $\text{Ni}_3\text{Al}$  based single crystal superalloy / C. Ai, S. Li, Z. Heng, L. Lei, M. Yue, P. Yanling, G. Shengkai // *Journal of Alloys and Compounds*. V. 592. 15 April 2014. P.164–169.
70. *Ai, C.* Influence of withdrawal rate on last solidification path of a Mo-rich  $\text{Ni}_3\text{Al}$  based single crystal superalloy / C. Ai, X. Zhao, L. Liu, H. Zhang, Y. Ru, Y. Pei, J. Zhou, S. Li, S. Gong // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. V. 623. P. 362-366
71. *Базылева, О.А.* Влияние отжига и высокотемпературных нагревов в процессе пайки на структуру и механические свойства сплава на основе алюминида никеля / О.А. Базылева, Ю.А. Бондаренко, О.Б. Тимофеева, А.Н. Афанасьев-Ходыкин // *Материаловедение*. 2014. №3. С.15–20.
72. *Liu, G.* Influence of withdrawal rate on the microstructure of Ni-base single-crystal superalloys containing Re and Ru / G. Liu, L. Liu, C. Ai, B. Ge, J. Zhang, H. Fu // *J. Alloys Compd*. 2011. № 509. P.5866–5872.
73. *Дроздов, А.А.* Дендритная ликвация в монокристаллах интерметаллидных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированных Cr, Mo, W, Ti, Co, Re / А.А.

- Дроздов, К.Б. Поварова, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, М.А. Булахтина // *Металлы*. 2015. № 6. С.48–55. – (Drozdov A.A., Povarova K.B., Morozov A.E., Antonova A.V., Bulakhtina M.A. “Influence of the solidification temperature-time parameters on the structure and mechanical properties of nickel aluminide-based alloy”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2015. №11. P.916-922.)
74. *Li, P.* Influence of solution heat treatment on microstructure and stress rupture properties of a Ni<sub>3</sub>Al base single crystal superalloy IC6SX / P. Li, S. Li, Y. Han // *Intermetallics*. 2011. №19. P.182–186.
75. *Базылева, О.А.* Исследование микроструктуры и фазового состава интерметаллидного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al с кристаллографической ориентацией [001] / О.А. Базылева, Э.Г. Аргинбаева, Д.В. Зайцев, Т.В. Фесенко // *Металловедение и термическая обработка*. 2015. №3. С.13–17. – (Bazyleva O.A., Arginbaeva E.G., Zaytsev D.V., Fesenko T.V. “A study of microstructure and phase composition of Ni<sub>3</sub>Al-base intermetallic alloy with crystallographic orientation [001]”, *Metal Science and Heat Treatment*. 2015. V.57. №3-4. P. 133-137).
76. *Kong, Z.* Effects of temperature and stress on the creep behavior of a Ni<sub>3</sub>Al base single crystal alloy / Z. Kong, S. Li // *Progress in Natural Science: Materials International*. Vol. 23. Issue 2. April 2013. P.205–210.
77. *Голубовский, Е.Р.* Экспериментальная оценка кристаллографической анизотропии термической усталости монокристаллов сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al для высокотемпературных деталей АГТД / Е.Р. Голубовский, Н.Г. Бычков, А.Ш. Хамидуллин, О.А. Базылева // *Вестник двигателестроения*. 2011. №2. С. 244-247.
78. *Поварова, К.Б.* Литейные сплавы на основе Ni<sub>3</sub>Al и способ их выплавки / К.Б.Поварова, О.А. Базылева, Н.К. Казанская, А.А. Дроздов // *Заготовительные производства*. 2010. № 1.С.29–35.
79. *Поварова, К.Б.* Особенности кристаллизации и структурно-фазового состояния сплавов системы Ni<sub>3</sub>Al-Ni-NiAl, легированных хромом,

- молибденем, вольфрамом, рением и кобальтом / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, М.А. Булахтина, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, Э.Г. Аргинбаева, Ю.В. Лощинин // *Металлы*. 2020. №3. 41–50. – (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., Bulakhtina M.A., Morozov A.E., Antonova A.V., Arginbaeva E.G. Loschinin Y.V. “Solidification and the structure-phase of Ni<sub>3</sub>Al-Ni-NiAl alloys with chromium, molybdenum, tungsten, rhenium, and cobalt”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2020. №5. P.540-548.)
80. *Поварова, К.Б.* Влияние направленной кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированного W, Mo, Cr и РЗЭ / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, Ю.А. Бондаренко, О.А. Базылева, М.А. Булахтина, А.Е. Морозов, А.В. Антонова // *Металлы*. 2014. № 4. С.35–40. – (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bondarenko Y.A., Bazyleva O.A., Bulakhtina M.A., Morozov A.E., Antonova A.V. “Effect of the directional solidification on the structure and properties of Ni<sub>3</sub>Al-based alloys single crystals alloyed with W, Mo, Cr, and REM”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2014. №7. P.532-536.)
81. *Поварова, К.Б.* Влияние направленной кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированного Cr, Mo, W, Ti, Co, Re и РЗМ. / К.Б. Поварова, Ю.А. Бондаренко, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, А.В. Антонова, А.Е. Морозов, Э.Г. Аргинбаева // *Металлы*. 2015. № 1. С. 50–58. – (Povarova K.B., Bondarenko Y.A., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., Antonova A.V., Morozov A.E., Arginbaeva E.G. “Effect of the directional solidification on the structure of Ni<sub>3</sub>Al-based alloy single crystals alloyed with Cr, Mo, W, Ti, Co, and REM”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2015. №1. P.43-50.)
82. *Шалин, Р.Е.* Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов / Р.Е. Шалин, И.Л. Светлов, Е.Б. Качанов, В.Н. Толорайя, О.С. Гаврилин – М. : Машиностроение. 1997. – 336с.

83. *Колобов, Ю.Р.* Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением. / Ю.Р. Колобов, Е.Н. Каблов, Э.В. Козлов, Н.А. Конева, К.Б. Поварова, Г.П. Грабовецкая, В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, С.А. Мубояджян, С.А. Будиновский; науч. ред. Е.Н. Каблов и Ю.Р. Колобов – М. : Издат. Дом МИСиС. 2008. 328с.
84. *Поварова, К.Б.* Особенности изменения структурно-фазового состояния и механических свойств при термической обработке литых сплавов системы Ni<sub>3</sub>Al-Ni-NiAl, легированных хромом, молибденом, вольфрамом, рением и кобальтом / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, М.А. Булахтина, Н.А. Аладьев // *Металлы*. 2021. №4. С.41–55.
85. *Liu, C.T.* Ni<sub>3</sub>Al aluminide alloys / C.T. Liu ; ed. R. Darolia, J.J. Lewandowski [et al.] // *Structural Intermetallics*. – [S.I.]: Miner. Metals and Mater. Soc. 1993. V. P.365–377.
86. *Гринберг, Б.А.* Интерметаллиды Ni<sub>3</sub>Al и TiAl : микроструктура, деформационное поведение / Б.А. Гринберг, М.А. Иванов. – Екатеринбург : ИФМ УРО РАН, 2002.– 359 с.
87. *Поварова, К.Б.* Редкоземельные металлы в сплавах на основе алюминидов никеля. III. Структура и свойства многокомпонентных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, Н.К.Казанская, А.А. Дроздов // *Металлы*. 2009. № 2. С.69–76. – (Povarova K.B., Bazyleva O.A., Kazanskaya N.K., Drozdov A.A. “Rare-earth metals in nickel aluminide-based alloy: III. Structure and properties of multicomponent Ni<sub>3</sub>Al-based alloys”, *Russian Metallurgy (Metally)*. 2009. №2. P.154-159.)
88. *Поварова, К.Б.* Изучение влияния редкоземельных металлов на жаропрочность сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, Н.К. Казанская, О.А. Базылева, М.В. Костина, А.В. Антонова, А.Е. Морозов // *Металлы*. 2011. №1. С.55–63. – (Povarova K.B., Drozdov A.A., Kazanskaya N.K., Bazyleva O.A., Kostina M.V., Antonova A.V., Morozov

- A.E. “Influence of rare-earth metals on the high-temperature strength Ni<sub>3</sub>Al-based alloys”, Russian Metallurgy (Metally). 2011. №1. P.47-54.)
89. *Поварова, К.Б.* Влияние термической обработки на характер дендритной ликвации и жаропрочность монокристаллов интерметаллидных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированных рением / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, А.Е. Морозов, Э.Г. Аргинбаева, А.В. Антонова // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2018. №9. С.41-47. – (Povarova K.B., Bazyleva O.A., Morozov A.E., Antonova A.V., Arginbaeva E.G., Drozdov A.A. “Effect of heat treatment on dendritic segregation and high-temperature strength of single crystals of Ni<sub>3</sub>Al-base rhenium-alloyed intermetallic alloys”, *Metal Science and Heat Treatment*. 2019. V.60. №9-10. P. 594-601).
90. *Иванова, В.С.* Природа усталости металлов / В.С. Иванова, В.Ф. Терентьев. – М.: Металлургия. 1975.- 455 с.
91. *Терентьев, В.Ф.* Усталостная прочность металлов и сплавов. – М.: [Интермет Инжиниринг](#), 2002. –288 с.
92. *Doherty, J.E.* Influence of differential dislocation mobility on the fatigue behavior of alloyed / J.E. Doherty, A.F. Giamei, B.H. Kear // *Metall Trans. A*. 1975. V. 6A. P. 2195-2199.
93. *Kuruvilla, A.K.* High Temperature Ordered Intermetallic Alloys II, *Materials Research Society Symposia Proceedings* / A.K. Kuruvilla, N.S. Stoloff, C.C. Koch, C.T. Liu, and O. Izumi, eds. // *Materials Research Society, Pittsburgh, PA*. 1987. V. 81. P. 229-238.
94. *Stoloff, N.S.* High Temperature Ordered Intermetallic Alloys II / N.S. Stoloff, G.E. Fuchs, A.K. Kuruvilla, and S.J. Choe // *Materials Research Society Symposia Proceedings*, N.S. Stoloff, C.C. Koch, C.T. Liu, and O. Izumi, eds., *Materials Research Society, Pittsburgh, PA*. 1987. vol. 81. P. 247-261.
95. *Bonda, N.R.* Cyclic deformation of Ni<sub>3</sub>(Al, Nb) single crystals at ambient and elevated temperatures / N.R. Bonda, D.P. Pope, C. Laird: *Acta Metall*. 1987. vol. 35. P. 2371-2783.

96. *Bonda, N.R.*, The dislocation structures of Ni<sub>3</sub>(Al, Nb) single crystals fatigued at ambient and elevated temperatures / N.R. Bonda, D.P. Pope C. Laird // *Acta Metall.* 1987. V. 35. P. 2385-2392.
97. *Hsiung, L.M.* Mechanism of cyclic strain hardening in Ni<sub>3</sub>Al+B single crystals / L.M. Hsiung, N.S. Stoloff // *Acta Metall. Mater.* 1992. V. 40 (11). P. 2993-3001.
98. *Hsiung, L.M.* Low-energy dislocation structures in cyclically deformed Ni<sub>3</sub>Al single crystals / L.M. Hsiung, N.S. Stoloff // *Acta Metall. Mater.* 1994. V. 42 (4). P. 1457-1467.
99. *Zhang, G.P.* Crystallographic Study of Fatigue Cracking in Ni<sub>3</sub>Al (CrB) Single Crystal / G.P. Zhang, Z.G. Wang, G.Y. Li, and S.D. Wu // *Metallurgical and materials transactions* 1997. V. 28A. P. 665.
100. *Поварова, К.Б.* Исследование малоциклового усталости при комнатной температуре сплава на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА-25 / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, Н.А. Аладьев, М.А. Самсонова // *Металлы.* 2012. №6. С. 70-81.
101. *Горобовец, М.А.* Малоцикловая усталость монокристаллического интерметаллидного сплава типа ВКНА в условиях «жесткого» нагружения / М.А. Горобовец, О.А.Базылева, М.С. Беляев, И.А. Ходинев // *Металлург.* 2014. № 8. С. 111-114.
102. *Поварова, К.Б.* Особолегкие жаропрочные наноструктурированные сплавы на основе Ni<sub>3</sub>Al для, авиационного двигателестроения и энергетического машиностроения / К.Б. Поварова, В.П. Бунтушкин, Н.К. Казанская, А.А. Дроздов, О.А. Базылева // *Вопросы материаловедения.* 2008. №2. с. 85-93.
103. *Li, P.* Comparison of low-cycle fatigue behaviors between two nickel-based single-crystal superalloys / P. Li, Q.Q. Li, T. Jin, Y.Z. Zhou, J.G. Li, X.F. Sun, Z.F. Zhang // *International Journal of Fatigue*, 2014, V. 63, P. 137–144.
104. *Daymond, MR.* Evidence of variation in slip mode in a polycrystalline nickel-base superalloy with change in temperature from neutron diffraction strain

- measurements / MR. Daymond, M. Preuss, B. Clausen // *Acta Mater.* 2007. V. 55. P. 3089-3102.
105. *Поварова, К.Б.* Исследование влияния термической усталости на структуру и свойства монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, М.А. Булахтина, Н.А. Аладьев, А.В. Антонова, Э.Г. Аргинбаева, А.Е. Морозов // *Металлы.* 2014г. № 3. С. 52-61.
106. *Sims, C.T.* The Superalloys / C.T. Sims, W.C. Hagel. New York: John Wiley & Sons; 1972. P. 614.
107. *Дульнев, Р.А.* Ориентационная зависимость термической усталости монокристаллов никелевого сплава / Р.А. Дульнев, И.Л. Светлов, Н.Г. Бычков, Т.В. Рыбина, Н.Н. Суханов, Т.А. Гордеева, Е.Н. Доброхвалова, А.И. Епишин, А.И. Кривко, М.И. Назарова // *Проблемы прочности.* 1988. № 11. С. 3-9.
108. *Meyer, O.F.* Investigation of the thermal fatigue behavior of single-crystal nickel-based superalloys SRR99 and CMSX-4 / O.F. Meyer, D. Goldschmidt, A.F. Rezaei // *Superalloys.* 1992. TMS. 1992.
109. *Liu Y.* Study of thermal fatigue crack growth behavior of the single-crystal superalloy / Y. Liu, J. Yu, Y. Xu, X. Sun // *Rare Metal Materials and Engineering.* 2009. V. 38. № 1.
110. *Liu Y.* Crack growth behavior of SRR99 single-crystal superalloy under thermal fatigue / Y. Liu, J. Yu, Y. Xu, X. Sun, H. Guan, Z. Hu // *Rare Metals.* 2008. V. 27. № 5. P. 526-533.
111. *Kablov, E.N.* Anisotropy of low cycle and thermosycle fatigue of single crystal as cast nickel-base superalloy GS6F / E.N. Kablov, E.R. Golubovskiy, A.I. Epishin, I.L. Svetlov – В кн. «Proceedings of Fifth International Conference on Low Cycle Fatigue - LSF-5», Berlin, Germany, September 9-11, 2003, изд. DVM, 2004, Berlin, Germany, P.153-158.
112. *Ji, L.* Thermal fatigue behavior of Ni<sub>3</sub>Al based superalloy IC6E / Ji L., Li S.S., Han Y.F., Ji L.W // *Chinese Journal of Aeronautics.* 2006. V. 19. S1-S4

113. *Поварова, К.Б.* Исследование малоциклового усталости при комнатной температуре сплава на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА-25 / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, Н.А. Аладьев, М.А. Самсонова // *Металлы*. 2012. №6. С. 70-81.