

соотношений следует, что использование волок с оптимальными углами обеспечивает наименьшие значения показателя  $k$ .

пользовании стандартного инструмента; показатель напряженного состояния в осевой части зоны деформации.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для правильных многогранных профилей получены соотношения, позволяющие определить: напряжение волочения; угол канала волочильного инструмента, обеспечивающий наилучшие энергосиловые параметры процесса волочения; предельное значение степени деформации при ис-

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Перлин И.Л., Ерманок М.З.* Теория волочения. М.: Металлургия, 1971.
2. *Джонсон У., Меллор П.* Теория пластичности для инженеров. М.: Машиностроение, 1979.
3. *Колмогоров В.Л.* Напряжения, деформации, разрушение. М.: Металлургия, 1970.

УДК 669.24'71

## ИССЛЕДОВАНИЕ СПЛАВОВ $Ni_3Al-Fe$ МЕТОДАМИ ИЗМЕРЕНИЯ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ И ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

© 2013 г. С.В. Лепихин, Н.Н. Степанова

Уральский федеральный университет (УрФУ)  
им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург  
Институт физики металлов (ИФМ) УрО РАН, г. Екатеринбург

Методами измерения удельного электросопротивления и дифференциального термического анализа исследована серия тройных сплавов  $Ni_3Al$ , легированных железом. Определены температуры фазовых превращений и начала разупорядочения. В жидком состоянии на политермах электросопротивления наблюдается явление гистерезиса при нагреве изучаемых сплавов до критической температуры.

**Ключевые слова:** интерметаллическое соединение  $Ni_3Al$ , легирование, фазовые превращения, разупорядочение, расплав, гистерезис, критическая температура, удельное электросопротивление, дифференциальный термический анализ.

A series of iron-alloyed  $Ni_3Al$  triple alloys have been investigated by the electrical resistivity measurement and differential thermal analysis. Phase transformation and softening temperatures are found. In heating the investigated alloys to the critical temperature, the hysteresis phenomenon is observed in liquid state in the resistivity polyterms.

**Key words:**  $Ni_3Al$  intermetallic compound, alloying, phase transformations, disordering, melt, hysteresis, critical temperature, electrical resistivity, differential thermal analysis.

Интерметаллическое соединение на основе  $Ni_3Al$  ( $\gamma'$ -фаза) является основной упрочняющей фазой литейных жаропрочных никелевых сплавов, представляющих важную группу высокопроч-

ных материалов, используемых при изготовлении наиболее ответственных деталей газотурбинных двигателей [1, 2]. В настоящее время разработаны и применяются в промышленности сплавы типа

**Лепихин С.В.** – канд. техн. наук, доцент кафедры безопасности жизнедеятельности УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). Тел.: (343) 375-47-84. E-mail: lepichin@mail.ru.

**Степанова Н.Н.** – докт. физ.-мат. наук, вед. науч. сотр. ИФМ УрО РАН (620991, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18). Тел.: (343) 378-37-11. E-mail: snn@imp.uran.ru.

ВКНА на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (90 % интерметаллидной фазы), например [3].

Соединение  $\text{Ni}_3\text{Al}$  упорядочено по типу  $L1_2$  и существует в узком интервале концентраций вблизи 25 ат.% Al. Особенностью его является способность растворять практически все переходные элементы в различном сочетании. Легирование сплава по типу замещения расширяет область существования  $\gamma'$ -фазы [2], приводит к существенному изменению характера и температурных интервалов фазовых и структурных превращений в системе  $\text{Ni}_3\text{Al}-X$  [4].

Практическое применение в качестве жаропрочного конструкционного материала требует устранения интеркристаллитной хрупкости, свойственной сплаву  $\text{Ni}_3\text{Al}$  в поликристаллическом состоянии. Железо рассматривается в качестве возможного пластификатора [5].

Сплавы  $\text{Ni}_3\text{Al}-\text{Fe}$  представляют интерес для изучения не только с технологической, но и с физической точки зрения. Растворимость железа в  $\gamma'$ -фазе существенно зависит от соотношения концентраций атомов никеля и алюминия. Химическая активность атомов железа и никеля близка, железо способно образовывать интерметаллическую фазу  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . Все это приводит к тому, что атомы железа могут замещать позиции атомов как никеля, так и алюминия [2]. С этой точки зрения система  $\text{Ni}_3\text{Al}-\text{Fe}$  может выступать в качестве модельной для легированных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

Интерметаллид  $\text{Ni}_3\text{Al}$  имеет высокую степень дальнего порядка, близкую к единице, сохраняющуюся при нагреве до 1330 °С. Выше этой температуры начинается разупорядочение. В твердом состоянии для сплава стехиометрического состава ( $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{25}$ ) температура полного разупорядочения ( $t_c$ ) не достигается. В то же время легирование переходными элементами, такими, как железо, хром и марганец, по мере роста их концентрации способствует переходу от свойств интерметаллида к свойствам упорядочивающегося сплава: величина  $t_c$  может регистрироваться в твердом состоянии [6].

Как правило, рассеяние электронов на неоднородностях решетки в твердом растворе уменьшается при его упорядочении. Величина удельного электросопротивления ( $\rho$ ) ниже в упорядоченной области, а уменьшение степени дальнего порядка  $S$  сопровождается ростом  $\rho$ . Например, такая зависимость  $\rho(t)$  наблюдается в упорядочивающемся соединении  $\text{Cu}_3\text{Au}$  ( $L1_2$ ) [7]. Для  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , наоборот, при снижении  $S$  характерно резкое падение электросо-

противления (коэффициент  $d\rho/dt$  отрицателен). Это явление наблюдается не только для упорядоченного соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , но и для ряда других интерметаллических сплавов и связано с особенностями их электронного спектра [8].

Для сплава  $\text{Ni}_3\text{Al}$  температурой начала разупорядочения ( $t_d$ ) является та, после которой удельное электросопротивление начинает понижаться. В том случае, когда структура сплава состоит из интерметаллида ( $\gamma'$ -фаза) и твердого раствора на основе никеля ( $\gamma$ -фаза), возможно совпадение процессов растворения  $\gamma'$ -фазы и начала разупорядочения. Растворение  $\gamma'$ -фазы также сопровождается падением удельного электросопротивления. Различить эти процессы можно путем сопоставления данных дифференциального термического анализа (ДТА) и измерения электросопротивления: на политерме  $\rho$  присутствуют обе эти температуры (т.е. начала разупорядочения и растворения  $\gamma'$ -фазы), а на кривой ДТА — только температура, связанная с растворением.

На диаграммах состояния температура начала разупорядочения, как правило, не наносится, но для сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  она является одной из важнейших характеристик, определяющей рабочие температуры изделий.

Условия эксплуатации предъявляют высокие требования к фазовой и структурной стабильности жаропрочных сплавов. Повышение стабильности определяет долговечность и надежность работы изделий из жаропрочных сплавов. Одним из методов повышения стабильности является высокотемпературная обработка расплава (ВТОР). Сущность ВТОР заключается в нагреве расплава до некоторой температуры  $t_k$ , выдержке при этой температуре и последующем охлаждении до температуры разлива (после выдержки осуществляется выпуск расплава из тигля). Применение ВТОР существенно влияет на структуру сплавов в твердом состоянии. В результате возрастает уровень механических свойств и увеличивается выход годного [9].

Ранее проводилось исследование интерметаллидов  $\text{Ni}_3\text{Al}-\text{Fe}$  [10], которое позволило выявить ряд интересных закономерностей, но вместе с тем возникли новые задачи. Изучение влияния легирования на кинетику процессов разупорядочения—упорядочения и критическую температуру в жидком состоянии не проводилось.

Цель настоящей работы состояла в определении температур фазовых и структурных превраще-

Химический состав и критические точки фазовых превращений интерметаллических сплавов Ni<sub>3</sub>Al–Fe

№	Состав сплава Ni–Al–Fe, ат. %	$t_S-t_L, ^\circ\text{C}$			$t_{\text{ф.п.}}, ^\circ\text{C}$		$t_a, ^\circ\text{C}$	$t_k, ^\circ\text{C}$
		Нагрев по ДТА	Нагрев по $\rho$	Охлаждение по $\rho$	Нагрев по ДТА	Нагрев по $\rho$	Нагрев по $\rho$	По $\rho$
Замещение позиций атомов алюминия								
1	75–22–3	1318–1374	1325–1380	1340–1365	1200 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	1190 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	1220	1780
2	75–20–5	1319–1389	1315–1390	1290–1365	716 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	–	1080	1745
3	75–18–7	1349–1391	1335–1405	–	721 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	–	1090	–
Замещение позиций атомов алюминия и никеля одновременно								
4	73–23–4	1317–1376	1315–1390	1290–1325	1285 $\gamma' \rightarrow \gamma + \gamma'$	1275 $\gamma' \rightarrow \gamma + \gamma'$	1170	1610
5	71–21–8	1323–1367	1300–1375	–	1249 $\gamma' \rightarrow \gamma + \gamma'$	1265 $\gamma' \rightarrow \gamma + \gamma'$	1005	–
Замещение позиций атомов никеля								
6	73–25–2	1317–1383	1330–1370	1305–1355	1196 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \beta$	–	1180	1575
7	71–25–4	1321–1369	1310–1380	1285–1355	1079 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	1070 $\gamma' \rightarrow \gamma' + \gamma$	1100	1640
1292 $\gamma' + \gamma \rightarrow \gamma' + \gamma + \beta$ $\gamma' + \gamma + \beta \rightarrow \gamma + \beta$								
Примечание: $t_S-t_L$ – интервалы плавления и кристаллизации, $t_{\text{ф.п.}}$ – температура фазового превращения в твердом состоянии, $t_a$ и $t_c$ – температуры начала и конца разупорядочения $\gamma'$ -фазы, $t_k$ – критическая температура нагрева расплава. Точность измерения температуры для $\rho(t)$ составляет $\pm 10^\circ\text{C}$ , для ДТА $\pm 3^\circ\text{C}$ .								

ний в жидком и твердом состояниях серии сплавов Ni<sub>3</sub>Al–Fe различного состава в пределах области гомогенности  $\gamma'$ -фазы.

Образцы получали методом вакуумной дуговой плавки в отделе прецизионной металлургии ИФМ УрО РАН. В соответствии с данными работы [11], литые поликристаллические образцы отжигали при температуре 1100 °С в течение 100 ч. Состав исследованных сплавов Ni<sub>3</sub>Al–Fe, по данным химического анализа, приведен в таблице – во всех случаях он находился в пределах области гомогенности  $\gamma'$ -фазы по изотермическому разрезу при 1100 °С, приведенному в работе [2].

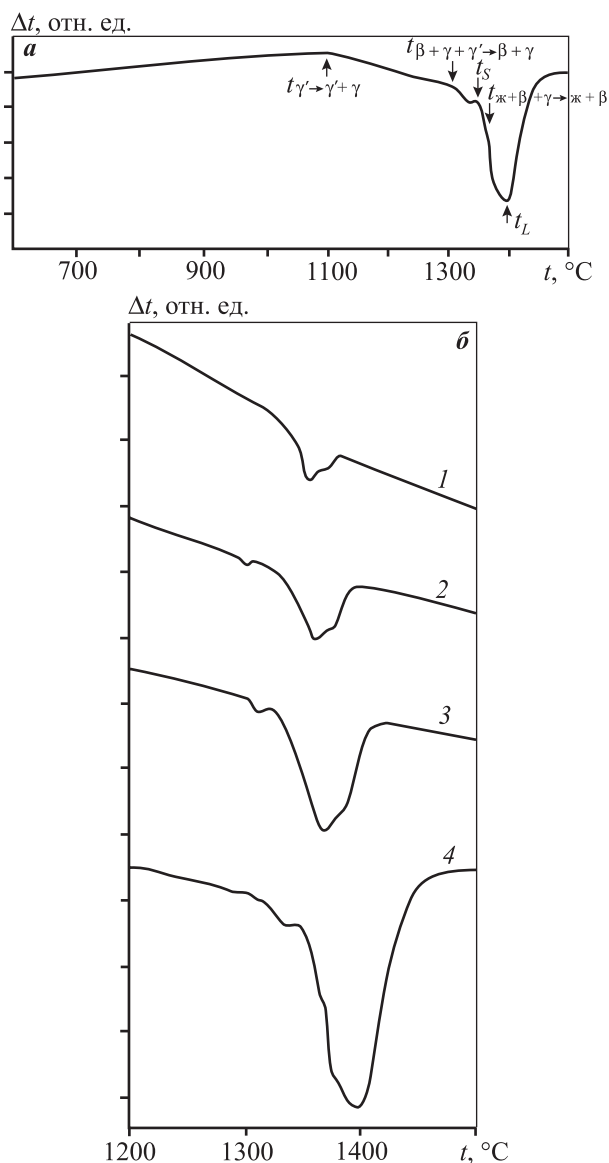
Температурные зависимости удельного электро-сопротивления получены бесконтактным методом [12]. Особенности, связанные с процессами упорядочения, появляются на кривых  $\rho(t)$  при высоких

температурах. Поэтому измерения  $\rho(t)$  проведены в интервале от 900 °С и выше, включая жидкое состояние.

Дифференциальный термический анализ проводили на модернизированном дифференциальном термоанализаторе ВДТА-8МЗ при нагреве со скоростями  $V = 20, 40$  и  $80^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Для получения температур переходов, соответствующих равновесным, выполнялась экстраполяция полученных результатов на скорость  $0^\circ\text{C}/\text{мин}$  [13].

Значения температур фазовых переходов, отмеченные на кривых и ДТА, и электросопротивления, сведены в таблицу. Данные обоих методов хорошо согласуются между собой.

Для примера на рис. 1, а приведена кривая ДТА сплава Ni<sub>71</sub>Al<sub>25</sub>Fe<sub>4</sub>, полученная при  $V = 80^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Следует отметить, что чем выше скорость нагрева,



**Рис. 1.** ДТА-кривые сплава  $\text{Ni}_{71}\text{Al}_{25}\text{Fe}_4$  при различных скоростях нагрева  
 а –  $V = 80$  °C/мин; б –  $V = 10$  (1), 20 (2), 40 (3) и 80 (4) °C

тем больше перегрев. Кривые ДТА для разных скоростей нагрева показаны на рис. 1, б. Более высокие скорости регистрации повышают чувствительность метода, что позволяет обнаружить слабовыраженные переходы (см. рис. 1, б).

Удельное электросопротивление всех изученных сплавов с повышением температуры монотонно увеличивается, затем снижается, после чего снова возрастает. Характерная зависимость на примере сплава  $\text{Ni}_{71}\text{Al}_{25}\text{Fe}_4$  представлена на рис. 2. Аналогичный ход  $\rho(t)$  интерметаллических сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  получен в работе [14].

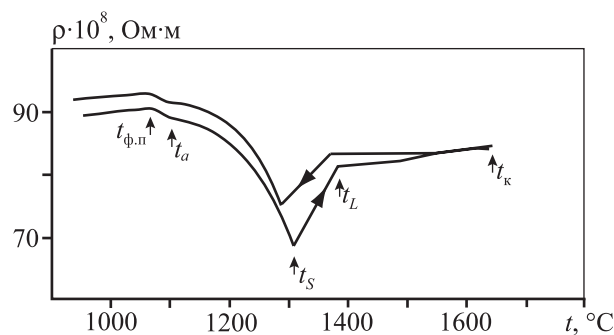
Для сплавов, в которых атомы железа замещают алюминий, уменьшение величины  $\rho$  при нагреве в твердом состоянии связано с растворением  $\gamma'$ -фазы при температурах ниже  $t_a$ .

Сплавы, в которых атомы железа замещают позиции никеля и алюминия, отличаются от предыдущей группы тем, что однофазное  $\gamma'$ -состояние сохраняется до высоких температур. Поэтому на политермах сначала фиксируется начало разупорядочения, а затем наблюдается процесс растворения  $\gamma'$ -фазы.

В сплавах с замещением позиций атомов никеля отметим неоднозначность влияния железа на характер протекающих процессов. Сплав  $\text{Ni}_{73}\text{Al}_{25}\text{Fe}_2$  представляет собой практически однофазный интерметаллид (содержание  $\beta$ -фазы  $< 1\%$ ). Единственным переходом, который фиксируется при нагреве, является начало разупорядочения. Увеличение концентрации железа до 4 % (сплав  $\text{Ni}_{71}\text{Al}_{25}\text{Fe}_4$ ) приводит к изменению последовательности процессов. При этом сначала происходит растворение  $\gamma'$ -фазы, а при дальнейшем повышении температуры накладывается процесс разупорядочения.

Следует отметить, что при легировании в позиции никеля сплавы плавятся с участием  $\beta$ -фазы (NiAl). Фазовый состав сплава  $\text{Ni}_{73}\text{Al}_{25}\text{Fe}_2$  в момент плавления –  $\beta + \gamma'$ . Сплав  $\text{Ni}_{71}\text{Al}_{25}\text{Fe}_4$  имеет другой фазовый состав –  $\beta + \gamma$ . Переход из двухфазной области  $\gamma + \gamma'$  в трехфазную область  $\beta + \gamma + \gamma'$ , по данным ДТА, зафиксировать не удалось (см. рис. 1, а). Возможно, температурный интервал трехфазной области оказался меньше, чем точность измерения.

На рис. 3 приведено влияние легирования железом на температуру начала разупорядочения ( $t_a$ ) исследуемых сплавов с учетом точности измерений  $\pm 10$  °C. В работе [15] определена  $t_a = 1330$  °C интер-



**Рис. 2.** Температурная зависимость удельного электросопротивления сплава  $\text{Ni}_{71}\text{Al}_{25}\text{Fe}_4$   
 Стрелками показаны нагрев и охлаждение

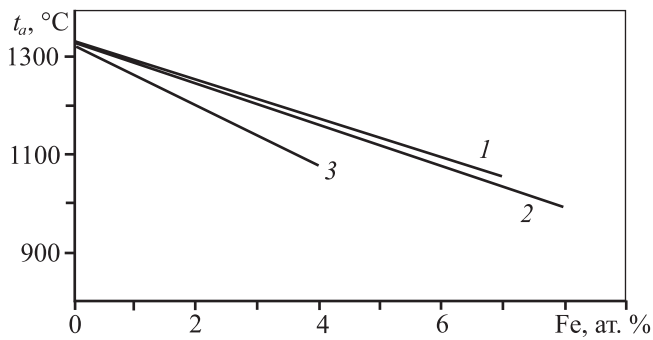


Рис. 3. Влияние легирования железом на температуру начала разупорядочения в сплавах Ni<sub>3</sub>Al-Fe

1 – легирование в позиции атомов алюминия  
2 – легирование в позиции алюминия и никеля одновременно  
3 – легирование в позиции никеля

металлида Ni<sub>3</sub>Al (состав 75,3 ат.% Ni, 24,7 ат.% Al), которую мы использовали в качестве реперной точки. С повышением содержания железа величина  $t_a$  уменьшается (см. рис. 3). Полученные результаты хорошо коррелируют с данными обзора [6]. Легирование обуславливает, по мере роста концентрации легирующего элемента, переход от свойств интерметаллида к свойствам упорядочивающегося сплава. Замещение железом позиций атомов никеля приводит к значительному снижению температуры начала разупорядочения.

При дальнейшем нагреве исследованных сплавов наблюдается интервал плавления интерметаллидов  $t_S-t_L$ , в котором удельное электросопротивление скачкообразно возрастает (см. рис. 2). После полного расплавления образцов интенсивность роста  $\rho$  уменьшается на порядок. Последующее охлаждение сопровождается явлением гистерезиса политем  $\rho$ , т.е. несовпадением ветвей нагрева и охлаждения. Аналогичное явление наблюдалось и в других работах, посвященных изучению интерметаллидов, например в [14].

В настоящее время сформировалось представление о расплаве интерметаллида как о неравновесной микронеоднородной системе [9, 14]. Для сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al характерно присутствие в жидком состоянии неравновесных микрогруппировок атомов с ближним порядком типа Ni<sub>3</sub>Al, наследующих элементы строения исходной твердой фазы. При некоторой температуре  $t_k$ , называемой критической, происходит распад неравновесных микрогруппировок, и расплав переходит в более равновесное и микрооднородное состояние. Оно сохраняется при последующем охлаждении и приводит к явлению

гистерезиса политем  $\rho$ . Значения  $t_k$  изученных сплавов Ni<sub>3</sub>Al-Fe приведены в таблице.

Следует заметить, что отсутствие гистерезиса наблюдалось в том случае, когда нагрев расплава заканчивался при температурах ниже  $t_k$  [9].

Состояние расплава существенным образом влияет на процессы кристаллизации [9]. Это подтверждается, в частности, данными настоящей работы. После нагрева до  $t_k$  интервал  $t_S-t_L$  при последующем охлаждении уменьшался (см. таблицу).

## ВЫВОДЫ

Методами измерения температурной зависимости удельного электросопротивления в широком интервале температур (включая жидкое состояние) и дифференциального термического анализа установлены температуры фазовых превращений серии сплавов Ni<sub>3</sub>Al-Fe различного состава в пределах области гомогенности  $\gamma'$ -фазы. Для всех составов определены температуры начала разупорядочения ( $t_a$ ).

1. При нагреве на политемах удельного электросопротивления определена величина  $t_a$ . С повышением содержания железа она уменьшается. Легирование приводит, по мере роста концентрации железа, к переходу от свойств интерметаллида к свойствам упорядочивающегося сплава. Замещение железом позиций атомов никеля обуславливает значительное снижение температуры  $t_a$ .

2. В жидком состоянии на политемах  $\rho$  наблюдается явление гистерезиса при нагреве исследуемых сплавов до критической температуры  $t_k$ . Гистерезис удельного электросопротивления связан с устранением наследственного влияния на расплав структуры исходного твердого образца и переходом системы в более равновесное и микрооднородное состояние.

*Работа проведена при поддержке конкурса на выполнение НИР молодыми учеными УрФУ и частичной финансовой поддержке программы Президиума РАН № 12-У-2-1017.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение, 1998.
2. Stoloff N.S. // Inter. Mater. Rev. 1989. Vol. 34, № 4. P. 153.
3. Поварова К.Б., Базылева О.А., Дроздов А.А. и др. // Металловедение. 2011. № 4. С. 39.
4. Савин О.В., Степанова Н.Н., Акшенцев Ю.Н. и др. // Физика металлов и металловедение. 1999. Т. 88, № 4. С. 69.

5. *Cahn R.W., Siemers P.A., Geiger J.E., Bardhan P.* // *Acta Metal.* 1987. Vol. 35, № 11. P. 2737.
6. *Kozubski R., Sołtys J., Cadeville M.C.* et. al. // *Intermetallics.* 1993. Vol. 1. P. 139.
7. *Сюткина В.И., Кислицина И.Е., Абдулов Р.З., Руденко В.К.* // *Физика металлов и металловедение.* 1986. Т. 61, № 3. С. 504.
8. *Лось В.Ф., Репецкий С.П., Гаркуша В.В.* // *Металлофизика.* 1991. Т. 13, № 9. С. 28.
9. *Барышев Е.Е., Тягунов Г.В., Степанова Н.Н.* Влияние структуры расплава на свойства жаропрочных никелевых сплавов в твердом состоянии. Екатеринбург: УрО РАН, 2010.
10. *Лепихин С.В., Степанова Н.Н., Акшенцев Ю.Н.* и др. // *Физика металлов и металловедение.* 2004. Т. 97, № 4. С. 88.
11. *Казанцева Н.В., Виноградова Н.И., Степанова Н.Н.* и др. // Там же. 2009. Т. 107, № 4. С. 401.
12. *Тягунов Г.В., Баум Б.А., Цепелев В.С.* и др. // *Завод. лаб. Диагностика материалов.* 2003. Т. 69, № 2. С. 35.
13. *Лепихин С.В., Барышев Е.Е., Тягунов Г.В.* и др. // Там же. 2005. Т. 71, № 4. С. 35.
14. *Николаев Б.В., Тягунов Г.В.* // *Расплавы.* 1995. № 4. С. 22.
15. *Савин О.В., Степанова Н.Н., Акшенцев Ю.Н.* и др. // *Физика металлов и металловедение.* 2000. Т. 90, № 1. С. 66.

УДК 669.18

## МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ГИДРОДИНАМИКИ ПУЗЫРЬКОВОГО РЕЖИМА ПРИ ДОННОЙ ПРОДУВКЕ ПЕЧИ-КОВША

### Сообщение III\*

© 2013 г. С.А. Новокрещенов, В.С. Швыдкий, В.П. Жуков,  
Ю.Н. Овчинников, Д.Д. Черемисин

Уральский федеральный университет (УрФУ)  
им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург

Существенное влияние на теплообмен и кинетику химических превращений при проведении огневого рафинирования меди в печи-ковше оказывают формирование и движение газовых пузырей в расплаве. В представленной математической модели рассмотрено изменение скорости пузыря, а также объема и поверхности движущегося газового пузыря по высоте расплава.

**Ключевые слова:** пузырь, печь-ковш, рафинирование меди, пора, продувка.

Formation and movement of gas bubbles in the melt affect the heat interchange and the kinetics of chemical transformations in the course of copper fire refining in a ladle-furnace. The present mathematical model considers changing the bubble speed and volume and surface of moving gas bubble through the melt height.

**Key words:** bubble, ladle-furnace, copper refining, pore, blowing through.

\* Сообщения I и II опубликованы соответственно в [1] и [2].

**Новокрещенов С.А.** – канд. техн. наук, профессор кафедры экономики и управления на металлургических предприятиях УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). Тел.: (343) 375-45-29. E-mail: novokreschenov@e1.ru.

**Швыдкий В.С.** – докт. техн. наук, профессор кафедры теплофизики и информатики в металлургии УрФУ. Тел.: (343) 375-48-15. E-mail: vshvit@isnet.ru.

**Жуков В.П.** – докт. техн. наук, профессор кафедры металлургии тяжелых цветных металлов (МТЦМ) УрФУ. Тел.: (343) 375-47-95. E-mail: zhukov.v.p@mail.ru.

**Овчинников Ю.Н.** – докт. техн. наук, профессор кафедры теплофизики и информатики в металлургии УрФУ. Тел.: (343) 375-48-15.

**Черемисин Д.Д.** – аспирант кафедры МТЦМ УрФУ. E-mail: e1.ry@e1.ru.