

## ВЫДЕЛЕНИЕ ВТОРИЧНЫХ ФАЗ В ДИСПЕРСИОННО-ТВЕРДЕЮЩИХ СПЛАВАХ 40ХНЮ И 47ХНМ

Показано, что при старении никель-хромовых сплавов 47ХНМ и 40ХНЮ происходят идентичные фазовые превращения. В обоих сплавах в зернах  $\gamma$ -матрицы выделяются ламели вторичной  $\alpha$ -фазы по прерывистому механизму, а также внутри зерен первичной  $\alpha_0$ -фазы непрерывно выделяются наночастицы  $\gamma_0$ -твердого раствора. В отличие от 47ХНМ сплав 40ХНЮ имеет более низкую температуру начала прерывистого распада, меньшую величину межпластинчатого расстояния, что обуславливают более высокие значения микротвердости и прочностных характеристик сплава 40ХНЮ.

Как известно [1-3], в высокопрочных дисперсионно-твердеющих сплавах, в условиях интенсивного высокоэнергетического воздействия формируются гетерофазные структуры с микро- и наноэлементами. Так, в результате термомеханических обработок в сплавах на основе Ni-Cr протекают сложные фазово-структурные превращения, приводящие к значительным изменениям физических и механических свойств [4-8]. Несмотря на полученные результаты до сих пор нет полных сведений о температурно-временных интервалах выделения вторичных фаз, их природе, непонятен характер влияния параметров фаз на прочностные и пластические свойства дисперсионно-твердеющих сплавов [9]. Вместе с тем, знание этих закономерностей позволит практикам-материаловедам целенаправленно обрабатывать эти сплавы и получать состояния с заранее заданными свойствами.

В связи с вышеизложенным в настоящей работе была поставлена цель - изучить особенности выделения вторичных фаз в сплавах на

основе Ni-Cr и определить их влияние на прочностные свойства.

### Материал и методика эксперимента

В работе в качестве материала исследования выбраны изоструктурные сплавы 40ХНЮ (39,5% - Cr, 3,75% - Al, ост. Ni) и 47ХНМ (47% - Cr, 5% - Mo, ост. Ni) в состоянии поставки. Выбор сплавов обоснован тем, что они относятся к дисперсионно-твердеющим аустенитным сплавам, которые широко используются в промышленности [8].

Термический нагрев под закалку, старение и отжиги производили в лабораторных трубчатых электропечах типа СУОЛ-0,4.4/12-М2-У4.2 в вакууме с остаточным давлением не более 1 Па. Состояние образцов фиксировали закалкой в воду при комнатной температуре. Температура измерялась и регулировалась прецизионным регулятором температуры ВРТ-2 с помощью двух термомпар типа ТПП 1378.

Методами исследования структуры образцов служили рентгенофазовый, металлографический, электронно-микроскопический анализы с использованием приборов: рентгеновского дифрактометра ДРОН-3, оптического микроскопа НЕОРНОТ-21, электронных микроскопов JEM-100CX и ЭМВ-100Б, растрового электронного микроскопа JEOL JSM-5610 с микроанализатором.

При электронно-микроскопических исследованиях применяли метод струйной электрополировки с использованием электролита состава: 10% -хлорной кислоты и 90%-ледяной уксусной кислоты. Перед струйной полировкой образцы механически шлифовали до толщины 0,2 мм, затем вырезали из них диски диаметром 3 мм, полировали их электрохимическим методом, затем проводили струйную полировку до образования отверстия.

При съемке дифрактограмм образцов на дифрактометре ДРОН-3 использовали Cr-K $\alpha$ -излучение. Расчет дифрактограмм проводили по известной методике [10].

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

#### Фазовые превращения в сплаве 47ХНМ при старении.

Большинство дисперсионно-твердеющих сплавов используются в упругом и высокопрочном состоянии, которое достигается путем применения закалки сплава на пересыщенный твердый раствор и старения с выделением фаз [1, 2]. Ранее нами в [4-9] были установлены особенности структурно-фазового состояния изучаемого сплава после закалки и их влияние на механические свойства. Кроме того, в [6] получены изменения механических свойств сплава 47ХНМ после старения и установлено, что при 600°C прирост упрочнения очень мал, а повышение температуры старения до 700°C приводит к эффективному твердению сплава.

В настоящей работе обнаружено, что старение сплава 47ХНМ при 600°C приводит к непрерывному выделению в  $\alpha_0$ -зернах дисперсных частиц фазы (рис. 1, а).

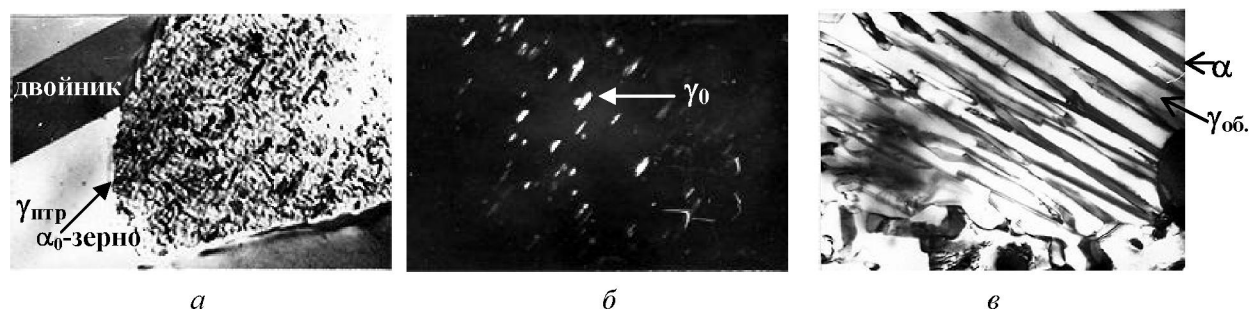


Рис. 1. Микроструктура сплава 47ХНМ после закалки от 1250°C и старения: а – 600°C, 10 ч, x24000; б – темнопольное изображение распада в  $\alpha_0$ -зерне, 700°C, 5 час., x26000; в – прерывистый распад матрицы, 700°C, 5 ч., x23000

Где  $\alpha_0$ -частицы первичной фазы на основе Cr с ОЦК-решеткой, оставшиеся после закалки сплава. Съемка в темном поле позволила отчетливо изучить структуру распада в зернах  $\alpha_0$ -фазы (рис. 1, б). Размер выделений составляет около 10 нм, и соответственно прирост упрочнения очень мал. Внутри  $\gamma_{\text{нпр}}$ -матрицы (пересыщенного твердого раствора на основе Ni с ГЦК-решеткой) никаких структурных изменений после старения при 600°C не установлено, и поэтому упрочнение сплава при этой температуре связано с выделением в  $\alpha_0$ -зернах дисперсных частиц избыточной вторичной фазы. Повышение температуры старения до 700°C приводит к прерывис-

тому распаду в зернах  $\gamma$ -матрицы с выделением ламелей некогерентной  $\alpha$ -фазы (рис. 1, в).  $\gamma$ -фаза после распада становится обедненным твердым раствором с сохранением ГЦК-решетки.

Электронно-микроскопические исследования структуры показали, что прерывистый распад начинается локально вблизи границ  $\gamma$ -зерен и заканчивается через 5-10 ч. после начала старения (рис. 1, в). При этом объемная доля распада составляет 80-90%, что отвечает максимальному упрочнению ( $\sigma_B=1300\text{МПа}$ ) [6]. Природа упрочнения при этой температуре старения обусловлена торможением дислокаций на прерывисто выделившихся частицах  $\alpha$ -фазы, вокруг

которых с увеличением степени деформации обычно формируется сложный клубок дислокаций - «лес» дислокаций.

В работе [3] показано, что аналогичная структура формируется в сплаве 40ХНЮ после закалки от 1250°C (1 мин.) и старения при 700°C (1 ч). Однако, следует отметить, что в отличие от сплава 47ХНМ прерывистый распад в 40ХНЮ протекает с образованием трехфазной структуры со следующим чередованием фаз:  $\gamma'\alpha\gamma'\gamma'\alpha\dots$ . Где  $\gamma'$ -фаза (типа  $Ni_3Al$ , ГЦК-решетка) выделяется в виде прослоек между  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фазами. При этом расстояние между  $\alpha$ -пластинами (межламелльное расстояние) увеличивается с повышением температуры. Среднее межламелльное расстояние для сплава 40ХНЮ после старения при 700°C (1 ч) составляет 70 нм.

Для тонкопластинчатых частиц (ламелей), размер которых сравним с расстоянием между ними  $l$ , уравнение упрочнения при сдвиговой деформации скольжением имеет вид [11]:

$$\tau = \tau_0 + \alpha G(b\gamma/l)^{1/2}, \quad (1)$$

где  $\alpha$  – коэффициент, величина которого находится в пределах 0,15-0,5,  $G$  – модуль сдвига,  $b$  – вектор Бюргерса,  $\gamma$  – сдвиг.

Из уравнения (1) видно, что по мере уменьшения расстояния между пластинами деформационное упрочнение возрастает.

По электронно-микроскопическим изображениям структуры сплава 47ХНМ нами определены межламелльные расстояния после старения при 700°C с различной выдержкой -  $t$  (рис. 2, а).

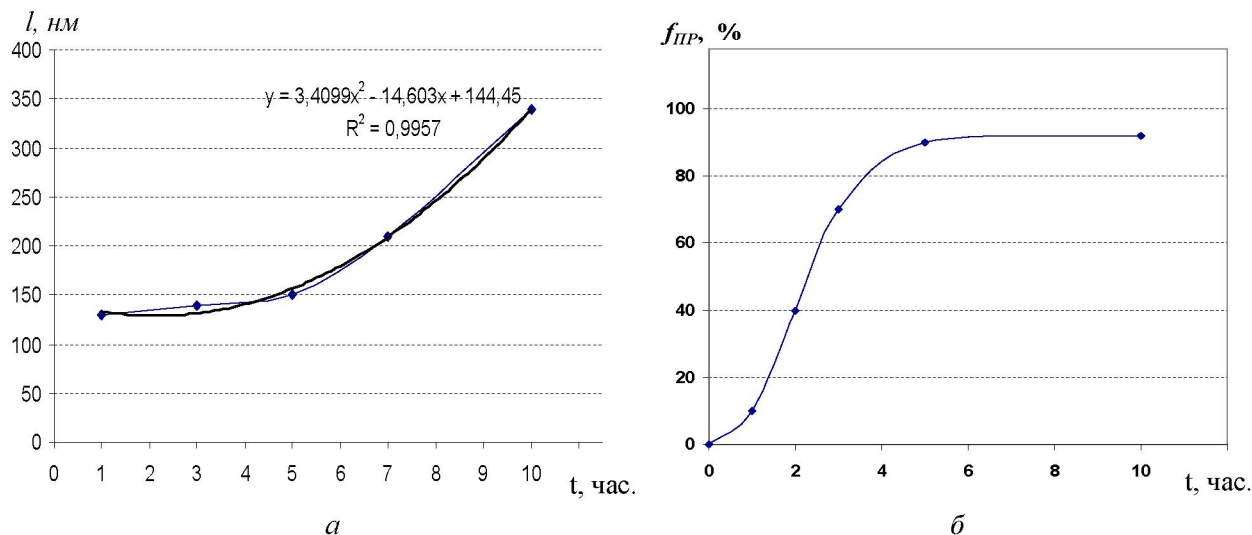


Рис. 2. Зависимости межламелльного расстояния (а) и доли структуры сплава, претерпевшей прерывистый распад (б) сплава 47ХНМ от продолжительности старения при 700°C

Уравнение, описывающее эту эмпирическую зависимость имеет вид:

$$l = 3,4t^2 - 14,6t + 144,45. \quad (2)$$

На рис. 2, б приведена зависимость доли структуры сплава 47ХНМ, охваченного прерывистым распадом от времени старения при 700°C. Видно, что с ростом времени выдержки доля структуры сплава, претерпевшая прерывистый распад, возрастает и через 5-6 часов достигает максимального значения – 90%.

Полученные результаты позволяют нам предположить, что в возрастании прочностных свойств сплава 47ХНМ с увеличением времени

старения при 700°C доминирующую роль играет не увеличение межламелльного расстояния, а доля материала, охваченного прерывистым распадом.

**Фазовые превращения в сверхпластически деформированном сплаве 40ХНЮ после упрочняющей термической обработки.**

Ранее в [7-9] были установлены способ обработки и оптимальные режимы перевода сплавов 40ХНЮ и 67КН5Б в состояние сверхпластичности (СП). В результате достигли удлинения -  $d=1730\%$  сплава 40ХНЮ и  $d=1140\%$  сплава 67КН5Б. Улучшение пластичности при переводе сплавов в состояние СП обязательно сопряжено с ухудшением прочностных (служебных) свойств.

Поэтому существует проблема восстановления прочностных свойств промышленных сплавов после сверхпластической деформации (СПД).

В настоящей работе для восстановления прочностных свойств сплава 40ХНЮ после СПД был применен отжиг в интервале 500-800°C. Пределы текучести и прочности после отжига в интервале температур 500-800°C выше 1000 и 1300 МПа соответственно. При повышении температуры отжига от 500°C до 600°C прочностные свойства увеличиваются, достигая значений  $\sigma_{0,2}=1554$  МПа и  $\sigma_B=1722$  МПа соответственно.

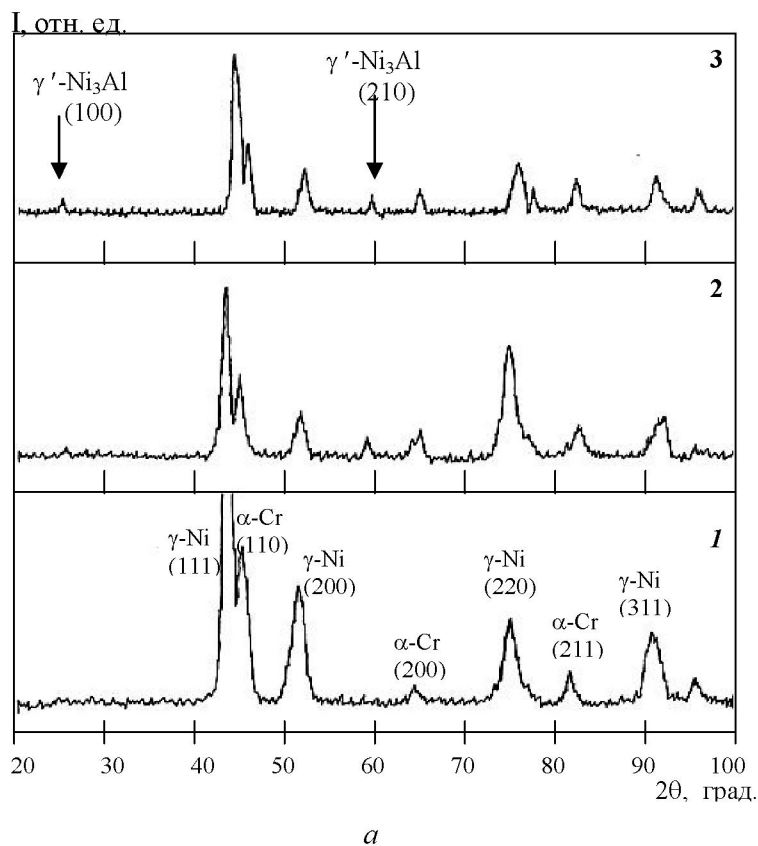
На дифрактограмме сплава (рис. 3, а - 1) видно, что после СПД сформировалась двухфазная структура, состоящая из  $\gamma$ -фазы на основе Ni и  $\alpha$ -фазы на основе Cr. При последующем отжиге при 500°C (5 ч) наблюдается выделение  $\gamma'$ -фазы (рис. 3, а - 2). Она присутствует вплоть до температуры 800°C (рис. 3, а - 3).

Данные электронномикроскопических исследований подтверждают, что после отжига при 600°C (5 ч) происходит выделение внутри зерен

матрицы частицы  $\gamma'$ -фазы ( $Ni_3Al$ ), размерами 200-600 нм (рис. 3, б, в). Поэтому можно предположить, что упрочнение сплава обусловлено выделением частиц  $\gamma'$ -фазы. Выше 800°C выделяются частицы  $\alpha$ -фазы (рис. 3, г) преимущественно в объеме  $\gamma$ -зерен матрицы.

Однако, достигаемый уровень прочностных свойств и микротвердости несколько ниже, чем после стандартной обработки [2]: закалка от 1250°C, старение при 600°C (5 ч) ( $\sigma_B=2200$  МПа,  $\sigma_{0,2}=1700$  МПа, HRC=57,  $\delta=0-0,5\%$ ). По-видимому, для эффективного дисперсионного твердения сплава при отжиге недостаточна степень пересыщения  $\gamma$ -твердого раствора. Поэтому нами исследована возможность применения упрочняющей обработки сплава 40ХНЮ после СПД, включающей в себя повторную закалку от 1150°C (2 мин) с последующим старением при 600-700°C (1-5 ч.).

После повторной закалки от 1150°C (2 мин.) и старения при 700°C (1 ч) сплава 40ХНЮ микротвердость образцов повышается до  $H_m=5350$  МПа,



б, x52000



в, x72000



г, x26000

Рис. 3. Структурно-фазовое состояние сплава 40ХНЮ после упрочняющего отжига:

а - фрагменты рентгеновских дифрактограмм сплава 40ХНЮ (1 - после СПД 980°C; 2 - СПД 980°C, отжиг 500°C (5 ч);

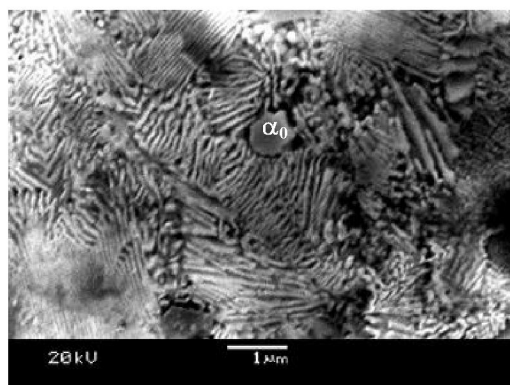
3 - СПД 980°C, отжиг 800°C (5 ч); б, в - выделение дисперсных частиц  $\gamma'$ -фазы после отжига при 600°C (5 ч);

г - выделение частиц  $\alpha$ -фазы после отжига при 800°C (5 ч.)

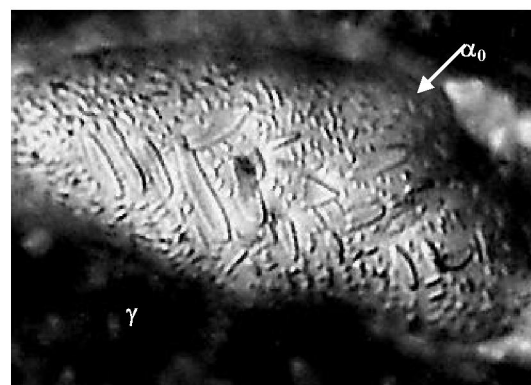
пределы прочности и текучести до  $\sigma_B=2240$  МПа,  $\sigma_{0,2}=1820$  МПа, а пластичность равна  $\delta=2-3\%$  [2].

Структурные исследования показывают, что причиной такого эффективного упрочнения сплава 40ХНЮ после повторной закалки и старения при 600-700°С является прерывистое выделение ячеек  $\alpha$ -фазы в  $\gamma$ -матрице (рис. 4, а). Видно, что на различных участках сплава межламеллярное

расстояние имеет разные значения. Среднее межламеллярное расстояние сплава 40ХНЮ после старения при 600°С (5 ч.) составляет 100 нм. Кроме того, в структуре присутствуют мелкие зерна  $\alpha_0$ -фазы со средним размером зерен составляет 1 мкм сферической формы, коагулированные в некоторых участках в вытянутые крупные зерна ( $\langle d \rangle \approx 10$  мкм) (рис. 4, б).



а, x8000



б, x2000

Рис. 4. Микроструктура сплава 40ХНЮ после СПД и упрочняющей обработки: закалка от 1150°С (2 мин.) и старение при 600°С (5 ч)

Видно также, что внутри зерен  $\alpha$ -фазы выделяются по непрерывному механизму частицы другой фазы (рис. 4, б). Микроанализом на JEOL JSM-5610 установлено, что они Ni-Cr-Al состава. Эти частицы  $\gamma_0$ -твердого раствора, обогащены Ni до 45% и Al до 2% по сравнению с химическим составом самой  $\alpha$ -фазы (Cr-86%, Ni-13% и Al-0,7%). Следовательно, обнаруженную в сплаве 47ХНМ фазу, выделившуюся в  $\alpha_0$ -зернах (рис. 1, а) можно идентифицировать как  $\gamma_0$ -твердый раствор Cr и Mo в Ni - матрице.

В отличие от 47ХНМ сплав 40ХНЮ имеет более низкую температуру начала прерывистого распада, меньшую величину межпластинчатого расстояния, а также более высокую степень твердения, что согласуется с уравнением (1).

**Заключение.** Таким образом, в процессе старения в сплавах 47ХНМ и 40ХНЮ происходят идентичные фазовые превращения, и структура их оказывается макрорегетерогенной. В структуре сплавов наблюдаются участки с прерывистым выделением вторичной  $\alpha$ -фазы, а также участки с непрерывным выделением частиц внутри зерен первичной  $\alpha_0$ -фазы. В сплаве 40ХНЮ размеры ячеек и расстояние между ними меньше, чем в 47ХНМ, что обуславливают

более высокие значения микротвердости и прочностных характеристик сплава 40ХНЮ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Суховаров В.Ф. Прерывистое выделение фаз в сплавах. Новосибирск: Наука, 1983. 164 с.
2. Молотилов Б.М. Прецизионные сплавы. М.: Металлургия, 1974. 448 с.
3. Петров В.А., Суховаров В.Ф., Строкатов Р.Д. Исследование реакции прерывистого выделения фаз в Ni-Cr-Al сплаве // Изв. вузов. Физика. 1984. 6-84. С. 24-28.
4. Скаков М.К., Мукажанов Е.Б., Ахметжанов Б.К. Фазово-структурные изменения в дисперсионно-твердеющем сплаве 47ХНМ после закалки // Изв. НАН РК. Алматы, 2006. С. 75-78.
5. Мукажанов Е.Б., Скаков М.К., Ахметжанов Б.К. Влияние различных режимов закалки на механические свойства пружинного Cr-Ni сплава // Вестник НАН РК. Алматы. 2006. С. 65-68.
6. Мукажанов Е.Б., Скаков М.К., Исаева Ж.М., Ерболатулы Д. Особенности изменения механических свойств дисперсионно-твердеющего сплава 47ХНМ при закалке и старении // Известия Томского политехнического университета. Математика и механика. Физика. 2007. Т. 311, № 2. С. 123-126.
7. Ерболатулы Д., Скаков М.К., Гребнева В.С., Алонцева Д.Л., Тусупжанов А.Е. Эволюция структуры и механизмы сверхпластической деформации сплавов на Ni-Cr и Co-Ni основах // Вестник КазНУ. Сер. физическая. 2005. №1(19). С. 77-82.

8. Пред. пат. 17104 РК. Способ повышения технологической пластичности железо-никелевых сплавов / Алонцева Д.Л., Ерболатулы Д., Радашин М.В., Скаков М.К., Ахметжанов Б.К.; опубл. 15.03.2006, Бюл. № 3. 5 с: ил.

9. Скаков М.К., Погребняк А.Д., Алонцева Д.Л., Ерболатулы Д., Бектасова Г.С. Влияние структурно-фазового состояния аустенитного дисперсионно-твердеющего Co-Ni-Nb сплава на показатели и механизмы сверхпластической деформации // *Металлофизика и новейшие технологии*. Киев, 2006. Т. 28, №3. С. 331-343.

10. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 2002. 360 с.

11. Мартин Дж.У. Микромеханизмы дисперсионного твердения сплавов / Пер. с англ. М.: Металлургия, 1983. 167 с.