

Деформационно-термическая обработка - эффективный метод получения ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры в никелевых сплавах

Валитов В.А.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. С.Халтурина 39, 450001 г. Уфа
valitov_va@imsp.da.ru

Deformational heat treatment as an effective method of producing nanocrystalline and ultrafine-grained structures in nickel alloys

V. A. Valitov

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

В настоящей работе обобщены результаты систематических исследований широкого круга жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) с различным типом упрочнения, связанных с изучением закономерностей структурообразования при пластической деформации в широком температурно-скоростном интервале. Проанализирован характер действующих механизмов пластической деформации и рекристаллизации и их взаимосвязь с процессами растворения и выделения вторых фаз. На основе проведенного анализа впервые предложен универсальный методологический подход к управлению процессами структурообразования при деформационно-термической обработке посредством комплексного регулирования состояния упрочняющих фаз, режимов обработки, в том числе режимов сверхпластической (СП) деформации. Реализация на практике разработанного методологического подхода к деформационной обработке ЖНС позволяет сформировать в полуфабрикатах УМЗ и НК структурные состояния, которые обеспечивают достижение максимальных характеристик сверхпластических свойств.

Ключевые слова: никелевые сплавы, фаза, рекристаллизация, деформация, нанокристаллическая структура

1. Введение

В ЖНС на развитие процессов пластической деформации и, соответственно, рекристаллизации решающее влияние оказывает состояние упрочняющих фаз: их морфология и тип связи с матрицей [1-4]. Расширение технологических возможностей эффекта сверхпластичности (СП) при обработке труднодеформируемых ЖНС возможно за счет увеличения скорости деформации и снижения температуры ее проявления, что может быть достигнуто в результате формирования в указанных материалах с ультрамелкозернистой (УМЗ)

This paper summarizes the results of systematic studies of a wide range of heat-resistant nickel alloys with different types of hardening connected with analysis of structure formation during plastic deformation in the wide temperature and strain rate ranges. The nature of the existing mechanisms of plastic deformation and recrystallization, and their relationship with the processes of dissolution and precipitation of the second phases are analysed. A universal methodological approach to the managing the processes of structure formation during deformation and heat treatment was proposed. It consists of the integrated management of hardening phases states, processing modes, including modes of superplastic deformation. Practical implementation of the developed methodological approach allows to obtain ultrafinegrained and nanostructured states in the heat-resistant nickel alloys with maximal superplastic properties.

Keywords: nickel alloys, phase, recrystallization, deformation, nanostructure

или нанокристаллической (НК) структур [1,5-7]. В настоящее время уделяется большое внимание вопросам получения таких структурных состояний, изучению их физико-механических свойств, а также разработке эффективных способов получения полуфабрикатов с УМЗ и НК структурой [8,9]. Между тем еще недостаточно изученными являются особенности формирования УМЗ и НК структур при интенсивной пластической деформации ЖНС сплавов в широком интервале температур.

В этой связи целью работы являлось обобщение результатов многолетних систематических исследований,

направленных на установление закономерностей формирования УМЗ и НК структур в ЖНС с различными фазовым составом и морфологией упрочняющих фаз, и разработка на этой основе универсального методологического подхода к осуществлению многостадийной деформационно-термической обработки (ДТО), позволяющей последовательно производить преобразование исходной крупнозернистой структуры сначала в микрокристаллическую (МК), затем МК измельчить до субмикрокристаллического (СМК) размера, и далее, при необходимости, сформировать НК структуру.

2. Материалы и методики исследований

Для установления общих закономерностей формирования при горячей деформации регламентированных структур, в частности, типа микродуплекс, были проведены систематические исследования на широком круге деформируемых дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов ЭИ437БУ, ЭИ698-ИД, ЭП742-ИД, ЭП962, ЭП975, Waspaloy, изготовленных по традиционной технологии, а также сплавах Rene88, Astroloy, Rene95 и N18, изготовленных методом порошковой металлургии. Указанные сплавы существенно различаются по количеству (14-55%) изоморфной с матрицей (γ -фаза, ГЦК) упрочняющей γ' -фазы на основе интерметаллида $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ с ГЦК решеткой. Детальные сравнительные исследования были проведены на типичных представителях сплавов с изоморфными (ЭП962, γ' -фаза кубоидной формы с ГЦК) и неизоморфными (Inconel 718, Ni_3Nb с орторомбической структурой δ -фазы пластинчатой формы) выделениями упрочняющих фаз. Методики исследований структуры и свойств сплавов подробно описаны в работах [10,11].

3. Результаты и их обсуждение

3.1. Формирование микрокристаллической структуры

Сплав с изоморфными выделениями упрочняющей γ' -фазы (ЭП962). Приведенные в работе [10] результаты исследований микроструктурных изменений в сплаве ЭП962 при нагреве, отжиге холоднодеформированного материала и горячей деформации, позволили выявить закономерности формирования микродуплексной структуры при деформационно-термической обработке в двухфазной $\gamma+\gamma'$ -области. В данной работе было показано, что наиболее благоприятные условия для развития непрерывной динамической рекристаллизации в двухфазной $\gamma+\gamma'$ -области создаются в случае предварительной гетерогенизации исходной крупнозернистой (80мкм) структуры (рис. 1а), в результате которой внутри зерен образуется скоагулированная γ' -фаза кубоидной формы размером $\sim 0,5\text{мкм}$ с частично когерентными γ/γ' межфазными границами, на которых наблюдаются дислокации несоответствия (Рис.1б). Причем, даже длительный отжиг в двухфазной $\gamma+\gamma'$ -области в течение 50 - 100 час. не приводит к дальнейшему преобразованию частично когерентных межфазных границ γ/γ' в неко-

герентные, хотя размер частиц укрупняется до размера 1-3 мкм (Рис. 1в).

Изучение эволюции микроструктуры при горячей деформации сплава ЭП962 позволило выявить основные деформационные и рекристаллизационные процессы, приводящие к преобразованию крупнозернистой микроструктуры в микродуплексную (Рис.1г). Было обнаружено, что при любой изученной скорости деформации материала в предварительно гетерогенизированном состоянии наблюдается формирование структуры типа микродуплекс, параметры которой и доля рекристаллизованного объема определяются температурно-скоростными условиями деформации. Установлено, что образование новых межзеренных γ/γ и межфазных γ/γ' , γ'/γ границ с преимущественно высокоугловыми разориентировками протекает путем взаимодействия решеточных дислокаций, прежде всего, с дислокациями несоответствия на межфазных границах γ/γ' . В результате непрерывного внесения и накопления дислокации на частично когерентной межфазной границе, являющейся эффективным барьером для движения дислокаций, происходит нарушение когерентности вплоть до полной ее потери, что ведет к увеличению искажения матрицы вблизи частиц и развитию множественного скольжения, обуславливающего прохождение на начальной стадии деформации процесса динамической полигонизации с образованием субструктуры, в которой размер субзерен определяется расстоянием между частицами γ' -фазы. Возникновение «мостков» (субграниц) соединяющих между собой соседние частицы активизирует диффузионный массоперенос. Вследствие этого ускоряется процесс растворения более мелких и коагуляции более крупных частиц, и тем самым создаются благоприятные условия для развития механизма коалесценции субзерен, приводящего к увеличению их размера и угла разориентировки между ними. В ходе деформации частично когерентные частицы постепенно трансформируются в некогерентные зерна γ' -фазы глобулярной формы, отделенные от матрицы произвольными высокоугловыми межфазными границами. Одновременно с укрупнением частиц γ' -фазы и преобразованием исходных частично когерентных межфазных границ в некогерентные, в ходе развивающейся динамической рекристаллизации происходит также увеличение угла разориентировки между субзернами и постепенная их трансформация в зерна с высокоугловыми границами общего типа.

По результатам анализа изменений разориентировок границ зерен в образцах из сплава ЭП962, деформированных с различными степенями ϵ при температуре 1100°C и скорости 10^{-4} c^{-1} было обнаружено следующее. При горячей деформации происходит фрагментация исходных крупных зерен на микрообласти, разориентированные друг относительно друга. На начальной стадии деформации (10-30%) средний угол разориентировок между субмикрообластями составляет $2,4-3^\circ$ и при дальнейшем увеличении степени деформации (75%) возрастает до высокоугловой ($>10-15^\circ$). При этом доля малоугловых границ зерен уменьшается с 55 % до 43,5 %, а высокоугловых границ, наоборот, увеличивается с 39,4 % до 46,8 %.

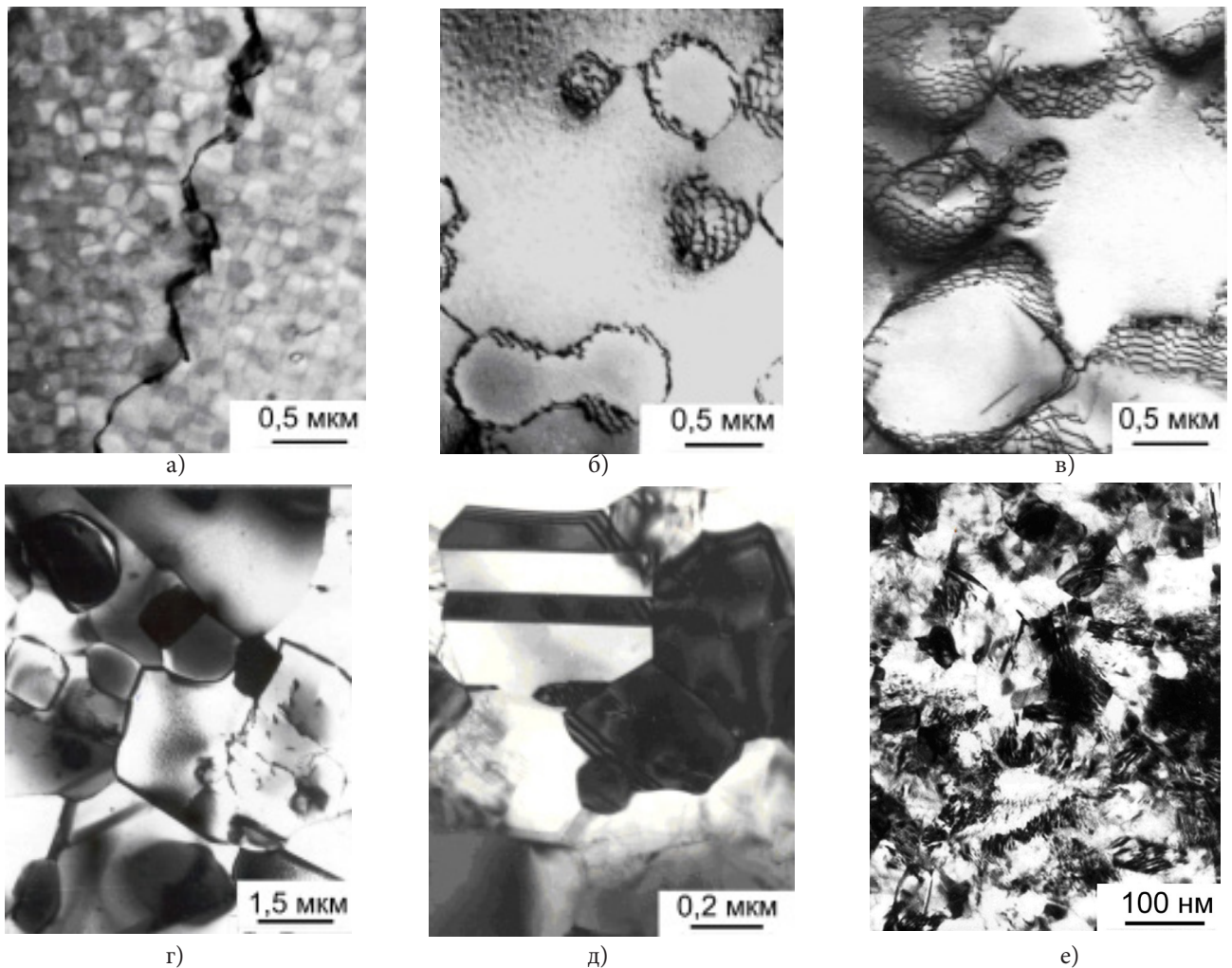


Рис. 1. Микроструктура сплава ЭП962 после деформационно-термической обработки. а – крупнозернистая, охлаждение на воздухе; б, в – крупнозернистая, гетерогенизирующий отжиг в $\gamma+\gamma'$ -области + отжиг при 1100°C, 8 и 100 час.; г – МК структура типа микродуплекс; д – СМК; е – НК.

Итак, на основании результатов комплексных исследований микроструктуры горячедеформированных образцов установлено, что основным механизмом преобразования крупнозернистой структуры как в однофазном в нихроме (X20H80) [12,13], который является основой (γ -фазой) для большинства никелевых сплавов, так и в матрице (γ -фазе) сплава ЭП962 (только для случая предварительного гетерогенизированного состояния) является развитие множественного скольжения и образование при малых степенях горячей деформации субзеренной структуры, которая с ростом степени деформации до 70-80% и более трансформируется в зеренную. При этом основная роль присутствующих в структуре скоагулированных, частично когерентных выделений γ' -фазы, заключается в том, что они способствуют развитию множественного скольжения, приводящего к образованию стабильной субзеренной структуры, параметры которой определяются межчастичным расстоянием. В результате таких структурных изменений, происходящих при горячей деформации в двухфазной $\gamma+\gamma'$ -области, в дисперсионно-твердеющих ЖНС формируется стабильная структура типа микродуплекс, что очень важно для проявления эффекта СП.

Схематично процесс трансформации крупнозернистой структуры в МК типа микродуплекс в изученных ЖНС представлен на рис.2а.

Металлографическим анализом установлено, что получению во всем объеме материала рекристаллизованной микроструктуры способствует увеличение скорости деформации, а также дробная деформация с последовательными отжигами [5,6,10].

Сплав с неизоморфными выделениями упрочняющей δ -фазы (Inconel718). Сравнительный анализ данного сплава со сплавом ЭП962 позволил выявить как общие закономерности структурообразования при горячей деформации, так и отличия, которые, по-видимому, обусловлены влиянием химического и фазового состава сплавов, проявляющегося через различие в морфологии упрочняющих фаз [7,11], а также связаны с особенностями их выделения при термической обработке и деформации (рис.3).

Несмотря на то, что в сплаве Inconel 718, выделения упрочняющих фаз имеют неблагоприятную для пластической деформации форму, на практике данный сплав более технологичен, чем сплав ЭП962. Наблюдаемые различия в деформационном поведении указанных сплавов, по-видимому, связаны с различной кинетикой выделения упрочняющих фаз. Если в сплаве ЭП962 ча-

стицы γ' - фазы выделяются практически мгновенно, то в сплаве Inconel 718 выделению δ -фазы предшествует инкубационный период длительностью 10-20 мин [14].

Результаты исследования деформационного поведения и микроструктурных изменений сплава Inconel 718 показали следующее. Преобразование крупнозернистой структуры в МК типа микродуплекс ($\gamma+\delta$) происходит при горячей деформации в интервале температур 850-950°C, когда имеет место развитие процессов непрерывной динамической рекристаллизации [7, 11]. Особенностью сплава Inconel 718 является то, что процесс рекристаллизации в матрице сопровождается фрагментацией пластин γ -фазы, приводящей к образованию глобулярных частиц – зерен δ -фазы, с некогерентными границами.

В целом механизм структурообразования при горячей деформации сплава Inconel 718 аналогичен механизму, который был ранее выявлен для сплава ЭП962. Общим является то, что преобразование крупнозернистой структуры в МК типа микродуплекс происходит в процессе непрерывной динамической рекристаллизации, в ходе которой происходит образование субзеренной структуры, постепенно трансформирующейся с ростом степени деформации в зеренную (γ -фаза) с высокоугловыми границами. Одновременно с этим когерентные или частично когерентные выделения второй фазы (γ' -фазы в сплаве ЭП962, или δ -фазы в сплаве Inconel 718) преобразуются в некогерентные частицы-зерна, произвольно ориентированные относительно зерен матрицы (рис.2б).

3.2. Формирование УМЗ и НК структуры при деформационно-термической обработке

На основании многолетних исследований, проведенных в ИПСМ РАН, был разработан универсальный методологический подход к получению объемных и листовых полуфабрикатов из никелевых сплавов с УМЗ (МК и СМК) и НК структурой. Его сущность заключается в проведении интенсивной деформационно-термической обработки (ИДТО) с использованием преимущественно схемы всесторонней изотермическойковки (иликовки с последующей прокаткой) и постадийным снижением температуры обработки от $0,9-0,8T_{пл}$ до $0,6-0,5T_{пл}$ [15,16]. Разработанный методологический подход реализован в ряде способов, научная новизна которых защищена патентами РФ № 2041284, 2119842, 2269585, а также европейским патентом EP № 0 909 339 B1. В результате такой обработки дисперсионно-твердеющих сплавов достигается постадийное измельчение структуры: крупнозернистая (КЗ) структура типа макродуплекс трансформируется в МК структуру типа микродуплекс, затем при более низкой температуре обработки МК преобразуется в СМК и далее в НК (Рис. 1в, г), т.е. соответственно в структуры типа «субмикродуплекс» и «нанодуплекс» [15,16].

При постадийном измельчении структуры от КЗ до МК и далее до СМК размеров, как следует из данных, приведенных в работе [11] для сплава Inconel 718 существенно снижается уровень напряжения течения. Например, при температуре, составляющей $0,8 T_s$ темпера-

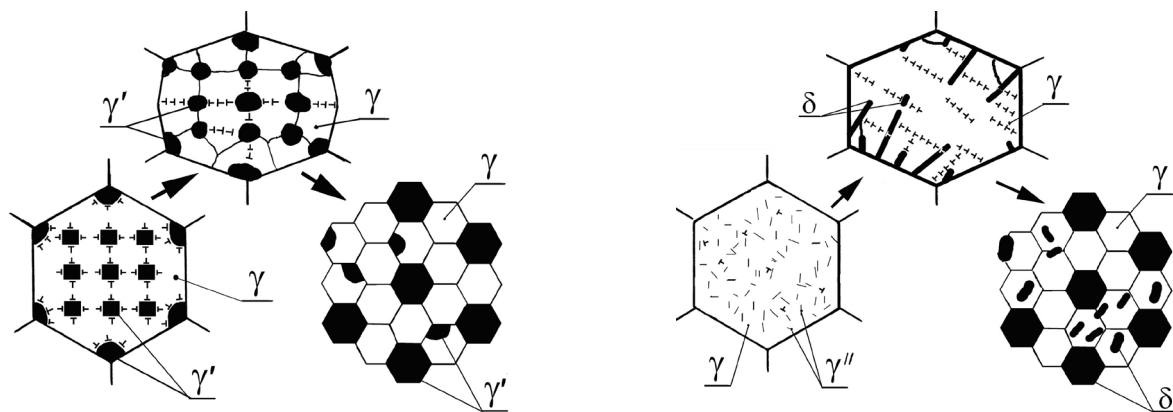


Рис. 2. Схемы трансформации при горячей деформации исходной крупнозернистой структуры в МК структуру типа микродуплекс а - ЭП962, 1100°C, $10^{-4}-10^{-5}c^{-1}$; б - Inconel 718, 925°C, $10^{-4}c^{-1}$.

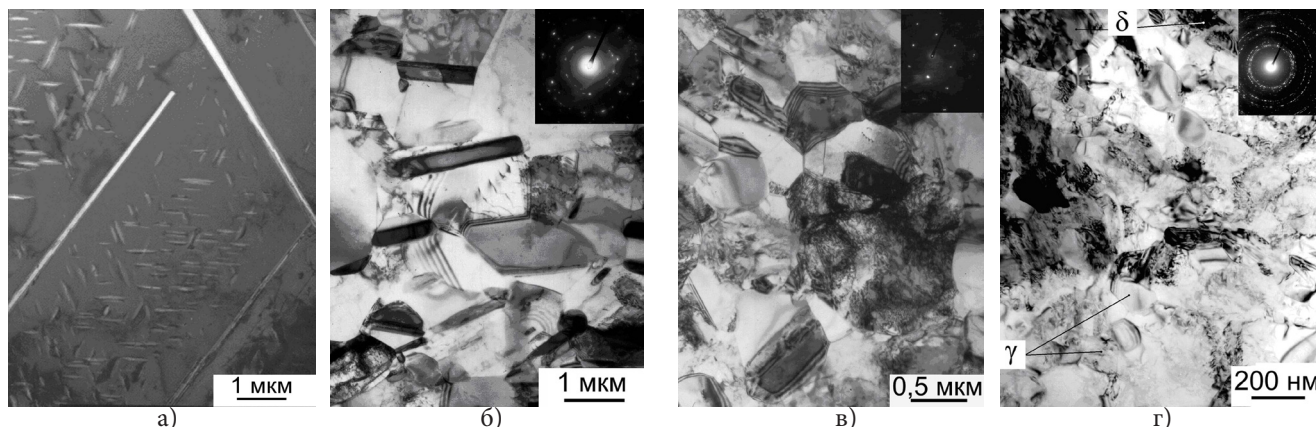


Рис. 3. Микроструктура сплава Inconel 718 после деформационно-термической обработки; а - крупнозернистая, гетерогенизирующий отжиг в $\gamma+\delta$ -области; б - МК; в - СМК; г - НК.

туры полного растворения δ -фазы, уменьшение размера зерен с 40 мкм (КЗ) до 1-3 мкм (МК) приводит к снижению уровня напряжения течения в 3 раза. При этом следует отметить, что сплав Inconel 718 с МК структурой при указанной температуре проявляет высокие значения технологической пластичности, поскольку температура $0,8t_s$ (800°C) соответствует нижнему температурному порогу СП для данного структурного состояния.

Очевидно, что для дальнейшего измельчения структуры до СМК и НК размеров ИДТО необходимо проводить при более низких гомологических температурах ($0,67-0,57T_{пл}$). Так после ИДТО при 700°C были получены объемные заготовки с СМК структурой, при исследовании которых было обнаружено, что нижний температурный порог проявления эффекта низкотемпературной СП составляет 650°C . Как известно [8], проявление данного эффекта обусловлено тем, при уменьшении размеров зерен до субмикронных величин происходит существенное повышение коэффициента диффузии приблизительно на 1,5 порядка. При этом, из-за увеличения протяженности границ зерен возрастает вклад зернограницной диффузии, контролирующей зернограницное проскальзывание, которое является доминирующим механизмом низкотемпературной СП. Данное обстоятельство, по-видимому, весьма существенно, поскольку обеспечивает возможность развития в СМК материале рекристаллизационных процессов, в том числе непрерывной динамической рекристаллизации при низких гомологических температурах, при которых в материале с исходной КЗ структурой они невозможны.

Схематично стадийность структурообразования при ИДТО, приводящая к поэтапному измельчению исходной крупнозернистой структуры матричного (макродуплексного) типа вплоть до структуры нанодуплексного типа, изображена на рис. 4 на примере сплавов, упрочняемых за счет выделения изоморфной γ' -фазы.

Разработанный способ ИДТО оказался весьма эффективным как для получения МК, так и СМК структуры (0,3-0,5 мкм) в массивных объемных (весом от 10 до

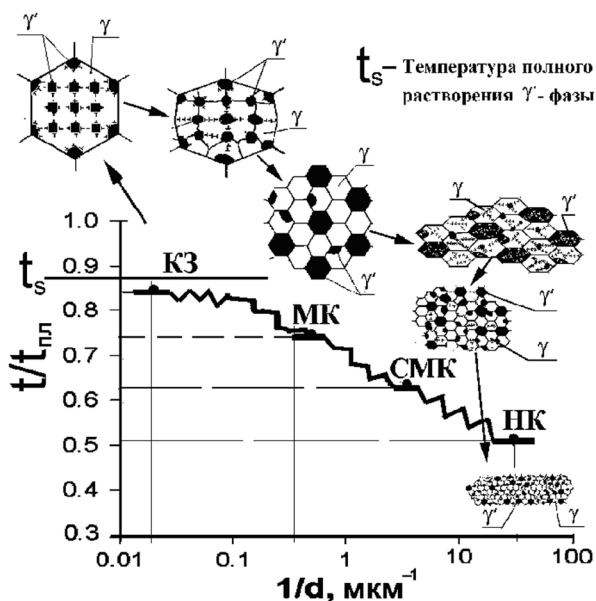
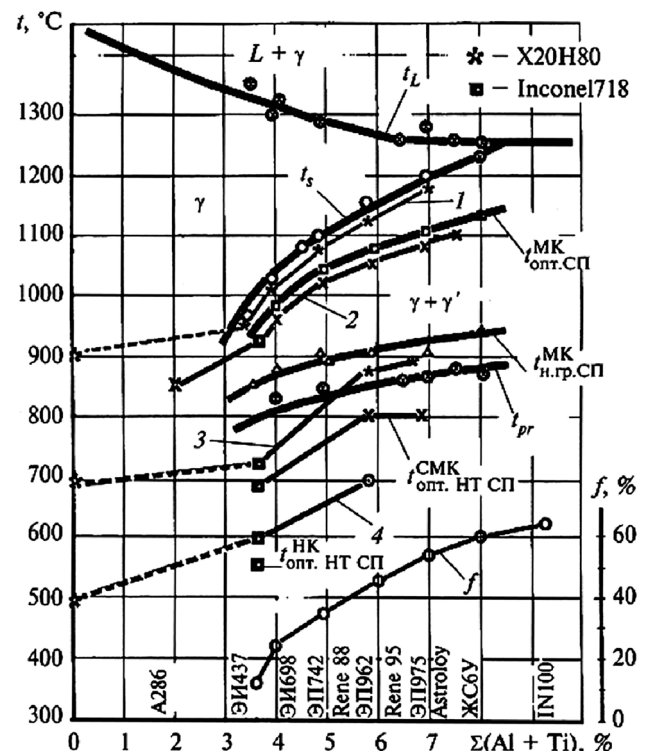


Рис. 4. Схема, измельчения микроструктуры в ЖНС, упрочняемых изоморфной γ' -фазой в процессе ИДТО.

100 кг) и листовых полуфабрикатах (размером не менее $40 \times 200 \times 0,8$ мм³) из сплава Inconel 718 [15,16]. Причем, следует отметить, что максимальные размеры изготавливаемых полуфабрикатов ограничены только возможностями существующего кузнечно-прессового и прокатного оборудования, которое пригодно для реализации разработанного способа ИДТО в промышленных условиях, а не только в изотермических. Экспериментально установлено, что посредством ИДТО в сплаве Inconel 718 может быть сформирована в объемном полуфабрикате (размером не менее $10 \times 10 \times 50$ мм³) также и НК структура (0,08 мкм) при низкой гомологической температуре $0,57T_{пл}$ (550°C), соответствующей температурной области холодной деформации для исходного крупнозернистого состояния [17].

Таким образом, в результате целенаправленного управления режимами ИДТО в никелевых сплавах с раз-



t_{pr} , t_s - температуры начала растворения и полного растворения γ' -фазы;

t_L - температура плавления γ - твердого раствора;

L - жидкий расплав, γ - однофазная область твердого раствора - фазы;

$t_{MK, \text{опт. СП}}$ - двухфазная область γ и γ' фаз.

$t_{MK, \text{опт. СП}}$, $t_{MK, \text{н.гр. СП}}$ - оптимальная температура и нижняя температурная граница проявления СП в сплаве с МК структурой;

$t_{СМК, \text{опт. НТ СП}}$, $t_{НК, \text{опт. НТ СП}}$ - оптимальная температура проявления низкотемпературной СП сплавов с СМК и НК структурой;

f - объемная доля упрочняющей γ' -фазы

Рис. 5. Влияние γ' -образующих элементов Al и Ti на температурные режимы получения МК, СМК и НК структур и СП деформации никелевых сплавов.

Кривая 1 - температуры обработки, при которых в сплавах формируется МК структура матричного типа.

Кривые 2, 3 и 4 - оптимальные температуры, при которых ИДТО приводит к формированию МК, СМК и НК структур дуплексного типа: соответственно микродуплекс, «субмикродуплекс» и «нанодуплекс». Пунктиром обозначены участки кривых с прогнозируемыми температурными режимами обработки.

личным фазовым составом и разным типом упрочнения могут быть получены различные микроструктурные состояния, параметры которых регламентируются необходимостью обеспечения требуемых технологических характеристик СП полуфабриката с учетом особенностей конструкции готовой детали и предъявляемых к ней требований по эксплуатационным свойствам. Вышеприведенные результаты явились основой для разработки методики прогнозирования конкретных термомеханических режимов получения МК, СМК и НК структур с регламентированными параметрами [15]. Это позволило охватить практически весь спектр микроструктурных состояний, которые могут быть получены посредством разработанного способа ИДТО в дисперсионно-твердеющих сплавах на никелевой и никельжелезной основе с регламентированными параметрами структуры (МК, или СМК или НК) и рекомендовать оптимальные температуры обработки и СП деформации (рис. 5).

В приведенной на рис. 5. псевдобинарной диаграмме обобщены результаты исследований, отражающих влияние γ' -образующих элементов Al и Ti, определяющих количество выделяющейся в сплавах γ' -фазы, на температурные режимы получения МК (микродуплексной), СМК (субмикродуплексной) и НК (нанодуплексной) структур и СП деформации никелевых сплавов.

На диаграмме проведены линии, соответствующие оптимальным (опт.) температурам проявления эффекта СП, в том числе низкотемпературной (НТ) СП, для различных структурных состояний, а также усредненные температуры для каждой стадии деформационно-термической обработки, обеспечивающие получение в объемных и листовых полуфабрикатах из сплавов на никелевой и никельжелезной основе (сплав Inconel 718 расположен в соответствии с температурой растворения δ -фазы) дуплексных структур с регламентированным размером зерен: МК (3-5мкм), или СМК (0,3-0,5мкм) или НК (0,05-0,08мкм).

Практический опыт использования разработанной номограммы и ее усовершенствованного варианта свидетельствует об эффективности прогнозирования конкретных термомеханических режимов получения МК, СМК и НК структурных состояний в жаропрочных сплавах. При пользовании номограммой в большинстве случаев исследования сводятся к проверке на практике выбранных режимов обработки исходя только из данных химического состава, или даже из количественного содержания основных фазообразующих элементов (Al, Ti, Nb), температуры растворения основной упрочняющей фазы и при необходимости к небольшой корректировке выбранных режимов. Это позволяет многократно уменьшить объем исследований при разработке режимов обработки по новым сплавам и тем самым значительно снизить материало- и трудозатраты.

Заключение

Автор выражает глубокую признательность д.т.н., профессору Кайбышеву О.А. и д.т.н. Ф.З. Утяшеву за научные консультации на протяжении длительного времени выполнения работы. Автор благодарит также сотрудников ИПСМ РАН и других организаций за помощь в

проведении совместных экспериментов и их обсуждение. Результатом такого плодотворного сотрудничества явились совместные научные работы, некоторые из которых приведены в списке литературы.

Литература

1. O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev. «Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming». Futurepast. Arlington, Virginia. USA. 2005. p.386.
2. A. Porten, B. Palph. J. Mat. Sci. **16**, 3, 707 (1981).
3. N.D. Bakhteeva, N.I. Vinogradova, S.N. Petrova. The Physics of Metals and Metallography. **2**, 95, 169 (2003).
4. S.T. Kishkin Making, research and application of superalloys: selected works (On the occasion of the centenary of the birth of S.T. Kishkin) Moscow. Science (2006) 407 p. (in Russian)
5. O.A. Kaibyshev, V.A. Valitov, F. Z. Utyashev. Physical metallurgy and heat treatment of metals. **7**, 40 (1989). (in Russian)
6. V.A. Valitov, G. A. Salishchev, Sh. Kh. Mukhtarov. Proceedings of the Academy of Sciences. Metals. **3**, 127. (1994). (in Russian)
7. V.A. Valitov, O.A. Kaibyshev, Sh. Kh. Mukhtarov, N.R. Gajnutdinova. Proc. of the First Joint Intern. Conf. "Recrystallization and Grain Growth", Springer-Verlag, 563 (2001).
8. R.Z. Valiev, I.V. Aleksandrov. Bulk nanostructured metallic materials: production, structure and properties. Moscow: Akademkniga (2007) 398 p. (in Russian).
9. N.I. Noskova and R.R. Mulyukov. Submicrocrystalline and Nanocrystalline Metals and Alloys. Ekaterinburg, UrD RAS (2003) 279 p. (in Russian)
10. O.A. Kaibyshev, V.A. Valitov, G. A. Salishchev. The Physics of Metals and Metallography, **4**, 75, 110. (1993) (in Russian).
11. V. A. Valitov, Sh. Kh. Mukhtarov, Yu. A. Raskulova. The Physics of Metals and Metallography, **102**, 1, 97. (2006)
12. R.O. Kaibyshev, N.R. Gajnutdinova, V.A. Valitov. Proceedings of the First Joint International Conference "Recrystallisation and Grain Growth", Springer-Verlag. 949 (2001).
13. R.O. Kaibyshev, N.R. Gajnutdinova, V.A. Valitov. Proc. of the V Intern. Conference "Strength and fracture of materials and constructions" Orenburg. 261(2008) (in Russian).
14. Ch. Sims, Stoloff. N., W. Hagel. Superalloys II. (1995) 568p. (in Russian).
15. V.A. Valitov. Heavy engineering. **4**, 23 (2007) (in Russian).
16. V.A. Valitov. Questions of material science. **4**, 52, 311 (2007).
17. V. A. Valitov, R. R. Mulyukov, M. F. X. Gigliotti, and P. R. Subramanian. Proc. of the Conference "Superalloys 2008", In Book «Superalloys 2008» by Roger C. Reed, Kenneth A. et al., TMS. 325 (2008).