

УДК 669.017

Ф. Г. Ловшенко, д-р техн. наук, проф., Г. Ф. Ловшенко, канд. техн. наук, доц.**ОПТИМИЗАЦИЯ СОСТАВА МЕХАНИЧЕСКИ ЛЕГИРОВАННЫХ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ НИКЕЛЕВЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Приведены результаты исследований фазовых и структурных превращений в системах Ni-Al-O, Ni-Al-Mo-O, протекающих на всех технологических стадиях получения механически легированных дисперсно-упрочненных никелевых материалов; данные по влиянию состава исходной шихты на механические свойства и результаты его оптимизации.

Жаропрочные сплавы характеризуются высокой стойкостью против ползучести. Основными механизмами ее являются дислокационный и диффузионный. Последний обусловлен развитием межзеренной диффузии и преобладает при температурах выше $0,5T_{пл}$. Развитию ползучести способствует также зернограничное скольжение. Классические жаропрочные сплавы, как правило, являются дисперсионно-упрочненными. Жаропрочность их ограничена температурой коагуляции и роста интерметаллидных упрочняющих фаз и не превышает $0,6T_{пл}$ основы. Ограничение подвижности дислокаций, межзеренной диффузии и зернограничного скольжения приводит к повышению жаропрочности. Для достижения этого необходимо уменьшить до предельно допустимого значения величину свободного перемещения дислокаций, локализовать передвижение дефектов кристаллического строения в пределах зерна (субзерна), минимизировать сток дефектов кристаллического строения на границы зерен, исключить межзеренное скольжение. Эти условия могут быть реализованы в дисперсно-упрочненных материалах.

Дисперсное упрочнение является эффективным методом повышения прочности материалов в интервале температур $0,6-0,9T_{пл}$ основы. В отличие от дисперсионно-упрочненных сплавов роль упрочняющих фаз в этом случае выполняют нано-/субмикроразмерные частицы термодинамически стабильных соединений, прежде всего оксидов, имеющих высокое

значение модуля сдвига, стойкие против коагуляции и роста при температурах, достигающих температуры плавления основы.

Дисперсно-упрочненный никель (ВДУ-1, ВДУ-2, TD-никель и DS-никель) является одним из основных материалов для производства тяжелонагруженных деталей, работающих при температуре выше $0,6T_{пл}$ основы, определяющих надежность, долговечность, коэффициент полезного действия энергетических установок. В этом случае фазами, вызывающими дисперсное упрочнение, служат оксиды ThO_2 , HfO_2 , Y_2O_3 в количестве до 3 %. Технология изготовления данных материалов включает получение дисперсно-упрочненной порошковой композиции с последующей переработкой ее в полуфабрикаты методами порошковой металлургии, включающей этапы брикетирования, спекания, горячее прессование (экструзия или прокатка). Для повышения механических свойств полуфабрикаты в дальнейшем подвергаются волочению, ротационной ковке, прокатке и др. Наиболее сложной и дорогостоящей операцией является получение порошковой дисперсно-упрочненной композиции. Для ее изготовления используются химические методы: химическое смешивание, разложение смеси солей, водородное восстановление из растворов, химическое осаждение из растворов [1]. Основными недостатками этих методов являются большая трудоемкость процесса, низкая чистота порошковой ком-

позиции, экологическая небезопасность, неуниверсальность.

Указанных недостатков лишена технология, основанная на реакционном механическом легировании, заключающаяся в обработке в механореакторе реакционноспособных порошковых систем, в процессе которой протекают механически активируемые фазовые и структурные превращения, приводящие к формированию гранулированной композиции со структурой основы субмикроструктурного типа, границы зерен и субзерен которой стабилизированы наноразмерными включениями упрочняющих фаз [2, 3]. Исходная шихта в этом случае наряду с порошком основы должна содержать порошки металла, имеющего высокое сродство к кислороду, и кислородосодержащее соединение с низкой термодинамической стабильностью. В этом случае в процессе обработки в механореакторе и на последующих технологических стадиях имеют место механически и термически активируемые фазовые и структурные превращения, одним из продуктов которых являются наноразмерные частицы оксида легирующего элемента, играющие роль упрочняющей фазы. Установлено, что в качестве последней в ряде случаев эффективен оксид алюминия Al_2O_3 [3–5]. В отличие от ThO_2 , HfO_2 и Y_2O_3 он является нетоксичным, а стоимость алюминия, входящего в его состав, на порядок ниже стоимости Th , Hf и Y .

Цель работы заключалась в изучении физико-химических процессов, протекающих на всех технологических стадиях получения механически легированных дисперсно-упрочненных никелевых материалов, и оптимизации состава исходной шихты.

Методика исследования

Технологический процесс получения механически легированных материалов включает следующие стадии: подбор исходных компонентов, обработка шихты в механореакторе на основе вибромельницы и получение механически легиро-

ванной гранулированной композиции, термическая обработка композиции или брикетов, изготовление полуфабрикатов горячим прессованием.

При использовании в качестве упрочняющей фазы, синтезирующейся в процессе реализации технологии, оксида Al_2O_3 в роли поставщика кислорода наиболее перспективны оксиды металлов, имеющие энергию Гиббса образования больше -250 кДж/моль атомов O . При этом энергия Гиббса механически и термически активируемых превращений, конечная реакция которых имеет вид:



составляет менее -300 кДж/моль атомов O [3]. Этому требованию удовлетворяют оксиды меди, кобальта, никеля, молибдена. С учетом недопустимости отрицательного влияния восстановленного металла на свойства и, прежде всего, жаропрочность материалов круг этих соединений ограничивается оксидами никеля Ni_2O_3 и молибдена MoO_3 .

В качестве исходных компонентов для получения сплавов служили стандартные порошки никеля ПНК–ОТ2 (ГОСТ 9722–79), алюминия ПА4 (ГОСТ 6058–73) и технически чистого оксида молибдена (VI). Основа – никелевый порошок ПНК–ОТ2, в виде примесей содержащий 0,2 % кислорода, находящегося связанным в оксиды никеля.

Механическое легирование осуществлялось в энергонапряженном механореакторе-вибромельнице при следующих параметрах процесса обработки: ускорение рабочих тел – 135 м·с⁻²; степень заполнения помольной камеры рабочими телами – 75 %; отношение объемов рабочих тел и шихты – 10; температура в помольной камере – 50 °С. Продуктом механического легирования являлась гранулированная композиция со средним размером частиц 63 мкм. Получение компактных материалов осуществлялось горячей экструзией холоднопрессованных брикетов, нагретых до 1150 °С. Ко-

эффицент вытяжки составлял 10. Температура нагрева прессового инструмента равнялась 550 °С. Продуктом экструзии являлись прутки диаметром 10 мм с плотностью, близкой к теоретической.

Количественный фазовый состав материалов определялся рентгеноструктурным анализом, который осуществлялся на дифрактометре «ДРОН-3» с применением монохроматизированного $\text{CoK}\alpha$ и $\text{CuK}\alpha$ излучения. Вторичная монохроматизация осуществлялась пиролитическим графитом с вращением образца в собственной плоскости. Дифрактометр оснащен системой автоматизации, включающей: аппаратную часть, предназначенную для автономной реализации на базе компьютера IBM PC всех функций управления гониометром и обслуживания процесса сбора данных; программную часть, содержащую пакет программ «WinDif» по обработке и анализу полученных данных. Для определения фазового состава материалов проводилась съемка полной рентгенограммы в непрерывном режиме с шагом по углу $0,1^\circ$. Интервал углов $2\theta = 20^\circ - 140^\circ$ выбирался с учетом нахождения линий предполагаемых фаз, включающих все линии карточек картотеки ASTM (электронная версия «PCPDFWIN 2,0»). Расшифровка фазового состава полученной рентгенограммы проводилась в программе «Crystallographica Search-Match» (Oxford) и включала: удаление фона (автоматически или по точкам); автоматическую разметку линий с удалением $K\alpha_2$ дублетов и расчетом характеристик пиков; выбором порога чувствительности (0–100 %) и ширины линий. Идентификация фазового состава проводилась в режимах: автоматического поиска эталонных образцов в полной базе данных «PCPDFWIN 2,0»; создания собственной базы данных в программе «Crystallographica Search-Match» по данным элементного состава, известной сингонии и др., значительно сужающей число эталонных карточек, позволяющей повысить точность и увеличить скорость индентирования рентгенограмм. Для расчета параметров тонкой структу-

ры использовался специальный пакет программ гармонического анализа профиля рентгеновской линии, позволяющий автоматизировать рентгенодифрактометрические исследования параметров тонкой структуры.

Для установления размера, формы и расположения фаз применялись стандартные методики электронной микроскопии. Этот метод исследования использовался также для определения количества фазы при ее объемном содержании менее 2 %.

Определение механических свойств проводилось на пропорциональных цилиндрических образцах с диаметром в рабочей части 5 мм и с начальной длиной 25 мм. Для проведения испытаний на растяжение при 200–1000 °С, а также испытаний на длительную прочность использовали пропорциональные цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 4,0 мм и с начальной расчетной длиной 20 мм. Испытания проводились на машинах «INSTRON» (Англия), «АИМА-25» и «ИР 5142-200-11» (Украина). Микротвердость исследовалась на микротвердомерах «Micromer-2» (Швейцария), «Indentec ZHV» (Германия) и «ПМТ-2» (Россия); твердость определялась по методам Бринелля, Виккерса и Роквелла.

Результаты исследования и их обсуждение

На первом этапе исследованы фазовые превращения, протекающие в базовых системах, на стадиях реакционно-механического легирования и последующей переработки полученной гранулированной композиции в полуфабрикаты (компактные материалы). Содержание легирующих компонентов, равновесный фазовый состав материалов и фазовые фактические составы механически легированной композиции и компактного материала приведены в табл. 1 и 2.

Равновесный фазовый состав сплавов получен на основе термодинамиче-

ских расчетов для адиабатических условий [6]. При его расчете учитывался ки-

слород, находящийся в никелевом порошке.

Табл. 1. Фазовый состав материалов, полученных из порошков Ni и Al

Содержание Al	Фазовый состав, %					
	равновесный	«фактический»				
		основа	Ni ₃ Al	Al _{0,9} Ni _{1,1}	Al ₂ O ₃	Al
<i>Механически легированная гранулированная композиция</i>						
2	Ni (1,7 % Al); Al ₂ O ₃ (0,8 %)	Ni (0,5% Al)	3	1	0,8	0,3
3	Ni (2,7 % Al); Al ₂ O ₃ (0,8 %)	Ni (1,0% Al)	4	3	0,8	0,5
6	Ni (4,3 % Al); Ni ₃ Al (10,5 %); Al ₂ O ₃ (0,8 %)	Ni (2,0% Al)	9	7	0,8	1,0
<i>Компактный материал</i>						
3	Ni (2,7 % Al); Al ₂ O ₃ (0,8 %)	Ni(2,0% Al)	5	–	1,0	0,2

Табл. 2. Фазовый состав материалов, полученных из порошков Ni, Al (3,0 %) и MoO₃ (7,4 %)

равновесный	Фазовый состав, %						
	«фактический»						
	основа	Al ₂ O ₃	Mo _{1,24} Ni _{0,76}	MoNi ₃	Al _{0,9} Ni _{1,1}	MoO ₃	Al
<i>Механически легированная композиция</i>							
Ni(4,9 % Mo); 5,7 % Al ₂ O ₃	Ni(Mo,Al)	3,5	4	–	2	3	0,5
<i>Компактный материал</i>							
Ni(4,9 % Mo); 5,7 % Al ₂ O ₃	Ni(Mo,Al)	5	–	2	–	0,5	0,2

На всех стадиях реализации технологии в той или иной мере в обрабатываемой композиции происходят фазовые и структурные превращения. Наибольшее развитие они получают при реакционном механическом легировании.

Механически активируемые превращения во всех случаях вызывают диспергирование зерен и субзерен и формирование упрочняющих фаз в дисперсном виде, стабилизирующих высокоразвитую поверхность раздела между элементами структуры. Фрагментирование приводит к уменьшению размера кристаллитов до значений, не превышающих десятых долей микрометра. Во всех случаях микродифракционная картина, полученная с материала, подвергнутого механическому легированию, является кольцевой с дис-

кретными рефлексами, что свидетельствует о нано- или субмикроструктурном типе структуры основы. По данным электронно-микроскопических исследований структуры размер зерен находится в пределах 50–100 нм, величина ОКР составляет 20–40 нм [7].

В материалах системы «Ni – Al» основными фазовыми превращениями при механическом легировании являются растворение алюминия в никеле и образование алюминидов никеля (Ni₃Al, Al_{0,9}Ni_{1,1}). Наличие алюминидов является основным отличием фактического фазового состава механически легированных композиций от равновесного. На растворение алюминия в никеле однозначно указывает изменение параметра кристаллической решетки основы. При-

чем с повышением содержания алюминия в исходной композиции параметр кристаллической решетки основы линейно возрастает (рис. 1, а), что однозначно указывает на увеличение концентрации алюминия в твердом растворе. Согласно [8] растворение 1 % алюминия в никеле приводит к увеличению параметра кристаллической решетки последнего примерно на 0,001 нм. Исходя из этого, концентрация алюминия в твердом растворе в механически легированных композициях с содержанием этого элемента, достигающем 6 %, не превышает

2 % (см. табл. 1), что значительно ниже его предельной растворимости при комнатной температуре, которая примерно составляет 3,8 % [9].

Механически синтезированные алюминиды никеля находятся в нанокристаллическом состоянии. По данным ПЭМ они имеют глобулярную форму с размером частиц не более 20 нм и равномерно распределены в основе [3], что обеспечивает высокий эффект дисперсионного упрочнения (табл. 3).

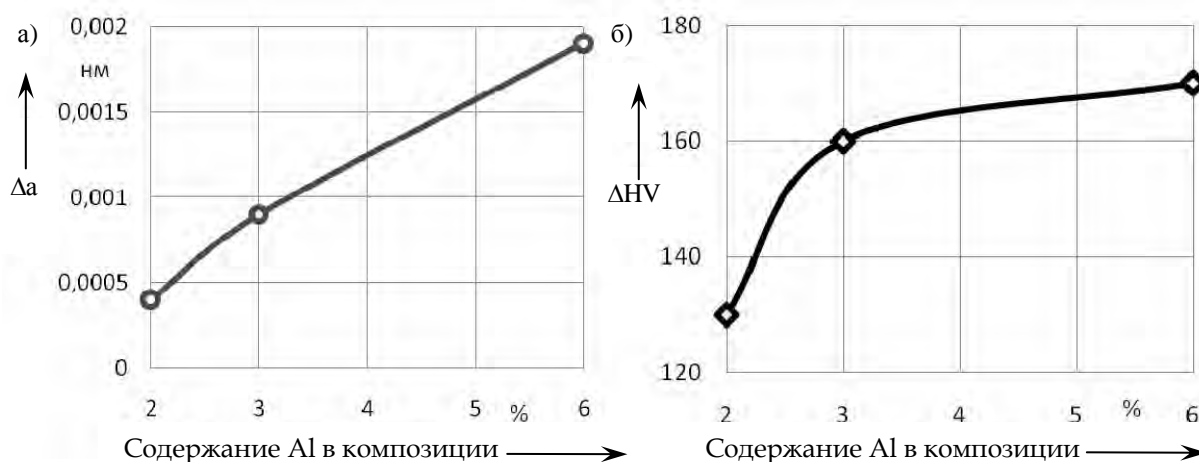


Рис. 1. Влияние количества алюминия в исходной композиции на изменение параметра кристаллической решетки (а) и на разность значений микротвердости у механически легированных композиций и композиций, подвергнутых дополнительному отжигу при 1100 °С (б)

Табл. 3. Влияние содержания легирующих компонентов на твердость гранулированных никелевых композиций

Легирующие компоненты, %		Твердость (HV) после	
Al	MoO ₃	механического легирования	механического легирования и отжига (1100 °С, 2 ч)
2	–	490	360
3	–	530	370
6	–	560	390
3	7	570	430

О его величине можно судить по разности значений микротвердости у механически легированных композиций и композиций, подвергнутых дополнитель-

ному отжигу при 1100 °С, после которого дисперсионное упрочнение полностью снимается, что вызвано коагуляцией и ростом интерметаллидов [10].

Как и следовало ожидать, с повышением концентрации алюминия в композиции, вызывающей увеличение содержания интерметаллидов, величина упрочняющего эффекта возрастает. При этом зависимость упрочнения от этого фактора близка к параболической (см. рис. 1, б). Относительно высокая твердость механически легированных композиций, подвергнутых отжигу при 1100 °С, обусловлена дисперсным упрочнением наноразмерными частицами Al_2O_3 , образующимися в результате механически и термически активируемого взаимодействия алюминия с кислородом, связанным в оксиды никеля, находящиеся в исходном порошке. Кроме того, поставщиком кислорода, участвующего в образовании оксидов алюминия, является первоначальная воздушная атмосфера изолированной помольной камеры. Теоретически содержание оксида Al_2O_3 определяется концентрацией кислорода в обрабатываемой системе, которая в композициях системы «Ni–Al» примерно одинакова и не превышает 1 %, что и обуславливает близкие значения их микротвердости после отжига при 1100 °С. Содержание оксида алюминия в механически легированных композициях, приведенное в табл. 1, получено расчетом. Наличие этой фазы в данном случае прямо не подтверждено. Это обусловлено тем, что как и в системах на основе других металлов, например, алюминия, меди, железа, механически синтезированные оксиды алюминия представляют собой рентгеноаморфные кластеры [3]. Термическая обработка механически легированных композиций при температурах выше $0,5T_{пл}$ основы приводит к некоторому росту и кристаллизации этой фазы, что позволяет фиксировать их рентгеноструктурным, электронографическим методами и просвечивающей электронной микроскопией. Последний способ применялся для оценки количества данной фазы.

Высокотемпературное термическое воздействие, достигающее 1150 °С и имеющее место при переработке гранулированных композиций в полуфабрикаты

(прутки), вызывает термодинамически разрешенные фазовые превращения. Наряду с вышеуказанной кристаллизацией Al_2O_3 имеет место увеличение концентрации алюминия в твердом растворе. При этом термодинамически неравновесная фаза $Al_{0,9}Ni_{1,1}$ исчезает. Однако равновесного состояния материал не достигает. Основным отличием фактического фазового состава компактного материала от равновесного является наличие алюминид никеля Ni_3Al и отдельных дисперсных включений алюминия. Алюминид никеля, образовавшийся в процессе реализации технологии, стоек против длительного термического воздействия и сохраняется после отжига при температурах, достигающих 1100 °С.

В комплексно-легированной композиции «Ni – Al (3,0 %) – MoO₃ (7,4 %)» основным механически активируемым превращением является взаимодействие алюминия с оксидом молибдена с образованием наноразмерных рентгеноаморфных кластеров оксидов алюминия и восстановление молибдена из оксида. На протекание этого процесса указывает наличие в механически легированной композиции фазы $Mo_{1,24}Ni_{0,76}$. Это соединение служило основой для определения количества механически синтезированного оксида Al_2O_3 , расчетная величина которого приведена в табл. 2. Наряду с участием алюминия в термодинамически выгодной реакции, вызывающей образование Al_2O_3 , часть его оказывается связанным в алюминид никеля $Al_{0,9}Ni_{1,1}$. Кроме того, присутствуют отдельные включения алюминия. Содержание непрореагировавшего MoO_3 составляет примерно 40 % от исходного. Основным отличием фактического фазового состава компактного материала от равновесного является наличие соединения Ni_3Mo и исходных компонентов MoO_3 и Al в количестве 6–7 % от первоначального.

Материалы, полученные по технологии, основанной на реакционном ме-

ханическом легировании, имеют структуру основы микрокристаллического типа со средним размером зерен не более 0,3 мкм, разделенных на блоки, величина которых менее 50 нм. Высокорастворимая граница зерен и субзерен основы стабилизирована в зависимости от состава материала синтезированными в процессе реализации технологии наноразмерными частицами Al_2O_3 и интерметаллидов (Ni_3Al , Ni_3Mo). Среднее значение величины первого не превышает 20 нм, вторых – 50 нм. Таким образом, в материалах, изготовленных из порошков никеля и алюминия, упрочняющими фазами являются алюминид никеля Ni_3Al и оксид Al_2O_3 . Содержание последнего не зависит от количества легирующей добавки и составляет примерно 1 %. В комплексно-легированной композиции основной упрочняющей фазой является оксид Al_2O_3 , дополнительной – интерметаллид Ni_3Mo .

Оптимизация состава материалов включала три этапа. На первом этапе ме-

тодом однофакторного эксперимента, целью которого являлось определение верхнего значения содержания легирующих компонентов в исходной шихте, изучено влияние количества алюминия и оксида алюминия, синтезирующегося в процессе получения материала, на механические свойства, включая твердость, пределы прочности при растяжении при комнатной температуре и при температурах 800 и 1000 °С, а также относительное удлинение. Влияние первого фактора исследовано на материале, полученном из порошков никеля и алюминия, второго – никеля, алюминия и MoO_3 . Как следует из данных (рис. 2), алюминий при его концентрации до 3 % существенно влияет на твердость и прочность. Дальнейшее увеличение его содержания с 3 до 6 % незначительно повышает эти характеристики, но приводит к снижению пластичности с 12 до 5 %.

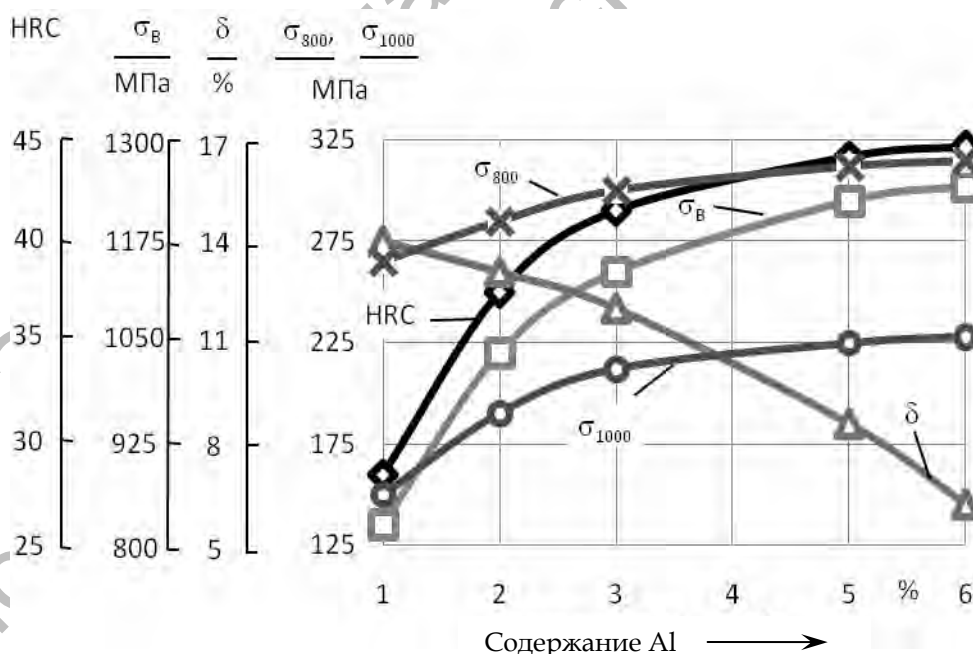


Рис. 2. Влияние содержания алюминия на свойства материалов, полученных из порошков никеля и алюминия

В комплексно-легированных материалах, полученных из шихты, содержа-

щей порошки никеля, алюминия и оксида молибдена, зависимость исследо-

ванных свойств от количества Al_2O_3 , изменяющегося в интервале от 1 до 4 %, близка к линейной (рис. 3). В этих сплавах соотношение между исходным содержанием легирующих компонентов в шихте соответствовало стехиометрически необходимому, исходя из полного взаимодействия между ними по реакции $2Al + MoO_3 \rightarrow Al_2O_3 + Mo$.

Отрицательное влияние Al_2O_3 на пластичность ограничивает верхнее значение его содержания в материале, которое не должно превышать 4 %. При этом относительное удлинение составляет 5 %.

Сравнение свойств первой и второй групп материалов (см. рис. 3 и 4) показы-

вает существенное превосходство последних по прочностным характеристикам при повышенных температурах, что обусловлено высокой, по сравнению с интерметаллидами, стойкостью против коагуляции и роста оксида Al_2O_3 . Исходя из этого, дальнейшие исследования по оптимизации состава выполнены на комплексно-легированных материалах, в которых основной упрочняющей фазой является оксид алюминия. При этом доля кислорода, вводимого с MoO_3 , изменялась от 0,5 до 2,0 относительно стехиометрически необходимого для связывания алюминия в оксид Al_2O_3 .

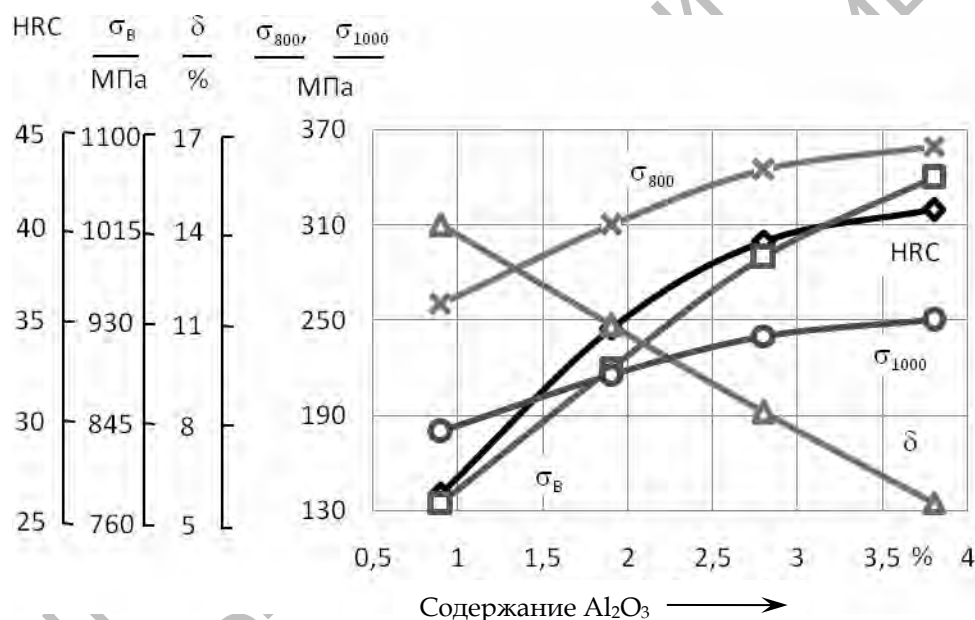


Рис. 3. Влияние количества Al_2O_3 на свойства материалов, полученных из порошков никеля, алюминия и MoO_3

Вторым и третьим этапом исследования являлось определение оптимального состава шихты для получения комплексно-легированного дисперсно-упрочненного никеля и описание области оптимума. Для решения этих задач применялось математическое планирование эксперимента (метод Бокса-Уилсона). При оптимизации наряду с факторами, определяющими состав шихты, учитывалась продолжительность процесса механического легирования. Это

обусловлено тем, что последний фактор в значительной мере определяет степень завершенности механически активируемых превращений. Параметрами оптимизации являлись пределы прочности при растяжении при 20 и 1000 °С и относительное удлинение. План реализации опытов и результаты эксперимента приведены в табл. 4.

В результате статистической обработки экспериментальных данных

(табл. 5) получены линейные модели зависимости исследуемых параметров от состава шихты и продолжительности механического легирования, адекватно представляющие эксперимент:

– предел прочности при растяжении σ_B^{20} , МПа

$$y_1 = 909 + 103x_1 + 49x_2 + 179x_3; \quad (1)$$

– относительное удлинение δ^{20} , %

$$y_2 = 11,6 - 2,4x_1 - 2,9x_2 - 2,9x_3; \quad (2)$$

– предел прочности при растяжении σ_B^{1000} , МПа

$$y_3 = 224 + 29x_1 + 31x_2 + 46x_3. \quad (3)$$

Согласно результатам крутого восхождения максимальные значения проч-

ности при комнатной температуре и при 1000 °С достигаются при близких условиях механического легирования. Исходя из минимально допустимого значения относительного удлинения, обеспечивающего надежность конструкционных материалов, составляющего 5 %, оптимальной является шихта следующего состава: Ni + Al (1,5 %) + MoO₃ (5,2 %). При этом продолжительность механического легирования должна составлять 14 ч. Материал оптимального состава характеризуется следующим комплексом механических свойств: предел прочности при растяжении – 1250 МПа; относительное удлинение – 5 %; предел прочности при растяжении при 1000 °С – 330 МПа.

Табл. 4. Оптимизация состава шихты комплексно-легированной композиции «Ni – Al – MoO₃» и времени механического легирования

Характеристика	Фикт. переменная	Фактор			Параметры оптимизации					
		Al, %	O, доля от стехиом.	t время обраб., ч	σ_B^{20} , МПа		δ^{20} , %		σ_B^{1000} , МПа	
Основной уровень		1	1	8						
Интервал варьирования (I)		0,5	0,5	4						
Верхний уровень		1,5	1,5	12						
Нижний уровень		0,5	0,5	4						
Код	x_0	x_1	x_2	x_3	y_1	y_1'	y_2	y_2'	y_3	y_3'
Основные опыты										
1(10)	+	-	-	-	560	570	21	20	120	130
2(11)	+	+	-	-	770	790	15	15	180	180
3(12)	+	-	+	-	670	690	14	14	180	180
4(13)	+	+	+	-	860	870	8	9	230	240
5(14)	+	-	-	+	950	930	13	12	200	210
6(15)	+	+	-	+	1130	1150	9	9	270	260
7(16)	+	-	+	+	1050	1030	8	8	280	270
8(17)	+	+	+	+	1280	1240	4	5	330	320
9(18)	+	0	0	0	890	900	11	12	210	220

Табл. 5. Результаты статистической обработки экспериментальных данных по оптимизации состава шихты комплексно-легированной композиции «Ni–Al–MoO₃» и времени механического легирования

Параметры	b_0	b_1	b_2	b_3	Sy_i^2	Δb_i	$S_{ад}^2$	$F_{0,05}^p$	$F_{0,05}^T$
σ_B^{20} , МПа	909	103	49	179	178	±7	497	2,8	4,95
δ^{20} , %	11,6	-2,4	-2,9	-2,9	0,28	±0,1	1,0	3,6	4,95
σ_B^{1000} , МПа	224	29	31	46	38	±3,3	70	1,8	4,95

Полное представление о влиянии состава шихты на механические свойства компактных материалов дает описание области оптимума. Для решения этой задачи реализован центральный композиционный ортогональный план второго порядка. Матрица планирования и результаты эксперимента приведены в табл. 6. В результате статистической обработки экспериментальных данных (табл. 7) получены математические модели, адекватно представляющие результаты экспериментов:

– предел прочности при растяжении σ_B , МПа

$$y_1 = 1208 + 26x_1 - 73x_2 - 18x_1x_2 - 63x_1^2 - 93x_2^2; \quad (4)$$

– относительное удлинение δ , %

$$y_2 = 4,92 - 1,65x_1 - 1,65x_2 + 0,25x_1x_2 + 0,66x_1^2 + 0,66x_2^2; \quad (5)$$

– предел прочности при растяжении при 1000 °С σ_B^{1000} , МПа

$$y_3 = 332 + 1,6x_1 - 25x_2 - 20x_1x_2 - 25x_1^2 - 45x_2^2. \quad (6)$$

В зависимости от состава исходной шихты механические свойства компактных материалов в области оптимума изменяются в следующем интервале: предел прочности при растяжении (σ_B^{20}) – 950–1250 МПа; относительное удлинение (δ^{20}) – 4–10 %; предел прочности при растяжении при 1000 °С (σ_B^{1000}) – 250–330 МПа. Дополнительные исследования показали, что механически легированный дисперсно-упрочненный никель обладает высокой стойкостью против длительного термического воздействия при температурах, достигающих 1200 °С. По значению изученных свойств созданные материалы превосходят аналоги (ВДУ-1, ВДУ-2, ТД-никель и DS-никель) в 1,3–1,5 раза.

Табл. 6. Матрица планирования и результаты эксперимента при описании области оптимума

Характеристика	Фикт. переменная	Фактор					Параметры оптимизации					
		основной		производные			σ_B , МПа		δ , %		σ^{1000} , МПа	
		А, %	О, доля от стехиом.									
Основной уровень		1,5	1,5									
Интервал варьирования (I)		0,5	0,5									
Верхний уровень		2,0	2,0									
Нижний уровень		1,0	1,0									
Код	x_0	x_1	x_2	x_1x_2	$x_1^1 = \frac{1}{\sqrt{3}}x_1^2 - 2/3$	$x_2^1 = \frac{1}{\sqrt{3}}x_2^2 - 2/3$	y_1	y_1'	y_2	y_2'	y_3	y_3'
Опыты												
1(10)	+1	-1	-1	+1	+1/3	+1/3	1080	1100	10	9	270	270
2(11)	+1	-1	+1	-1	+1/3	+1/3	970	960	6	6	250	260
3(12)	+1	+1	+1	+1	+1/3	+1/3	990	980	3	3	220	220
4(13)	+1	+1	-1	-1	+1/3	+1/3	1170	1170	6	6	320	310
5(14)	+1	+1	0	0	+1/3	-2/3	1170	1190	4	4	300	310
6(15)	+1	-1	0	0	+1/3	-2/3	1120	1130	7	7	310	310
7(16)	+1	0	+1	0	-2/3	+1/3	1040	1050	4	4	270	260
8(17)	+1	0	-1	0	-2/3	+1/3	1190	1170	7	7	300	320
9(18)	+1	0	0	0	-2/3	-2/3	1210	1190	5	4	340	330

Табл. 7. Результаты статистической обработки экспериментальных данных при описании области оптимума

Параметры	b_0'	b_0	b_1	b_2	b_{12}	b_{11}	b_{22}	$\Delta b_0'$	Δb_0
σ_B , МПа	1104	1208	26	-73	-18	-63	-93	± 8	$\pm 20,7$
δ	5,78	4,92	-1,65	-1,65	0,25	0,66	0,66	$\pm 0,0028$	$\pm 0,65$
σ^{1000}	286	332	1,6	-25	-20	-25	-45	$\pm 5,4$	$\pm 14,1$

Продолжение табл. 7

Параметры	Δb_i	Δb_{ij}	Δb_{ii}	S_y^2	$S_{ад}^2$	f_1	f_2	$F_{0,05}^{расч}$	$F_{0,05}^{табл}$
σ_B , МПа	$\pm 9,7$	$\pm 11,5$	± 17	111	154	9	3	1,39	3,9
δ	$\pm 0,25$	$\pm 0,36$	$\pm 0,54$	0,11	0,215	9	4	1,95	3,6
σ^{1000}	$\pm 6,6$	$\pm 7,9$	$\pm 11,3$	50	140	9	4	2,8	3,6

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Портной, К. И.** Дисперсно-упрочненные материалы / К. И. Портной, Б. Н. Бабич. – М. : Металлургия, 1974. – 200 с.

2. **Ловшенко, Г. Ф.** Теоретические и технологические аспекты создания наноструктурных механически легированных материалов на основе металлов / Г. Ф. Ловшенко, Ф. Г. Ловшенко. – Могилев : Белорус.-Рос. ун-т, 2005. – 264 с.

3. **Ловшенко, Г. Ф.** Наноструктурные механически легированные материалы на основе металлов : монография / Г. Ф. Ловшенко, Ф. Г. Ловшенко Б. Б. Хина ; под ред. д-ра техн. наук, проф. Ф. Г. Ловшенко. – Могилев : Белорус.-Рос. ун-т, 2008. – 679 с. : ил.

4. Получение, структура и свойства механически легированных наноструктурных никелевых материалов / Ф. Г. Ловшенко, Г. Ф. Ловшенко // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2009. – № 1. – С. 10–17.

5. **Ловшенко, Ф. Г.** Закономерности формирования фазового состава и структуры механически

легированных никелевых композиций / Ф. Г. Ловшенко, Г. Ф. Ловшенко // Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2008. – № 4. – С. 96–106.

6. **Ловшенко, Г. Ф.** Термодинамическое моделирование фазовых превращений при реакционном механическом легировании композиций на основе железа и никеля / Г. Ф. Ловшенко, Ф. Г. Ловшенко / Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2006. – № 4. – С. 109–118.

7. **Иванов, Ю. Ф.** Электронно-микроскопический анализ нанокристаллических материалов / Ю. Ф. Иванов, А. В. Пауль, Н. А. Конева // Физика металлов и металловедение. – 1991. – № 7. – С. 206–208.

8. **Хансен, М.** Структуры двойных сплавов / М. Хансен, К. Андерко. – М. : Metallurgizdat, 1962. – Т. 1–2.

9. **Massalski, T. B.** Binary Alloy Phase Diagrams / T. B. Massalski. – ASM, Materials Park, OH, 1990. – 1824 p.

10. **Гуляев, А. П.** Металловедение : учебник для вузов / А. П. Гуляев. – М. : Metallurgiya, 1986. – 544 с.

Белорусско-Российский университет
Материал поступил 03.04.2009

F. G. Lovshenko, G. F. Lovshenko
Optimization of mechanically alloyed
age-hardened nickel materials make-up

The article gives results of the research of phase and structural changes in Ni-Al-O, Ni-Al-Mo-O systems which progress at all technological stages of mechanically alloyed age-hardened nickel material production. The paper presents the information about influence of basic charge makeup on mechanical properties and its optimization.