

УДК 669.017

Ф. Г. Ловшенко, д-р техн. наук, проф., Г. Ф. Ловшенко, д-р техн. наук, доц.,  
З. М. Ловшенко, канд. техн. наук, доц.

## ОПТИМИЗАЦИЯ СОСТАВА МЕХАНИЧЕСКИ ЛЕГИРОВАННЫХ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ НИХРОМОВ

Приведены результаты исследований фазовых и структурных превращений, протекающих на всех технологических стадиях получения механически легированных дисперсно-упрочненных нихромов, данные по влиянию состава исходной шихты на механические свойства и результаты его оптимизации.

Дисперсно-упрочненные никелевые материалы наряду с жаропрочностью обладают относительно высокой жаростойкостью и стойкостью против коррозии. Уникальное сочетание свойств обусловило тот факт, что они в значительной мере определяют развитие таких отраслей, как авиастроение, космическая техника, энергетика. Эти материалы используют для производства камер сгорания, лопаток газовых турбин, стабилизаторов пламени и других деталей, работающих при температуре 1100–1300 °С. Большой интерес они представляют также в качестве конструкционных материалов для производства элементов теплозащитных панелей орбитальных космических кораблей многократного действия, подвергающихся аэродинамическому нагреву при входе в плотные слои атмосферы. Кроме того, материалы перспективны для изготовления трубопроводов и сосудов давления, работающих при высоких температурах в агрессивных средах [1]. Наряду с дисперсно-упрочненным никелем (ВДУ-1, ВДУ-2, TD-никель, DS-никель) разработаны никелевые сплавы, наиболее известным из которых является дисперсно-упрочненный нихром (TD-нихром), содержащий 20 % хрома. Легирование последним приводит к существенному повышению жаростойкости и коррозионной стойкости, а также прочности при температурах, достигающих 800 °С. При температурах выше 900 °С материалы с основой нихрома по прочности уступают никелевым [1]. Положительное влияние на прочность оказывает также легирование молибде-

ном, содержание которого может достигать 15 %. Однако введение этого элемента оказывает негативное влияние на жаростойкость. Максимальным уровнем прочностных свойств обладают материалы, в которых упрочнение дисперсными окисными частицами сочетается с упрочнением сложными интерметаллидными фазами, выделяющимися из пересыщенного твердого раствора при старении. К ним относится сплав IN-853 состава: Ni + 20 % Cr + 1 % Al + 2,5 % Ti + 0,07 % Zr + 0,007 % B + 1,3 % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Естественно, что усложнение состава матрицы и наличие значительного количества интерметаллидных выделений делают этот сплав труднодеформируемым. Повышение механических свойств сплавов с никель-хромовой матрицей может быть достигнуто и введением одного лишь алюминия в количестве, превышающем предельную растворимость, что также приводит к выделению  $\gamma'$ -фазы при старении. Технологичность сплава такова, что из него могут быть изготовлены листы [2].

Технология изготовления вышеприведенных материалов основана на использовании дисперсно-упрочненных композиций, полученных гидротермическими (химическими) методами. Упрочняющей фазой в этом случае являются оксиды тория, гафния или иттрия (ThO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) в количестве, как правило, не превышающем 3 %. Переработка дисперсно-упрочненной композиции в полуфабрикаты осуществля-

ется методами порошковой металлургии, включающей этапы брикетирования, спекания, горячего прессования (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. Основными недостатками химических технологий являются большая трудоемкость процесса, низкая чистота порошковой композиции, экологическая небезопасность, неуниверсальность.

Работы, проводимые в последнее время, доказали, что для производства дисперсно-упрочненных никелевых гранулированных (порошковых) композиций эффективен метод реакционного механического легирования, при котором наноразмерная упрочняющая фаза образуется прежде всего в результате механически активируемого взаимодействия между компонентами шихты – металлом, имеющим высокое сродство к кислороду, и кислородосодержащим соединением с низкой термодинамической стабильностью. В качестве первого перспективен алюминий, а второго – оксиды молибдена или никеля [3–4]. Технология получения полуфабрикатов из механически легированной композиции аналогична вышеприведенной. Имеющее место высокотемпературное воздействие активирует взаимодействие между компонентами термодинамически неравновесной механически легированной композиции и приближает фазовый состав к равновесному. Основной упрочняющей фазой в этом случае являются включения  $Al_2O_3$ , дополнительными фазами – интерметаллиды. Максимальная прочность как при комнатной температуре, так и при температурах, достигающих  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ , имеет материал, полученный из шихты, содержащей 1,4–1,6 % алюминия. Концентрация кислорода в исходной шихте должна в 1,2–1,3 раза превышать стехиометрически необходимое для связывания алюминия в оксид. Содер-

жание последнего в экструдированных полуфабрикатах составляет 2,2–2,6 %. По значению предела прочности в температурном интервале  $20\text{--}1000\text{ }^\circ\text{C}$  механически легированный дисперсно-упрочненный никель в 1,3–1,5 раза превосходит аналоги (ВДУ-1, ВДУ-2, TD-никель, DS-никель), но в 2–3 раза уступает им по величине относительного удлинения, которое находится в пределах 5–7 % [3–4]. В то же время процесс получения механически легированных дисперсно-упрочненных нихромов не изучен и оптимальный состав их не установлен.

В связи с этим цель данной работы заключалась в изучении физико-химических процессов, протекающих на всех технологических стадиях получения механически легированных дисперсно-упрочненных нихромов, и оптимизации состава исходной шихты.

#### **Методика исследования, материалы, приборы и оборудование**

В качестве исходных компонентов для получения сплавов служили стандартные порошки никеля ПНК-ОТ2 (ГОСТ 9722-79), алюминия ПА4 (ГОСТ 6058-73), железа ПЖ2Н2 (ГОСТ 9849-74), технически чистые порошки хрома и оксида молибдена ( $MoO_3$ ).

Применявшиеся в данной работе технологический процесс получения, оборудование, приборы и методика исследования свойств дисперсно-упрочненных механически легированных нихромов подобны использованному при изготовлении дисперсно-упрочненного никеля [4]. Отличием является более высокая энергонапряженность процесса обработки шихты в механореакторе, достигаемая увеличением ускорения рабочих тел до  $140\text{ м}\cdot\text{с}^{-2}$ . При этом продолжительность механического легирования составляла 12 ч.

### Результаты исследования и их обсуждение

Свойства материалов определяются типом структур, формирующихся на всех стадиях технологического процесса в результате протекания механически и термически активируемых фазовых и структурных превращений в композициях. Первым этапом работы являлось исследование фазовых превращений, выполненное на базовых композициях, включающих двойные (Ni–Cr, Ni–Al) и многокомпонентные (Ni–Cr–Al, Ni–Cr–MoO<sub>3</sub>, Ni–Al–MoO<sub>3</sub>, Ni–Cr–Al–MoO<sub>3</sub>) системы. В связи с тем, что в исходном никелевом порошке в виде примесей содержалось ≈ 0,2 % кислорода, деление композиций на двух- и многокомпонентные является в определенной мере условным. Равновесный фазовый состав, рассчитанный с использованием метода термодинамического моделирования [3], фазовый состав механически легированной гранулированной композиции и фазовый состав компактных материалов (полуфабрикатов) приведены в табл. 1.

Согласно равновесной диаграмме «Ni–Cr» никель и хром обладают ограниченной растворимостью друг в друге. Максимальная растворимость хрома в никеле достигает 46 %, а никеля в хrome – 35 %. При температурах ниже 590 °С в системе существует промежуточное со-

единение (сверхструктура) CrNi<sub>3</sub>. После обработки в механореакторе шихты, состоящей из порошков никеля ПНК-ОТ2 (80 %) и технически чистого хрома (20 %), рентгеноструктурным анализом установлено наличие двух фаз, представляющих собой твердые растворы на основе никеля и хрома. Растворение хрома в никеле приводит к уменьшению параметра решетки ГЦК с 0,35238 до 0,35149 нм, а никеля в хrome – к увеличению параметра решетки ОЦК с 0,28834 до 0,28925 нм; Δa/a в первом случае составляет 2,247·10<sup>-3</sup>, во втором – 3,155·10<sup>-3</sup>. Содержание в механически легированной композиции первой фазы равно 93 %, второй – 7 %. Основная фаза характеризуется следующими показателями: функция физического уширения β<sub>1/2</sub> равна 1,1184 рад, относительная среднеквадратическая микродеформация (ОСМД) – 3,370·10<sup>-3</sup>, плотность дислокаций в объеме кристалла – 6,7935·10<sup>11</sup> см<sup>-2</sup>. Распределение ОСМД в зависимости от расстояния в кристаллической решетке описывается степенной моделью, что указывает на блочное строение зерен. Высокая плотность дислокаций и микрокристаллический тип структуры, характеризующийся большой протяженностью зерен и субзерен, определяют высокую твердость гранулированной композиции, достигающей 500 HV.

Табл. 1. Фазовый состав исследованных материалов

Легирующий элемент (% масс.)	Фазовый состав		
	равновесный	механически легированной композиции	материала (полуфабриката)
Cr (20)	Ni(Cr), Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Cr), Cr(Ni), Cr	Ni(Cr), Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Cr
Al (3)	Ni(Al), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Al), Ni <sub>3</sub> Al, Ni <sub>1,1</sub> Al <sub>0,9</sub> , Al	Ni(Al), Ni <sub>3</sub> Al, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al
Cr (20); Al (3)	Ni(Cr,Al), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Cr,Al), Cr(Ni), Ni <sub>3</sub> Al, Ni <sub>1,1</sub> Al <sub>0,9</sub> , Cr, Al	Ni(Cr,Al), Ni <sub>3</sub> Cr, Ni <sub>3</sub> Al, Cr, Al
Cr (20); MoO <sub>3</sub> (7,4)	Ni(Cr,Mo), Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Cr,Mo), Cr(Ni), Ni <sub>0,76</sub> Mo <sub>1,24</sub> , Cr, MoO <sub>3</sub>	Ni(Cr,Mo), Ni <sub>3</sub> Cr, Ni <sub>3</sub> Mo, Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Cr, MoO <sub>3</sub>
Al (3); MoO <sub>3</sub> (7,4)	Ni(Mo), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Mo,Al), Ni <sub>0,76</sub> Mo <sub>1,24</sub> , Ni <sub>1,1</sub> Al <sub>0,9</sub> , Al, MoO <sub>3</sub>	Ni(Mo,Al), Ni <sub>3</sub> Mo, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al, MoO <sub>3</sub>
Cr (20); Al (3); MoO <sub>3</sub> (7,4)	Ni(Cr,Mo), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni(Cr,AlMo), Cr(Ni), Ni <sub>3</sub> Al, Ni <sub>1,1</sub> Al <sub>0,9</sub> , Ni <sub>0,76</sub> Mo <sub>1,24</sub> , Ni <sub>1,1</sub> Al <sub>0,9</sub> , Cr, Al, MoO <sub>3</sub>	Ni(Cr,AlMo), Ni <sub>3</sub> Cr, Ni <sub>3</sub> Mo, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Cr, Al, Mo

В равновесных условиях в системе «Ni–Al» алюминий растворяется в никеле в количестве 10 % и образует с ним ряд промежуточных и химических соединений  $Ni_3Al$ ,  $NiAl$ ,  $Ni_2Al_3$  и  $NiAl_3$ . После обработки в механореакторе шихты, состоящей из порошков никеля ПНК-ОТ2 (97 %) и алюминия ПА4 (3 %), в механически легированной композиции установлено наличие твердого раствора алюминия в никеле и алюминидов  $Ni_3Al$ ,  $NiAl$ . Растворение алюминия в никеле приводит к увеличению параметра решетки ГЦК с 0,35236 до 0,35392 нм;  $\Delta a/a$  составляет  $4,427 \cdot 10^{-3}$ . Фаза  $NiAl$  обеднена алюминием и описывается формулой  $Al_{0,9}Ni_{1,1}$ . Параметр решетки данного соединения (кубическая примитивная) равен 0,2881 нм. Содержание основной фазы – твердого раствора  $Ni(Al)$  – составляет 87 %, алюминидов  $Ni_3Al$  и  $NiAl$  – 4 и 9 % соответственно.

Основная фаза характеризуется следующими параметрами: функция физического уширения  $\beta_{1/2}$  равна 0,7746 рад, относительная среднеквадратическая микродеформация –  $2,158 \cdot 10^{-3}$ , плотность дислокаций в объеме кристалла –  $3,8824 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Распределение ОСМД в зависимости от расстояния в кристаллической решетке описывается степенной моделью.

Отличие установленного фазового состава от равновесного заключается в наличии в структуре избыточных фаз  $Ni_3Al$  и  $NiAl$ , которые, наряду с высокой плотностью дислокаций и блочным строением кристаллов, обуславливают высокое упрочнение гранулированной композиции – 520 HV.

В тройной системе «Ni–Cr(20 %)–Al(3 %)», как и в двойной «Ni–Cr(20 %)», основной фазой является твердый раствор хрома в никеле. Образование твердого раствора приводит к уменьшению параметра кристаллической решетки ГЦК с 0,35238 до 0,35161 нм. Количество этой фазы примерно равно 89 %. Наряду с твердым раствором хрома в никеле существует твердый раствор никеля в хrome с большим (0,28919 нм), чем у эталона

(0,28834 нм) параметром решетки, в количестве примерно 4 %. Как и в двойной системе «Ni–Al (3 %)», алюминий в данном случае связан в соединения с никелем  $Ni_3Al$  и  $NiAl$ . Причем фаза  $NiAl$  обеднена алюминием и описывается формулой  $Ni_{1,1}Al_{0,9}$ . Количество  $Ni_3Al$  и  $Ni_{1,1}Al_{0,9}$  составляет примерно 4 и 3 % соответственно. Расчетное содержание алюминия, связанного в алюминиды, составляет 1,4 %. Можно предположить, что большая часть оставшегося алюминия растворена в никеле, а также связана в наноразмерные рентгеноаморфные включения оксида, образующегося в результате взаимодействия легирующего элемента с кислородом шихты. Наиболее вероятными кислородосодержащими соединениями в шихте являются оксиды никеля. Зерна основы имеют блочное строение. Плотность дислокаций составляет  $8,3774 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Твердость гранул достигает 540 HV.

Введение в вышерассмотренные системы оксида  $MoO_3$ , являющегося поставщиком кислорода, необходимого для образования упрочняющих фаз – оксидов хрома и алюминия, усложняет физико-химические процессы, имеющие место в этих материалах.

Основным отличием фазового состава механически легированных никелевых композиций с  $MoO_3$  от систем без него является наличие во всех случаях соединения  $Ni_{0,76}Mo_{1,24}$ , образующегося в количестве 2–4 % при взаимодействии восстановленного из  $MoO_3$  молибдена с никелем. В минимальном количестве фаза  $Ni_{0,76}Mo_{1,24}$  находится в композиции без алюминия. Легирование последним увеличивает полноту протекания окислительно-восстановительной реакции, что повышает концентрацию восстановленного молибдена, наличие которого в шихте является необходимым условием образования  $Ni_{0,76}Mo_{1,24}$ . Развитие механически активируемых окислительно-восстановительных превращений в композиции определяет содержание фаз, вызывающих дисперсное

упрочнение материалов, – оксидов хрома и алюминия, представляющих собой наноразмерные рентгеноаморфные кластеры [3]. Повышение твердости и стойкости против отжига (табл. 2) композиций с

алюминием обусловлено большей завершенностью окислительно-восстановительного процесса. Температура рекристаллизации механически легированных композиций превышает 1100 °С.

Табл. 2. Твердость многокомпонентных гранулированных композиций на основе никеля

Легировующий компонент, %	Твердость (HV) после	
	механического легирования	механического легирования и отжига (1100 °С, 2 ч)
Cr(20); Al(3)	540	380
Al(3); MoO <sub>3</sub> (6)	570	430
Cr(20); MoO <sub>3</sub> (6)	510	330
Cr(20); Al(3); MoO <sub>3</sub> (8)	560	400

В механически легированных композициях электронной микроскопией во всех исследованных системах однозначно выявляются равномерно распределенные включения исходных компонентов шихты размером менее 0,1 мкм. Содержание их, как правило, не превышает 20 % от исходного [3].

После обработки в механореакторе основа материалов представляет собой неоднородные на субмикроструктурном уровне твердые растворы легировующих металлов (Cr и/или Al) в никеле и никеля в легирующих металлах или их промежуточные соединения (NiAl и Ni<sub>3</sub>Al), что и определяет основное термически активируемое превращение в матрице, заключающееся в протекании гомогенизации, но не достигающее ее. Так, в термически обработанных сплавах, содержащих Cr, наряду с твердым раствором этого элемента в никеле имеются наноразмерные включения промежуточного соединения (сверхструктуры) CrNi<sub>3</sub>. Последняя сформировалась в микрообъемах, представляющих собой после механического легирования твердый раствор никеля в хrome. В композициях с Al вместо двух фаз NiAl и Ni<sub>3</sub>Al после термического воздействия присутствуют включения только Ni<sub>3</sub>Al.

После термической обработки в структуре присутствуют механически и

термически синтезированные оксиды Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, вызывающие дисперсное упрочнение материала. Переход механически синтезированных оксидов из аморфного состояния в кристаллическое происходит при температурах выше 400 °С. Термически активируемые превращения наиболее интенсивно протекают при температурах более 800 °С. Гомогенизация твердого раствора основы практически завершается после отжига брикетов или горячепрессованных (экструдированных) материалов при температуре 1000 °С в течение 5 ч. Причем состав упрочняющих фаз Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni<sub>3</sub>Al, Ni<sub>3</sub>Mo сохраняется без изменения до температур не ниже 0,9T<sub>пл</sub> основы.

Горячее прессование термически обработанных брикетов, полученных холодным прессованием механически легированных композиций, не изменяет фазового состава материалов. Механически легированные дисперсно-упрочненные нихромы являются наноструктурными. Их основа состоит из зерен размером менее 0,3 мкм, разделенных на блоки, не превышающие 50 нм. Величина синтезовавшихся в процессе реализации технологии оксидов (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) менее 20 нм, алюминидов и никелидов (Ni<sub>3</sub>Al, Ni<sub>3</sub>Mo) – менее 40 нм. Плотность дислокаций в компактных материалах

находится в пределах  $10^9 - 10^{10} \text{ см}^{-2}$  [3, 4].

На втором этапе работы, целью которого является установление граничных концентраций легирующих компонентов, методом однофакторного эксперимента для многокомпонентных систем «Ni–Cr–Al (1 %)», «Ni–Cr (20 %) – Al», «Ni–Cr (20 %) – MoO<sub>3</sub>», «Ni–Cr–Al (1 %) – MoO<sub>3</sub> (2,1 %)», «Ni–Cr (20 %) – MoO<sub>3</sub> (2,1 %) – Al» исследовано влияние состава исходной шихты на механические свойства материалов; результаты приведены на рис. 1–5.

Анализ показывает, что введение в

шихту, состоящую из порошков никеля и алюминия (1 %), хрома в количестве 20 % приводит к возрастанию предела прочности при комнатной температуре ( $\sigma_B^{20}$ ) материала на 150 МПа (см. рис. 1). Перспективным для повышения как низко-, так и высокотемпературной прочности является легирование ни-хрома алюминием. Увеличение его содержания в шихте Ni–Cr (20 %) с 1 до 5 % вызывает увеличение предела прочности ( $\sigma_B^{20}$ ) на 280 МПа. Этот параметр при 800 и 1000 °С повышается на 70–80 МПа (см. рис. 2).

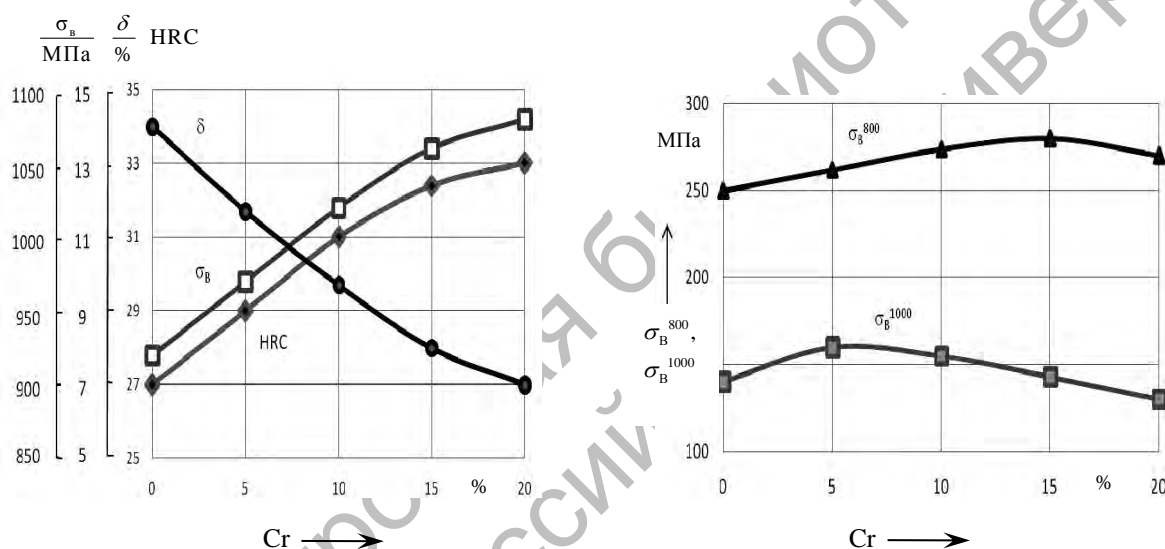


Рис. 1. Влияние содержания хрома в шихте системы «Ni–Cr–Al (1 %)» на механические свойства компактного материала

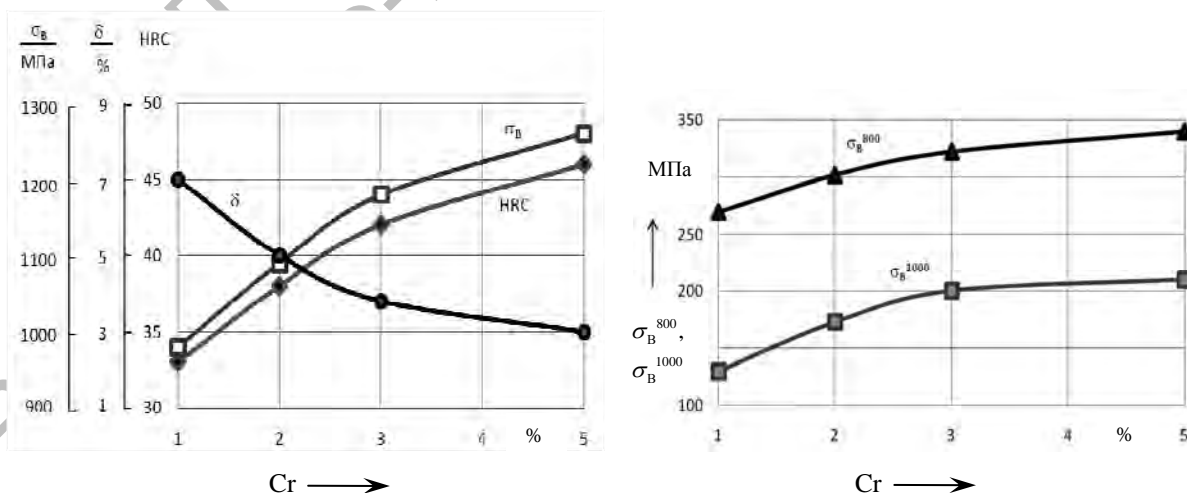


Рис. 2. Влияние содержания алюминия в шихте системы «Ni–Cr (20 %) – Al» на механические свойства компактного материала

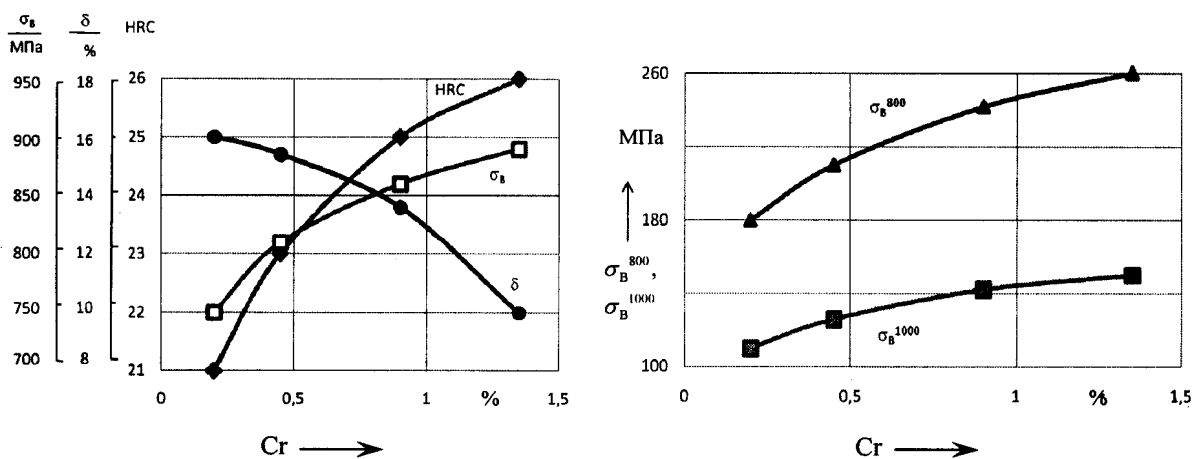


Рис. 3. Влияние содержания кислорода в шихте системы «Ni–Cr (20 %) – MoO<sub>3</sub>», вводимого с MoO<sub>3</sub>, на механические свойства компактного материала

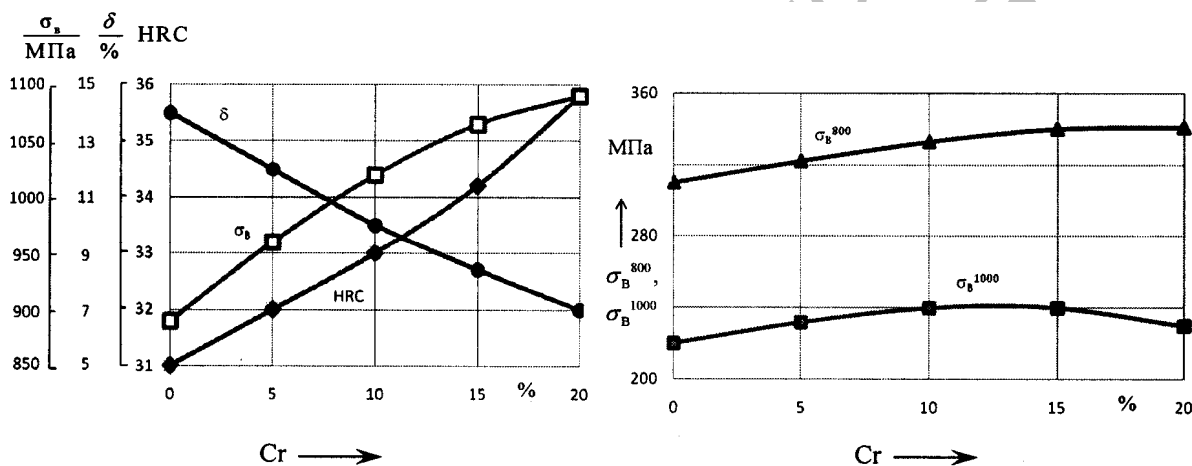


Рис. 4. Влияние содержания хрома в шихте системы «Ni–Cr–Al (1 %) – MoO<sub>3</sub> (2,1 %)» на механические свойства компактного материала

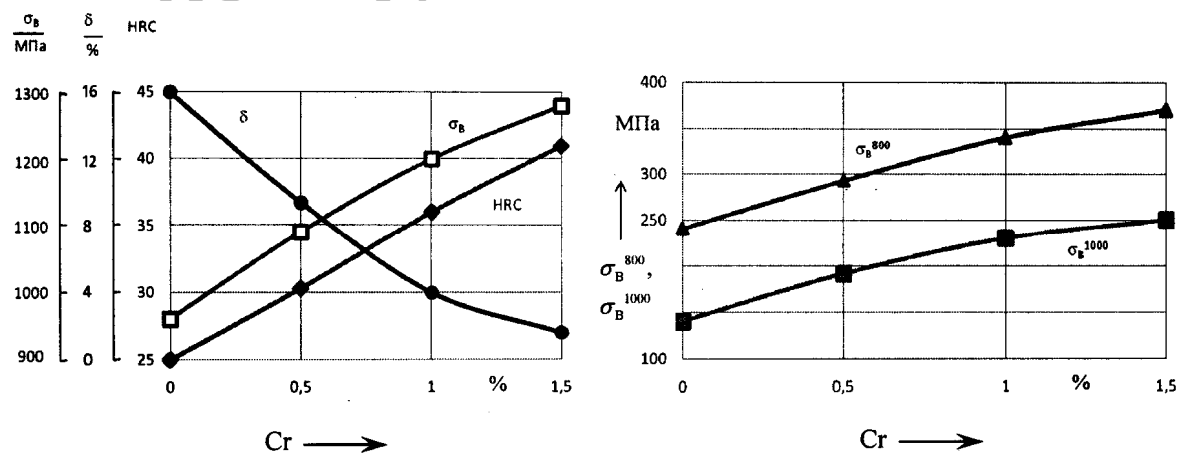


Рис. 5. Влияние содержания алюминия в шихте системы «Ni–Cr (20 %) – MoO<sub>3</sub> (2,1 %) – Al» на механические свойства компактного материала

Высокая эффективность легирования в системах с алюминием объясняется не твердорастворным, а дисперсионным упрочнением синтезированными в процессе реализации технологии неравновесными алюминидами  $Ni_3Al$ , находящимися в наноразмерном состоянии при температурах, превышающих  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ . Высокая стойкость против коагуляции и роста интерметаллидов в материалах, получаемых по технологии, основанной на реакционном механическом легировании, объясняется особенностями их структуры [3]. Этим объясняется положительное влияние легирования алюминием и на высокотемпературную прочность.

Зависимость высокотемпературной прочности ( $\sigma_B^{800}$ ,  $\sigma_B^{1000}$ ) от содержания хрома описывается кривой с максимумом, причем с увеличением температуры испытаний точка экстремума смещается в сторону меньшего содержания хрома [1]. Максимальное значение  $\sigma_B^{800}$  наблюдается при 15 %, а  $\sigma_B^{1000}$  – при 5 % хрома. При этом, в отличие от классических нихромов, введение хрома в никель в количестве до 15 % не оказывает негативного воздействия на высокотемпературную прочность материала. Отрицательное влияние растворенных элементов на высокотемпературную прочность компенсируется упрочняющим эффектом, вызванным наличием в структуре материалов синтезированных при реализации технологии наноразмерных включений оксидов  $Al_2O_3$  и  $Cr_2O_3$  и неравновесного интерметаллида  $Ni_3Al$ .

Минимальное количество  $Al_2O_3$  и  $Cr_2O_3$  определяется содержанием кислорода в исходном порошке основы (никеле) и может достигать 0,8 и 0,6 % соответственно. Введение в шихту кислорода, связанного в оксид  $MoO_3$ , приводящее к повышению количества термодинамически стабильных упрочняющих фаз  $Al_2O_3$  и  $Cr_2O_3$ , вызывает существенное упрочнение нихромов во всем исследованном температурном интервале (см. рис. 3–5). Упрочняющий эффект наиболее очевиден при комплексном легировании нихромов алюминием и  $MoO_3$  (см. рис. 4). В

этом случае основным упрочняющим оксидом является  $Al_2O_3$ , который по сравнению с  $Cr_2O_3$  обладает большей термодинамической стабильностью и величиной модуля сдвига. Исходя из минимально допустимого значения относительного удлинения, обеспечивающего надежность конструкционных материалов, составляющего 5 %, максимальное содержание в исходной шихте алюминия и кислорода не должно превышать 1,3 и 1,2 % соответственно. Положительное влияние на прочность, вызванное введением в шихту  $MoO_3$ , повышается с увеличением температуры испытаний (см. рис. 3–5). Сравнение данных, приведенных на рис. 2 и 4, показывает, что добавка в композицию, состоящую из порошков Ni–Cr (20 %) – Al (1 %), оксида молибдена в количестве 2,1 %, обеспечивающую, исходя из условий стехиометрии, полное связывание алюминия в  $Al_2O_3$ , приводит к повышению предела прочности при 20, 800 и 1000  $^\circ\text{C}$  на 100, 80 и 105 МПа соответственно.

Следует отметить, что легирование нихромов алюминием и кислородом повышает их жаростойкость и позволяет снизить концентрацию хрома до 10 %.

Полученные результаты явились основой для оптимизации математическим планированием эксперимента (метод Бокса-Уилсона) состава механически легированных дисперсно-упрочненных нихромов. Параметрами оптимизации являлись пределы прочности при растяжении при температурах 20, 800 и 1000  $^\circ\text{C}$  ( $\sigma_B^{20}$ ,  $\sigma_B^{800}$ ,  $\sigma_B^{1000}$ ) и относительное удлинение при 20  $^\circ\text{C}$ ; независимыми переменными – содержание в шихте алюминия, кислорода и хрома. Матрица планирования эксперимента, средние значения параметров, полученные из двух параллельных опытов, и результаты статистической обработки экспериментальных данных приведены в табл. 3 и 4.



Табл. 3. Матрица планирования по оптимизации состава шихты комплексно-легированной композиции «Ni–Al–Cr–O»

Характеристика	Фиктивная переменная	Факторы			Параметры оптимизации			
		Al, %	O, %	Cr, %	$\sigma_B^{20}$ , МПа	$\delta^{20}$ , %	$\sigma_B^{800}$ , МПа	$\sigma_B^{1000}$ , МПа
Основной уровень		1,0	0,90	15				
Интервал варьирования (I)		0,5	0,45	5				
Верхний уровень		1,5	1,35	20				
Нижний уровень		0,5	0,45	10				
Код	$x_0$	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$y_1$	$y_2$	$y_3$	$y_4$
Основные опыты								
1(10)	+	–	–	–	875	15,0	255	210
2(11)	+	+	–	–	1070	8,5	320	260
3(12)	+	–	+	–	985	11,0	300	225
4(13)	+	+	+	–	1175	3,5	360	270
5(14)	+	–	–	+	970	13,0	280	180
6(15)	+	+	–	+	1140	5,5	340	230
7(16)	+	–	+	+	1025	9,0	320	205
8(17)	+	+	+	+	1235	2,5	365	250
9(18)	+	0	0	0	1040	7,5	310	220

Табл. 4. Результаты статистической обработки экспериментальных данных по оптимизации состава шихты комплексно-легированной композиции «Ni–Al–Cr–O»

Параметры	$b_0$	$b_1$	$b_2$	$b_3$	$S_{y_i}^2$	$\Delta b_i$	$S_{ад}^2$	$F_{0,05}^p$	$F_{0,05}^r$
$\sigma_B^{20}$ , МПа	1055	88,75	47,5	31,25	783	$\pm 17$	268	0,34	4,9
$\delta^{20}$ , %	8,6	-3,4	-1,7	-1,1	0,59	$\pm 0,4$	0,63	1,1	4,9
$\sigma_B^{800}$ , МПа	317,5	28,8	18,8	8,8	144	$\pm 6,6$	43	0,3	4,9
$\sigma_B^{1000}$ , МПа	228,7	23,7	8,8	-12,5	211	$\pm 7,7$	27	0,2	4,9

В результате статистической обработки экспериментальных данных (см. табл. 3 и 4) получены линейные модели зависимости исследуемых параметров от состава шихты адекватно представляющие эксперимент:

– предел прочности при растяжении при 20 °С ( $\sigma_B^{20}$ , МПа)

$$y_1 = 1055 + 88,75x_1 + 47,5x_2 + 31,25x_3; \quad (1)$$

– относительное удлинение при 20 °С ( $\delta^{20}$ , %)

$$y_2 = 8,6 - 3,4x_1 - 1,7x_2 - 1,1x_3; \quad (2)$$

– предел прочности при растяжении при 800 °С ( $\sigma_B^{800}$ , МПа)

$$y_3 = 317,5 + 28,8x_1 + 18,8x_2 + 8,8x_3; \quad (3)$$

– предел прочности при растяжении при 1000 °С ( $\sigma_B^{1000}$ , МПа)

$$y_4 = 228,7 + 23,7x_1 + 8,8x_2 - 12,5x_3. \quad (4)$$

Переменные  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_3$  являются кодированными значениями содержания алюминия, кислорода и хрома соответственно.

При установлении оптимального состава материала наряду с прочностью учитывалась пластичность. В качестве характеристики последней принято относительное удлинение, минимальное значение которого ограничено 5 %. Крутое восхождение по градиенту линейных моделей (1)–(4) позволило установить, что для получения механически легированного дисперсно-упрочненного ни-

хрома, обладающего высоким значением как низко-, так и высокотемпературной прочности, исходный состав шихты должен содержать 1,2 % алюминия, 1,1 % кислорода и 15 % хрома. При этом разработанный материал характеризуется следующим комплексом свойств:  $\sigma_B^{20} = 1110$  МПа,  $\delta_B^{20} = 6$  %;  $\sigma_B^{800} = 340$  МПа,  $\sigma_B^{1000} = 240$  МПа. Он по прочности при температурах 20, 800 и 1000 °С в 1,3, 1,4 и 1,7 раза соответственно превосходит классический, но в 2–3 раза уступает ему по величине относительного удлинения.

### Выводы

1. При реализации технологии получения дисперсно-упрочненных нихромов, основанной на реакционном механическом легировании в системах «Ni–Cr–Al», «Ni–Cr–MoO<sub>3</sub>», «Ni–Cr–Al–MoO<sub>3</sub>», активно протекают механически и термически активируемые структурные и фазовые превращения, вызывающие растворение компонентов друг в друге, образование интерметаллидов и оксидов.

2. В механически легированном нихроме дисперсное упрочнение сочетается с дисперсионным, сохраняющимся до температур свыше 1000 °С, что обусловлено особенностями строения материалов, имеющих микрокристаллический тип структуры с размером зерен менее 0,3 мкм, разделенных на блоки величиной не более 50 нм, характеризующийся большой поверхностью границ зерен и субзерен, стабилизированной наноразмерными включениями оксидов и интерметаллидов.

3. Перспективной упрочняющей

фазой является оксид алюминия Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, синтезирующийся в результате протекания окислительно-восстановительной реакции между алюминием и оксидами молибдена и никеля.

4. Для получения механически легированного дисперсно-упрочненного нихрома, обладающего высоким значением как низко-, так и высокотемпературной прочности, исходный состав шихты должен содержать 1,2 % алюминия, 1,1 % кислорода и 15 % хрома; разработанный материал имеет следующий комплекс свойств:  $\sigma_B^{20} = 1110$  МПа,  $\delta_B^{20} = 6$  %;  $\sigma_B^{800} = 340$  МПа,  $\sigma_B^{1000} = 240$  МПа и по прочности при температурах 20, 800 и 1000 °С в 1,3, 1,4 и 1,7 раза соответственно превосходит классический, но в 2–3 раза уступает ему по величине относительного удлинения.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Композиционные материалы: справочник / Под ред. Д. М. Карпиноса. – Киев : Наукова думка, 1985. – 592 с.
2. Портной, К. И. Композиционные материалы на никелевой основе / К. И. Портной, Б. Н. Бабич, И. Л. Светлов. – М. : Металлургия, 1979. – 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. Ловшенко, Ф. Г. Оптимизация состава механически легированных дисперсно-упрочненных никелевых материалов / Ф. Г. Ловшенко, Г. Ф. Ловшенко // Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2009. – № 3. – С. 110–120.

Белорусско-Российский университет  
Материал поступил 04.03.2009

F. G. Lovshenko, G. F. Lovshenko, Z. M. Lovshenko  
Optimization of the compound of mechanically  
alloyed dispersion-strengthened nickel-and-chromes

Given in the paper are the results of studies of phase and structural transformations taking place at all production stages of making mechanically alloyed dispersion-strengthened nickel-and-chromes as well as information on the influence of the initial mixture on mechanical properties and its optimization.