

PACS: 62.20.Fc

В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Кийко

МНОГОСЛОЙНЫЙ КОМПОЗИТ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ, АРМИРОВАННЫЙ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫМИ СЛОЯМИ

Институт физики твердого тела РАН

ул. Институтская, 2, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

E-mail: korzhov@issp.ac.ru

Микрокомпози́ты Ni/Al получены диффузионной сваркой многослойных пакетов под давлением. При последующей термообработке в результате реактивной диффузии в композите образовывались интерметаллиды Ni₃Al и NiAl. Получен композиционный материал, состоящий из слоев достаточно пластичного твердого раствора алюминия в никеле и упрочняющей интерметаллидной фазы Ni₃Al.

Ключевые слова: микрокомпози́ты, фольги, диффузионная сварка, интерметаллидная фаза, жаропрочные сплавы

Никель и алюминий образуют несколько интерметаллических соединений, но практический интерес представляют два из них – Ni₃Al и NiAl. Первый является основной упрочняющей фазой жаропрочных никелевых сплавов, которые используются для изготовления ответственных деталей и узлов, работающих в условиях высоких температур и силовых нагрузок. Но необходимость повышать рабочие температуры деталей авиационных двигателей, работающих в экстремально горячих условиях, инициировала разработку жаропрочных сплавов на основе моноалюминида никеля NiAl [1] как более тугоплавкого (температура плавления ~ 1640°C) и легкого (плотность – 5.9 g/cm³), чем Ni₃Al, и не нуждающегося в защите от окисления.

Можно отметить другие отличительные свойства сплавов системы Ni–Al. Соединение Ni₃Al и сплавы на его основе обладают положительной зависимостью напряжения течения. Этот эффект проявляется только в сплавах с дальним атомным порядком или, другими словами, в сплавах со сверхструктурой. В Ni-сплавах, богатых алюминием, после закалки происходит мартенситное превращение, обеспечивающее им обратимый эффект памяти формы [2]. Исчерпывающую информацию о сплавах системы Ni–Al можно найти в недавно вышедшей монографии [3].

Цель настоящей работы – исследование возможности получить многослойный композиционный материал из пластичной Ni-матрицы или матрицы из твердого раствора Al в Ni, армированной интерметаллидными слоями Ni₃Al и NiAl.

1. Получение композитов и методика исследования их структуры

Плоские многослойные микрокомпозиты Ni/Al получали диффузионной сваркой пакетов под давлением 15–20 МПа в течение 1 h при температурах, не превышавших температуру плавления алюминия. Пакет с наружными Ni-фольгами собирали из 12–20 Ni- и 11–19 Al-фольг. Толщина никелевой фольги составляла обычно 0.1 mm, толщина алюминиевой могла изменяться от 10 μm до 0.1 mm. Интерметаллиды образовывались при термической обработке Ni/Al-композитов в результате взаимной диффузии между никелем и алюминием.

Поперечное сечение композита непосредственно после диффузионной сварки представлено на рис. 1. Микроструктурные исследования проводили с помощью растровой электронной микроскопии на электронных сканирующих приборах CamScan MV2300 и Vega 2, оснащенных детекторами вторичных и отраженных электронов и рентгеновским микроанализатором.

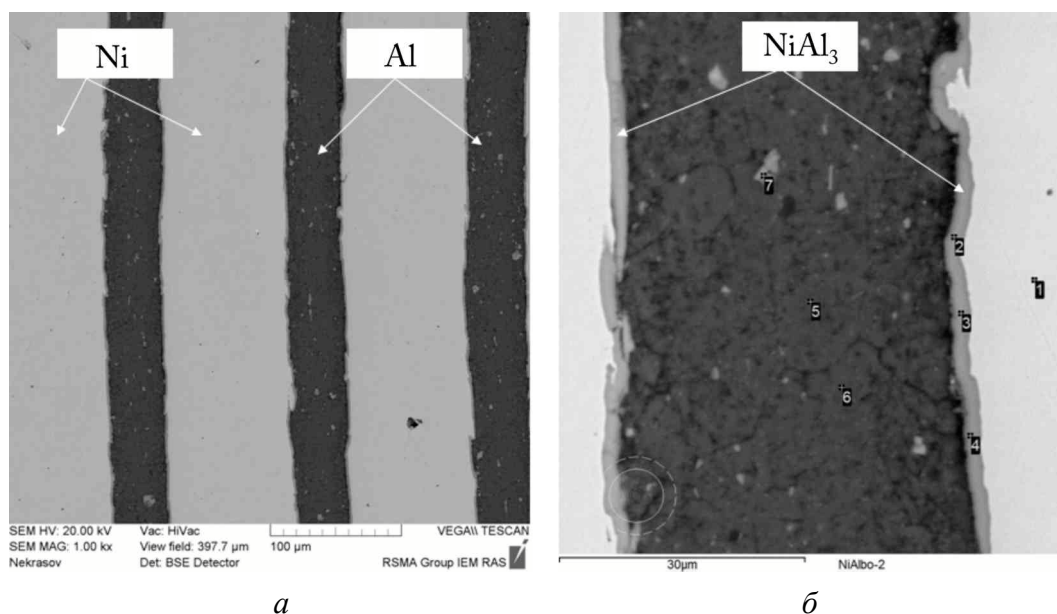


Рис. 1. Микроструктура композита Ni/Al после диффузионной сварки при относительно малом (а) и большом (б) увеличении

Слои никеля как более тяжелого элемента на фотографиях выглядели светлыми, Al-слои – темными полосами. Видно, что уже после диффузионной сварки, которую проводили при температуре не выше 600°C, на границе между слоями никеля и алюминия образовывалась прослойка толщиной ~ 2 μm (рис. 1,б). По данным локального рентгеноспектрального анализа она идентифицировалась как наиболее богатый алюминием интерметаллид NiAl₃.

2. Влияние термообработки на структуру композита Ni/Al

После термообработки даже при относительно невысокой температуре, равной 800°C, весь алюминий расходовался на образование интерметаллидов. В этом первоначальном эксперименте образец отжигался без приложе-

ния давления. Поэтому вследствие разницы объемов алюминия и образующихся интерметаллидов между никелем и алюминием формировалась рыхлая в середине диффузионная зона, состоявшая из слоев интерметаллидов Ni_3Al толщиной $\sim 3.5 \mu\text{m}$ (рис. 2,а; точки 4 и 8), NiAl толщиной $5\text{--}6 \mu\text{m}$ (3 и 9) и слоя Ni_2Al_3 (1, 2, 10 и 11), разделенного практически сплошной пористой прослойкой на две части. Идентификацию слоев проводили с помощью локального рентгеноспектрального анализа, экспериментальным результатом которого были концентрационные зависимости элементов (рис. 2,б).

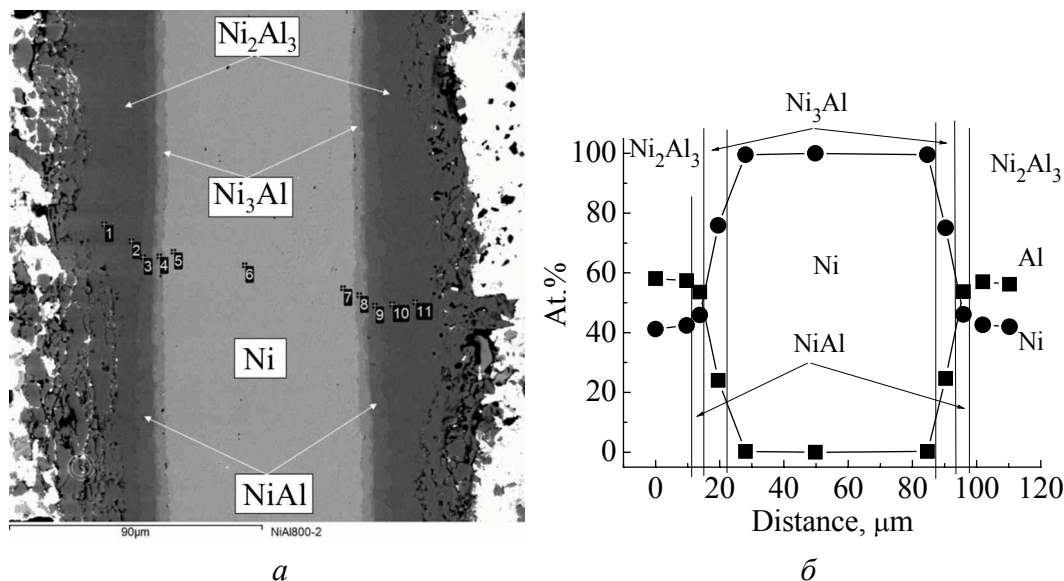


Рис. 2. Микроструктура диффузионной зоны в композите Ni/Al после термообработки при 800°C без давления (а) и ее концентрационные профили (б): 1–11 – точки анализа

Приложение к образцу даже небольшого давления уменьшало площадь пустот (рис. 3). Диффузионная зона композита Ni/Al после сварки и отжига по режиму: $600^\circ\text{C}/1 \text{ h} + 950^\circ\text{C}/5 \text{ h}$ под давлением $\sim 0.7 \text{ MPa}$ состояла из слоя NiAl (точка 1), двух слоев интерметаллида Ni_5Al_3 толщиной $\sim 18 \mu\text{m}$ (2) и двух слоев Ni_3Al толщиной несколько микрон (3), прилежащих к чистому никелю (4).

При сравнении микроструктуры диффузионной зоны этого композита с диффузионной зоной композита, отожженного при 800°C , видно, что: 1) слой интерметаллида Ni_2Al_3 с наибольшим содержанием алюминия пропадает, и его место занимает моноалюминид NiAl ; 2) между NiAl и Ni_3Al оказывается слой нового интерметаллида Ni_5Al_3 ; 3) толщина Ni_3Al -слоев остается практически прежней. Можно сделать промежуточный вывод, что Ni_3Al , образовавшись на начальном этапе, далее некоторое время служит лишь барьером для реактивной диффузии между никелем и алюминием.

Термообработка под давлением $\sim 0.7 \text{ MPa}$ при 1000°C приводила к образованию диффузионной зоны с аналогичной структурой и с тем же набором

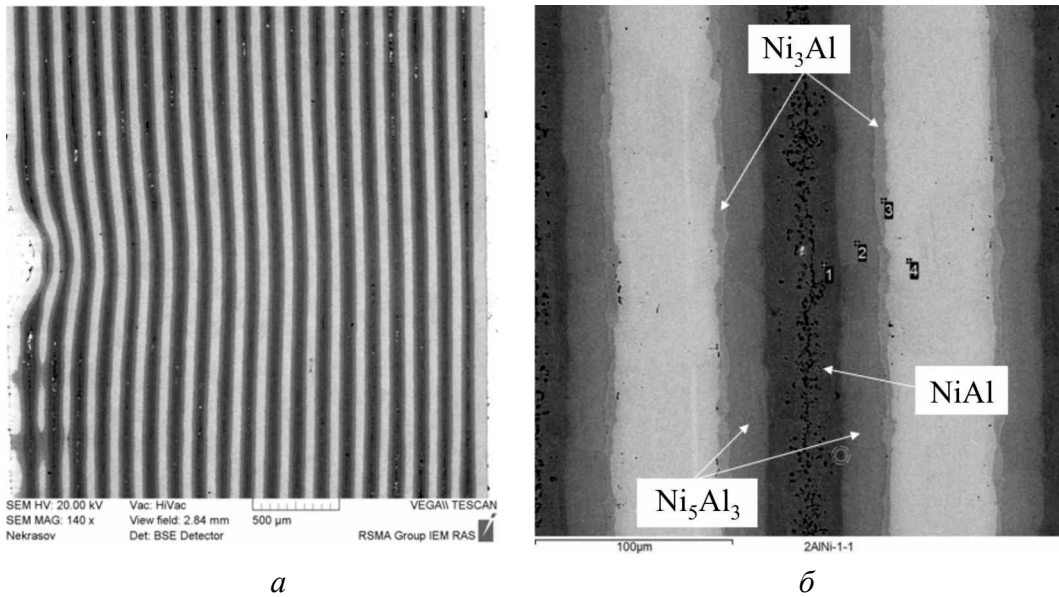


Рис. 3. Макроструктура композита Ni/Al (а) и микроструктура его диффузионной зоны (б) после термообработки: 600°C/1 h + 950°C/5 h под давлением ~ 0.7 МПа: 1–4 – точки анализа

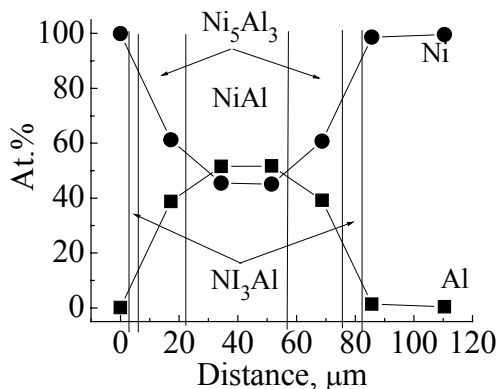


Рис. 4. Концентрационные профили диффузионной зоны в композите Ni/Al после сварки и отжига при 1000°C в течение 1 h под давлением ~ 0.7 МПа

интерметаллидных слоев. Толщина слоев Ni₃Al так же не превышала 2–3 μm. На рис. 4 приведены концентрационные профили никеля и алюминия в диффузионной зоне композита. Обнаруженный нами интерметаллид Ni₅Al₃ по содержанию алюминия является промежуточным между NiAl и Ni₃Al, и его присутствие не должно бы вызывать вопросов, но это расходится с диаграммой состояния Ni–Al [4], согласно которой Ni₅Al₃ существует при температурах меньше ~ 700°C. По данным локального анализа, в слоях, идентифицированных как Ni₅Al₃, содержалось 38.4–39.2 at.% Al и 60.3–61.2 at.% Ni, что очень близко к его стехиометрическому составу.

И, наконец, на рис. 5,1 показаны макро- (а) и микроструктуры (б) композита, составленного из 20 никелевых и 19 алюминиевых фольг с начальной толщиной соответственно 0.1 и 0.05 mm после термообработки под давлением ~ 830 МПа в вакууме по режиму: 600°C/2 h + 1100°C/30 min. Объемное соотношение никеля и алюминия в этом композите было подобрано таким, чтобы в конечном итоге в качестве армирующей составляющей оставался только интерметаллид Ni₃Al. Материал имел слоистую структуру, состоящую из чередующихся интерметаллидной Ni₃Al-фазы (точки 2, 3 и 10) и

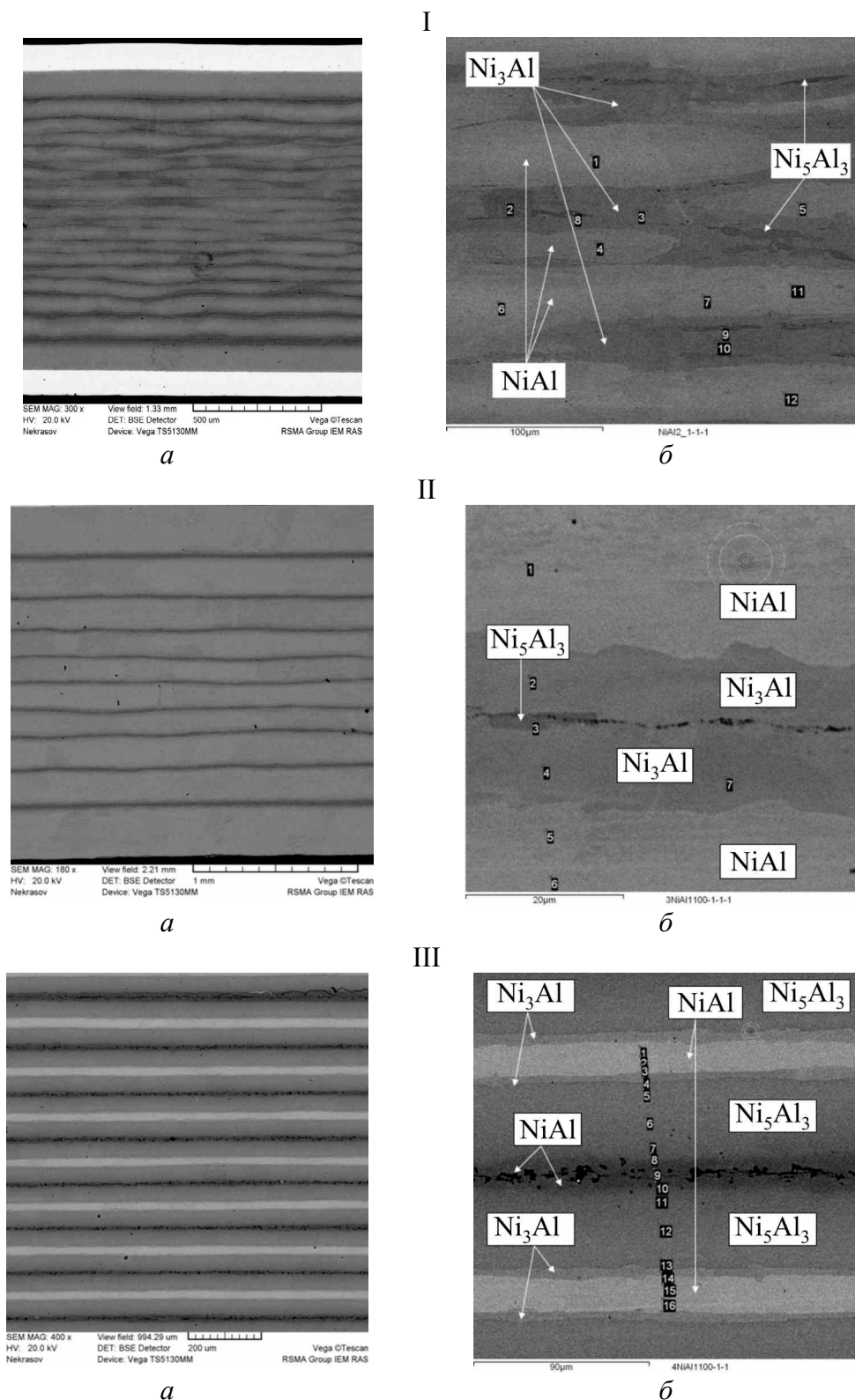


Рис. 5. Макро- (а) и микроструктуры (б) композита Ni/Al после сварки и термической обработки по режимам: I – 600°C/2 h + 1100°C/30 min под давлением ~ 830 МПа; II, III – 600°C/2 h + 1100°C/1 h под давлением ~ 20 МПа; II – объемное отношение Ni/Al = 6, III – Ni/Al = 0.67

твердого раствора алюминия в никеле (1, 4–7, 11 и 12) с содержанием алюминия до 15 at.%. Кроме этих двух составляющих присутствовали остатки фазы Ni_5Al_3 (точки 8 и 9).

3. Влияние объемного соотношения никеля и алюминия на структуру композита Ni/Al

Были изготовлены два Ni/Al-композита с сильно отличающимися объемными отношениями Ni/Al, равными 6 и 0.67. Первый композит получали диффузионной сваркой пакета, состоящего из 10 Ni-фольг толщиной 0.3 mm и 9 Al-фольг толщиной 50 μm , второй – из 12 Ni- и 11 Al-фольг толщиной соответственно 0.1 и 0.15 mm.

На рис. 5,II,III представлены макро- (а) и микроструктуры (б) их поперечных сечений после термической обработки по режиму: 600°C/2 h + 1100°C/1 h под давлением 20 МПа. Видно, что микроструктуры обоих композитов существенно отличаются. Структура композита с небольшим содержанием алюминия (Ni/Al = 6) состоит из твердого раствора Al в Ni с 9–13 at.% Al, армированного слоями интерметаллида Ni_3Al толщиной ~ 20 μm , внутри которых редко наблюдаются остатки фазы Ni_5Al_3 (рис. 5,II,б).

Структура композита с большим объемным содержанием алюминия (Ni/Al = 0.67) состоит в основном из интерметаллида Ni_5Al_3 в виде слоев толщиной ~ 100 μm , внутри которых располагается слой моноалюминид никеля NiAl толщиной 10–15 μm (рис. 5,III,б). Слои твердого раствора алюминия в никеле имеют толщину 15–20 μm и отделяются от слоев Ni_5Al_3 тонкими (4–5 μm) прослойками интерметаллида Ni_3Al .

В обоих композитах внутри интерметаллидных слоев наблюдаются темные строчки мелких пор, обусловленных недостаточным давлением при термообработке.

Настоящие эксперименты показывают, что, изменяя температуру термообработки и объемное соотношение алюминия и никеля, можно получать сильно отличающиеся структуры композитов, а следовательно, композиты с нужными прочностными характеристиками.

Выводы

1. Изменение фазового состава диффузионных зон в микрокомпозитах Ni/Al в зависимости от температуры обработки и объемного содержания алюминия подчиняется законам взаимной диффузии элементов, способных образовывать между собой интерметаллические соединения.

2. Представленные данные и, в частности, результат последнего эксперимента, заключающийся в получении композиционного материала, который состоит из матрицы достаточно прочного, но вместе с тем пластичного твердого раствора алюминия в никеле и упрочняющей интерметаллидной Ni_3Al -фазы, открывают перспективу получить слоистый материал на основе NiAl-сплава, армированного слоями более тугоплавких интерметаллидных фаз.

1. К.Б. Поварова, О.А. Скачков, А.А. Дроздов, А.И. Морозов, Третья всероссийская конференция по наноматериалам «НАНО-2009», Екатеринбург, 20–24 апреля 2009 г., Тез. докл., Уральское изд-во, Екатеринбург (2009), с. 221–223.
2. J.L. Smialek, R.F. Hehemann, Metall. Trans. **4**, 1571 (1973).
3. 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, Структура и свойства интерметаллидных материалов с наночастицами упрочнением, Издательский Дом МИСиС, Москва (2008).
4. ASM International Binary Alloy, The Materials Information Society, Massalski.

В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Кийко

БАГАТОШАРОВИЙ КОМПЗИТ НА ОСНОВІ НІКЕЛЮ, АРМОВАНИЙ ІНТЕРМЕТАЛІДНИМИ ШАРАМИ

Мікрокомпозити Ni/Al отримано дифузійною зваркою багатошарових пакетів під тиском. При подальшій термообробці в результаті реактивної дифузії в композиті утворювалися інтерметаліди Ni_3Al і NiAl. Отримано композиційний матеріал, що складається з шарів достатньо пластичного твердого розчину алюмінію в нікелі і зміцнюючої інтерметалідної фази Ni_3Al .

Ключові слова: мікрокомпозити, фольги, дифузійна зварка, інтерметалідна фаза, жароміцні сплави

V.P. Korzhov, M.I. Karpov, V.M. Kiiko

NICKEL-BASED MULTILAYER COMPOSITE REINFORCED BY INTERMETALLIC LAYERS

Ni/Al-microcomposites were produced by diffusion welding of multilayer packets under pressure. The intermetallics of Ni_3Al and NiAl were formed in the composite after heat treatment resulting in reactive diffusion. The composite material consisting of the layers of enough ductile solid solution of aluminium in nickel and the hardening intermetallic phase of Ni_3Al has been produced.

Keywords: microcomposites, foils, diffusion welding, intermetallic phase, high-temperature alloys

Fig. 1. Microstructure of Ni/Al-composite after diffusion welding under small (a) and large (b) magnifications

Fig. 2. Microstructure of diffusion zone in the Ni/Al-composite after heat treatment under 800°C without pressure (a) and its concentration profiles (b): 1–11 – points of the analysis

Fig. 3. Macrostructure of Ni/Al-composite (a) and microstructure of its diffusion zone (b) after heat treatment: 600°C/1 h + 950°C/5 h under pressure of ~ 0.7 MPa: 1–4 – points of the analysis

Fig. 4. Concentration profiles of diffusion zone in the Ni/Al-composite after welding and annealing at 1000°C during 1 h under pressure of ~ 0.7 MPa

Fig. 5. Macro- (*a*) and microstructures (*b*) of Ni/Al-composite after welding and heat treatment: I – 600°C/2 h + 1100°C/30 min under pressure of ~ 830 MPa; II, III – 600°C/2 h + 1100°C/1 h under pressure of ~ 20 MPa; II – volume ratio Ni/Al = 6, III – Ni/Al = 0.67