

УДК 669.017.165:669.245

Г.С. Севальнев<sup>1</sup>, В.И. Громов<sup>1</sup>, Э.А. Елисеев<sup>1</sup>, А.В. Леонов<sup>1</sup>**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ  
НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ  
В НИКЕЛЬ-БЕРИЛЛИЕВОМ СПЛАВЕ 97НЛ-ВИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-3-11

*Рассмотрено влияние термической обработки на формирование структуры и свойств в никель-бериллиевом сплаве 97НЛ-ВИ. Проанализировано растворение в структуре  $\gamma$ -матрицы упрочняющей интерметаллидной фазы NiBe в зависимости от температуры закалки. Получено, что при старении изначально формируются зоны Гинье–Престона, вносящие небольшой вклад в упрочнение, в дальнейшем преобразующиеся в метастабильную  $\gamma'$ -фазу. Уточнен оптимальный температурный интервал старения с высоким комплексом механических свойств и низким уровнем удельного электросопротивления.*

**Ключевые слова:** никель-бериллиевый сплав, интерметаллидная фаза, никелевый сплав, старение.

G.S. Sevalnev<sup>1</sup>, V.I. Gromov<sup>1</sup>, E.A. Eliseev<sup>1</sup>, A.V. Leonov<sup>1</sup>**INFLUENCE OF HEAT TREATMENT  
ON THE FORMATION OF STRUCTURE AND PROPERTIES  
IN THE NICKEL-BERYLLIUM ALLOY 97NL-VI**

*The influence of heat treatment on the formation of structure and properties in the nickel-beryllium alloy 97NL-VI is considered in the article. The dissolution in the structure of the  $\gamma$ -matrix of the NiBe hardening intermetallic phase as a function of the quenching temperature is analyzed. It is found that when aging, the Guinier–Preston zones are initially formed, contributing a small contribution to the hardening, which later transform into a metastable  $\gamma'$ -phase. The optimum aging temperature interval with a high complex of mechanical properties and a low level of specific electrical resistance has been specified.*

**Keywords:** nickel-beryllium alloy, intermetallic phase, nickel alloy, aging.

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

**Введение**

В рамках «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» [1–4] перспективным направлением развития авиационного материаловедения является применение дисперсионно-твердеющих сплавов для изготовления тонких холоднокатаных лент с высоким уровнем механических свойств после термической обработки ( $\sigma_b \geq 1550$  МПа,  $\sigma_{0,2} \geq 1200$  МПа) без дополнительного упрочнения пластической деформацией. Получение комплекса свойств достигается путем применения закалки и последующего старения, в процессе которого происходит распад пересыщенного твердого раствора для упрочнения никелевого сплава [5–9].

В современном приборостроении для изготовления токоведущих контактных пружин и упругих чувствительных элементов используют сплавы, обладающие высокими прочностными свойствами при сравнительно невысоком электросопротивлении ( $\leq 0,3 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ ). Для удовлетворения данных требований одними из часто используемых материалов являются интерметаллидные никель-бериллиевые сплавы.

Никель-бериллиевые сплавы с содержанием бериллия 1,8–2,7% (по массе) обладают уникальным сочетанием физико-механических свойств и находят довольно широкое применение в РФ и за рубежом [10, 11]. Эти сплавы являются дисперсионно-твердеющими, их высокие упругие и прочностные свойства достигаются после закалки на пресыщенный  $\gamma$ -твердый раствор с температур ниже температуры эвтектического превращения и термообработкой – старением в интервале температур 450–550°C.

В результате закалки в таких сплавах происходит пересыщение твердого раствора вторичными кристаллами и легирующими элементами, вследствие чего образуется неравновесное состояние структуры с повышенным уровнем свободной энергии [12]. Повышение энергии атомов и их подвижности приводит к распаду пересыщенного твердого раствора и выделению вторичных упрочняющих фаз. Для сплавов, подвергающихся старению, такими фазами могут являться зоны Гинье–Престона (ГП), метастабильные и стабильные фазы.

Известно, что при пластической деформации материала возрастает удельное электросопротивление. Данное явление связано с искажением пространственной решетки кристаллов. Применение ленты из материалов, упрочняемых старением без пластической деформации, позволяет изготавливать токоведущие пружины с высоким уровнем механических характеристик и низким уровнем удельного электросопротивления.

В данной работе рассмотрено изменение структуры и свойств дисперсионно-твердеющего никель-бериллиевого сплава 97НЛ-ВИ в зависимости от вида и температуры термической обработки.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 7.3. «Интерметаллидные никелевые сплавы и композиционные материалы на их основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

### Материалы и методы

В качестве объекта для исследований выбрана лента из сплава 97НЛ-ВИ толщиной  $0,47\pm 0,01 \text{ мм}$ . Химический состав ленты соответствует требованиям ТУ14-1-436–72 «Лента, прутки и проволока из сплавов марок 97НЛ-ВИ (ЭИ996), 95НЛВФ-ВИ (ЭП996В), 95НЛМ-ВИ (ЭИ996М). Технические условия».

Металлографические исследования структуры исследуемого сплава после различных видов термической обработки проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-51 при увеличениях  $\times 100$ ,  $\times 200$  и  $\times 500$ . Микрошлифы изготавливали по стандартной методике и протравливали электролитически в 10%-ном растворе щавелевой кислоты при напряжении между электродами 15 В и силе тока от 1,4 до 2 А. Для анализа структуры после термической обработки использовали электронный микроскоп Hitachi SU8010 в режиме вторичных электронов при рабочих увеличениях  $\times 2000$ – $\times 10000$  и ускоряющем напряжении 15 кВ с приставкой для проведения микрорентгеноспектрального анализа с применением программного обеспечения AZtec. Анализ интерметаллидной упрочняющей фазы проводили на просвечивающем электронном микроскопе Jeol JEM-1400 с ускоряющим напряжением 120 кВ.

Статическое растяжение ленты из сплава 97НЛ-ВИ проводили при температуре 20°C на разрывной машине LFM 125 kN со скоростью растяжения 1 мм/мин, образцы подготавливали и испытывали по ГОСТ 11701–84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент». Определение удельного электросопротивления проводили с помощью системы для измерения электрического сопротивления TER-2000RH.

### Результаты и обсуждение

Согласно данным в работах [10, 11] и ТУ14-1-436–72, для получения высокого уровня механических свойств для сплава 97НЛ-ВИ проводят закалку при температуре ниже эвтектического превращения и последующее старение при температуре 500°C и выше. В зависимости от температуры предварительной закалки и последующего старения вклад в упрочнение вносят различные фазы.

В процессе изготовления тонкой ленты в структуре формируются круглые труднорастворимые включения. Матрицей никель-бериллиевого сплава является  $\gamma$ -твердый раствор никеля с гранцентрированной кубической (ГЦК) решеткой. Исследование на просвечивающем электронном микроскопе тонких участков показывает, что в областях округлой формы частично сохраняются участки второй фазы, отличной от ГЦК-фазы никелевой матрицы. Съемка ряда последовательных сечений микродифракционных картин (рис. 1) показывает, что эта фаза имеет простую кубическую решетку с параметром  $a \approx 0,26$  нм. В соответствии с этими данными и диаграммой состояния, эта фаза имеет структуру типа CsCl и является соединением NiBe. Основная структурная составляющая – ГЦК-матрица – имеет параметр  $a \approx 0,35$  нм, что близко к значению для чистого Ni.

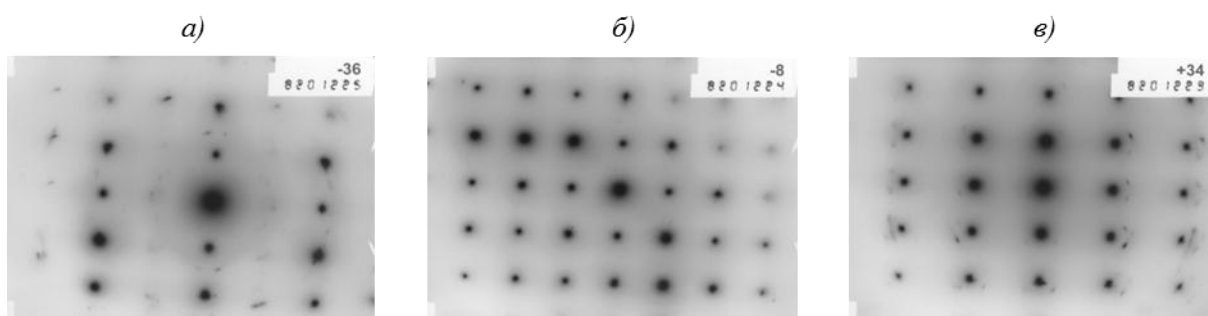


Рис. 1. Микродифракционные картины круглых выделений в структуре сплава 97НЛ-ВИ

При проведении закалки ниже температуры эвтектического превращения (рис. 2, а) в структуре формируется твердый раствор на основе никеля с включениями интерметаллида NiBe. При данной температуре предел растворимости Be в матрице Ni составляет 2,1%, оставшееся количество выделяется в интерметаллидную фазу. Последующее повышение температуры закалки, близкой к температуре эвтектического превращения, частично растворяет интерметаллидную фазу в твердом растворе (рис. 2, б). По данным диаграммы состояния системы «бериллий–никель», построенной Н. Okamoto и Л.Е. Таннер, температура 1150°C соответствует температуре эвтектического превращения. При проведении закалки при температуре выше температуры эвтектического превращения практически полностью растворяется интерметаллидная фаза в твердом растворе, при этом формируется нежелательная равновесная эвтектика по границе зерна (рис. 2, в).

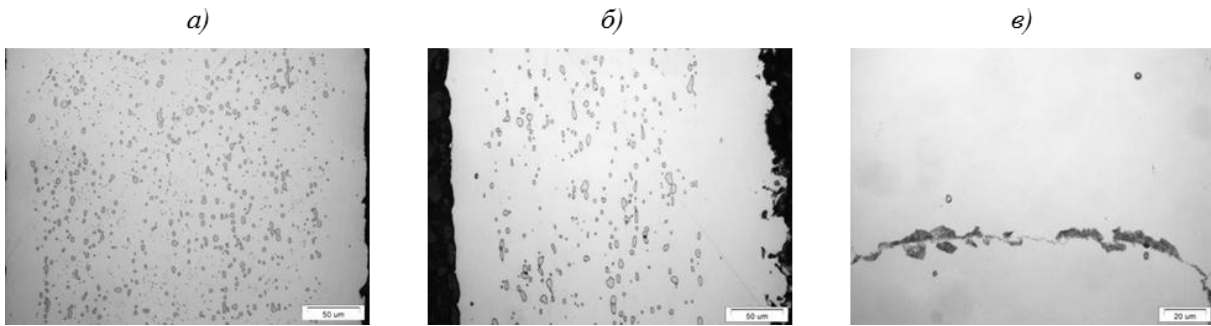


Рис. 2. Структура ( $\times 500$ ) сплава 97НЛ-ВИ в зависимости от температуры закалки:  
 а – ниже температуры эвтектического превращения; б – близкой к температуре эвтектического превращения; в – выше температуры эвтектического превращения

Для оценки влияния температуры старения на механические свойства сплава 97НЛ-ВИ проведены испытания образцов на статическое растяжение. Изменение механических свойств в зависимости от температуры старения представлено на рис. 3. По результатам механических испытаний получено, что наибольшее упрочнение достигается в интервале температур 480–520 $^{\circ}$ С, однако при этом снижается относительное удлинение. Данное явление связано с активным выделением упрочняющих фаз, препятствующих движению дислокаций, вследствие чего увеличивается прочность и снижается пластичность.

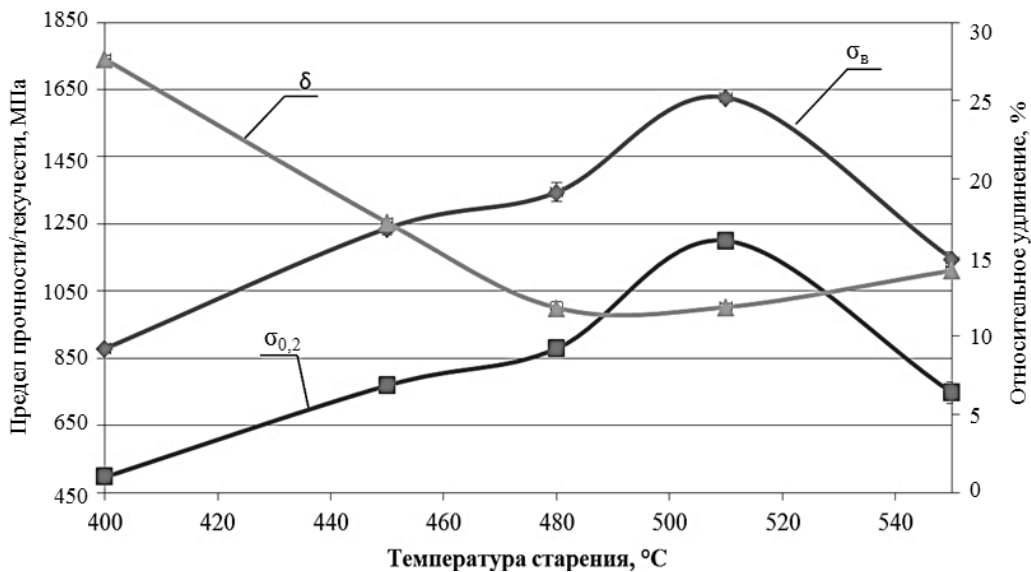


Рис 3. Зависимость механических свойств от температуры старения сплава 97НЛ-ВИ

В работе [12] показано, что в процессе старения происходит зарождение зон ГП и рост прочностных характеристик. По достижении пикового значения прочности при образовании зон ГП происходит преобразование упрочняющей фазы в метастабильную фазу. При перестаривании происходит коагуляция частиц вторичных метастабильных упрочняющих фаз, образование которых приводит к понижению прочностных характеристик сплава. При старении по механизму первоначального выделения метастабильной фазы наблюдается аналогичная ситуация с понижением прочностных характеристик при коагуляции. В случае с интерметаллидным никель-бериллиевым сплавом

преобразование зон ГП в метастабильную фазу позволяет получить прирост прочностных характеристик до коагуляции метастабильной фазы при перестаривании.

В интервале температур 400–450°C при старении в сплаве [11] формируются зоны ГП. Эти зоны являются субмикроструктурными объемами твердого раствора, в которых сильно повышена концентрация растворенного компонента с сохранением решетки растворителя. При формировании зон ГП и сопряжении их с матрицей происходит появление неоднородных упругих искажений в решетке, приводящих к упрочнению твердого раствора. В зависимости от соотношения размеров атомов зоны ГП могут иметь форму дисков и сфер. При исследовании структуры на оптическом микроскопе видно, что с увеличением температуры старения на границах зерна происходит выделение упрочняющих фаз (рис. 4). Упрочняющие фазы по границе зерна представляют собой игольчатые структуры перлитного типа.

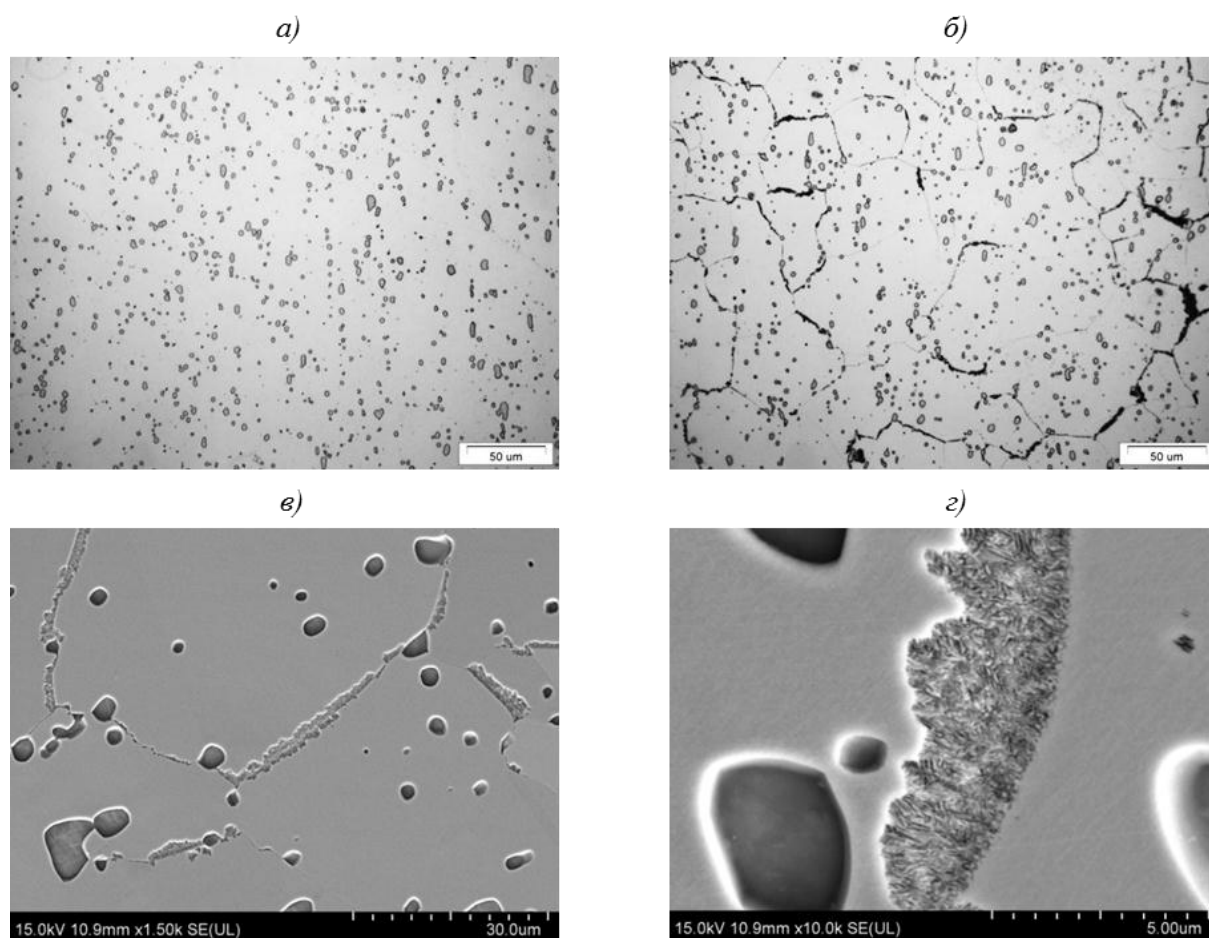


Рис. 4. Изменение структуры образцов из сплава 97НЛ-ВИ в интервале температур 400–450°C:

*a* – без выделения упрочняющей фазы ( $\times 500$ ); *б-г* – с упрочняющей фазой (*б* –  $\times 500$ ; *в* –  $\times 1500$ ; *г* –  $\times 10000$ )

Старение в интервале температур 450–500°C [11] приводит к преобразованию зон ГП и частичному образованию упрочняющей метастабильной  $\gamma'$ -фазы  $\text{Ni}_3\text{Ve}$  на границах зерен (рис. 5 и 6).

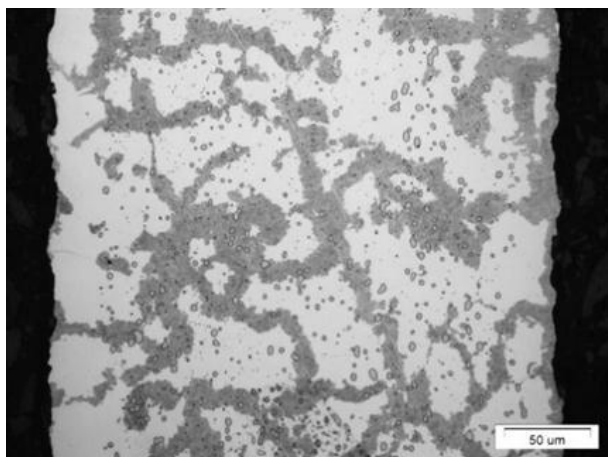


Рис. 5. Структура ( $\times 500$ ) сплава 97НЛ-ВИ в интервале температур 450–500°C

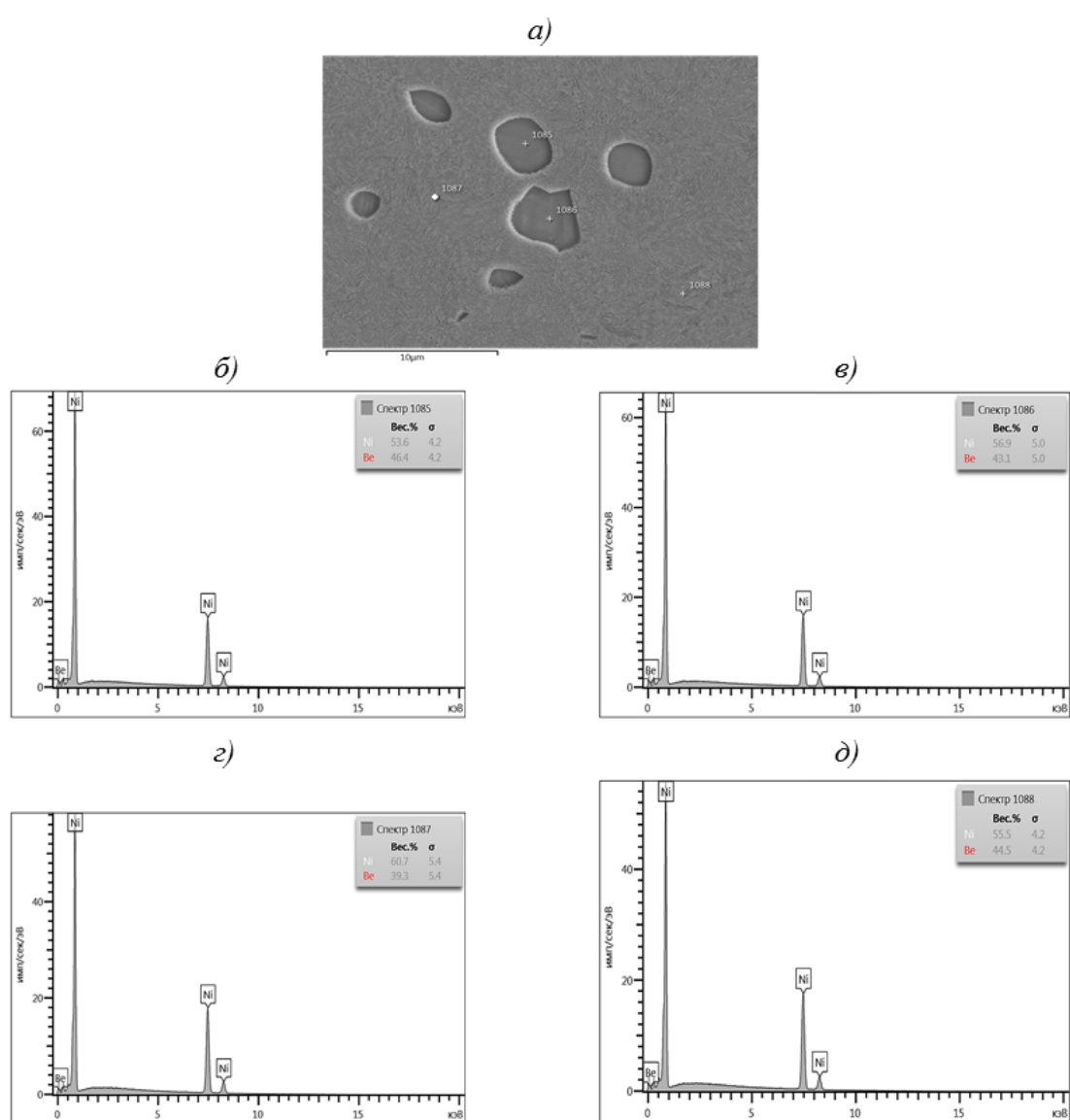


Рис. 6. Структура (а –  $\times 5000$ ) и результаты микрорентгенспектрального анализа (б–д) сплава 97НЛ-ВИ

По результатам испытаний механических свойств пик упрочнения наблюдается в интервале температуры старения 500–550°C. В начале данного интервала наблюдается выделение метастабильной  $\gamma'$ -фазы почти по всему объему матрицы (рис. 7). Данные фазы обладают иной пространственной решеткой в отличие от твердого раствора, но при этом между ними существует сходство в расположении атомов в определенных атомных плоскостях их решеток. Для метастабильных фаз характерна высокая дисперсность, что препятствует движению дислокаций и приводит к упрочнению сплава. Метастабильная  $\gamma'$ -фаза выделяется в виде тонких пластин по объему матрицы. Это связано с разворотом блоков (или фрагментов) матрицы относительно одной из осей  $\langle 100 \rangle$ . Вытянутость данной фазы свидетельствует о том, что соотношение осей кристаллической решетки  $c/a$  приблизительно равно 1,1. Данные развороты начинают происходить значительно раньше – при старении и формировании зон ГП. С ростом температуры процесс выделения  $\gamma'$ -фазы значительно ускоряется так же, как и развороты блоков в кристалле.

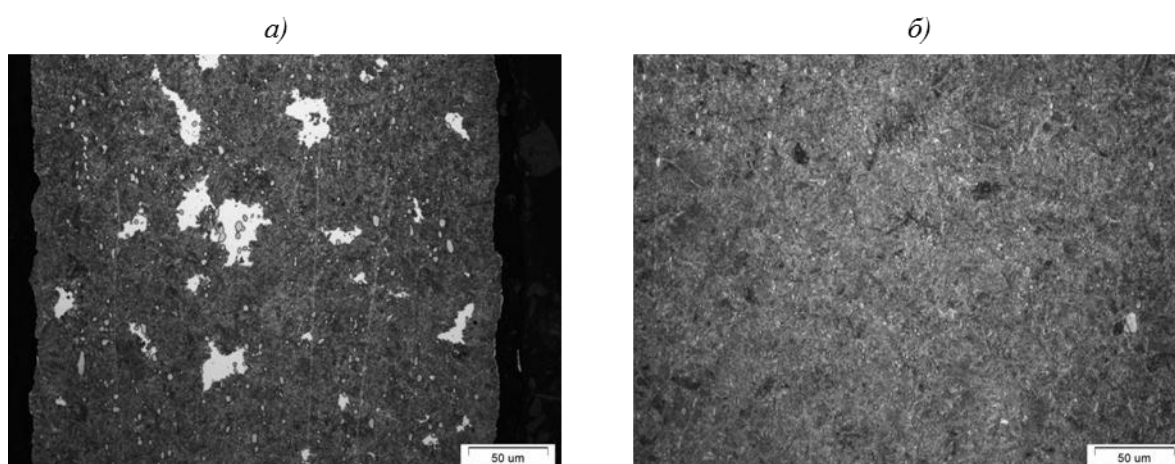


Рис. 7. Изменение структуры ( $\times 500$ ) образцов из сплава 97НЛ-ВИ в интервале температур 500–550°C при наибольших значениях прочности (а) и при перестаривании (б)

Дальнейшее повышение температуры приводит к полному насыщению матрицы  $\gamma'$ -фазой и последующему перестариванию, в результате чего происходит снижение механических свойств.

Для создания токоведущих пружин необходимо, чтобы материал обладал высокой электропроводностью и, соответственно, низким значением удельного электросопротивления. Помимо этого необходимо обеспечить в материале комплекс механических характеристик, который позволит выдерживать высокие нагрузки. С этой целью измеряли удельное электросопротивление ленты в двух состояниях – закаленном и упрочненном. Результаты испытаний удельного электросопротивления сплава 97НЛ-ВИ приведены в таблице.

**Влияние термической обработки сплава 97НЛ-ВИ  
на значение удельного электросопротивления**

Упрочняющая термическая обработка	Удельное электросопротивление, ( $\text{Ом} \cdot \text{мм}^2$ )/м
Закалка при температуре ниже эвтектического превращения	0,40
Закалка+старение при наибольших значениях прочности	0,19

При проведении закалки происходит полное растворение легирующих элементов в  $\gamma$ -матрице, которые создают неупорядоченную структуру твердого раствора, вследствие чего удельное электросопротивление возрастает [12–18]. В результате старения в интервале температур 400–450°C происходит формирование зон ГП в микрообъемах, что приводит к возникновению неоднородной структуры по объему ленты и дальнейшему повышению удельного электросопротивления. Повышение температуры старения и преобразование зон ГП в метастабильную  $\gamma'$ -фазу приводит к обеднению твердого раствора легирующими элементами, формированию равномерной структуры по всему объему и снижению удельного электросопротивления.

### **Заключения**

Исследованы особенности формирования структуры ленты из никель-бериллиевого сплава 97НЛ-ВИ при проведении термической обработки. В зависимости от подобранных температур закалки и последующего старения в сплаве формируются различные упрочняющие фазы. Основными упрочняющими фазами в сплавах никель-бериллий, содержащих от 1,8 до 2,4% бериллия, являются интерметаллидные фазы NiBe и  $\gamma'$ -фаза Ni<sub>3</sub>Be.

Проанализированы структурные составляющие, формируемые в ленте после прокатки. С помощью просвечивающего электронного микроскопа получено, что круглая труднорастворимая фаза имеет структуру типа CsCl и, согласно диаграмме состояния Ni–Be, является интерметаллидным соединением NiBe. Проведение закалки ниже температуры эвтектического превращения формирует в сплаве структуру NiBe+ $\gamma$ -твердый раствор. Полное растворение интерметаллидной фазы NiBe возможно при условии проведения закалки при температуре выше эвтектического превращения, однако при этом формируется нежелательная эвтектика по границе зерна. В процессе закалки в структуре формируется неупорядоченная хаотичная структура, которая приводит к росту значений удельного электросопротивления. Для получения высокого уровня механических свойств, необходимого при эксплуатации упругого элемента, после закалки ленту из сплава 97НЛ-ВИ подвергают старению для получения упрочняющей метастабильной  $\gamma'$ -фазы.

При исследовании влияния температуры старения на структуру и уровень механических свойств получено, что оптимальным интервалом температур для проведения старения является 500–550°C. Проведение процесса ниже данного интервала температур приводит к частичному упорядочению микроструктуры в локальных микрообъемах и формированию зон ГП, в результате чего происходит незначительное упрочнение сплава 97НЛ-ВИ. Однако формирование локальных неоднородностей в структуре по всему объему материала вызывает увеличение удельного электросопротивления.

В температурном интервале старения 500–550°C происходит перераспределение легирующих элементов и преобразование зон ГП в метастабильную  $\gamma'$ -фазу, которая является основной упрочняющей фазой. Выделение  $\gamma'$ -фазы в виде тонких пластин связано с разворотом фрагментов матрицы относительно одной из осей  $\langle 100 \rangle$ . Вытянутость данной фазы свидетельствует о соотношении осей кристаллической решетки  $c/a$ , приблизительно равным 1,1. Данные развороты начинают происходить при старении и формировании зон ГП. Равномерное выделение  $\gamma'$ -фазы по всему объему матрицы приводит к упорядочению твердого раствора, что позволяет снизить значение удельного электросопротивления.

При исследовании структуры оптическим методом и по результатам испытаний установлено, что для получения необходимого комплекса механических и физических свойств необходимо проводить процесс старения с частичным заполнением матрицы

упрочняющей  $\gamma'$ -фазой. Предположительно это связано с формируемой плотностью дислокаций на межфазных границах и их дальнейшим передвижением в процессе нагружения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Шестой технологический уклад // *Наука и жизнь*. 2010. №4. С. 2–7.
3. Каблов Е.Н. Материалы и химические технологии для авиационной техники // *Вестник Российской академии наук*. 2012. Т. 82. №6. С. 520–530.
4. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В. Новый монокристаллический интерметаллидный жаропрочный сплав на основе  $\gamma'$ -фазы для лопаток ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 34–40. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-34-40.
5. Химушин Ф.Ф. *Жаропрочные стали и сплавы*. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Металлургия, 1969. 752 с.
6. Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А. Исследование структуры и физико-механических свойств интерметаллидных никелевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №4. С. 14–19.
7. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г. Влияние термической обработки на структуру и жаропрочность ренийсодержащего интерметаллидного сплава на основе никеля // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №2. С. 21–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-2-21-26.
8. Базылева О.А., Оспенникова О.Г., Аргинбаева Э.Г., Летникова Е.Ю., Шестаков А.В. Тенденции развития интерметаллидных сплавов на основе никеля // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 104–115. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115.
9. Аргинбаева Э.Г., Назаркин Р.М., Шестаков А.В., Карачевцев Ф.Н. Исследование влияния термической обработки на структурно-фазовые параметры интерметаллидных сплавов на основе никеля // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №3 (48). С. 8–13. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-8-13.
10. *Прецизионные сплавы: справочник* / под ред. Б.В. Молотилова. М.: Металлургия, 1983. 438 с.
11. *Nickel, Cobalt and Their Alloys* / ed. by J.R. Davis. ASM International, 2000. 442 p.
12. Арзамасов Б.Н. *Материаловедение: учеб. для вузов*. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2008. 648 с.
13. Рахштадт А.Г. *Пружинные сплавы цветных металлов*. 2-е изд. М.: Металлургия, 1983. 364 с.
14. Борисов В.А., Рахштадт А.Г., Шпицберг А.Л. Свойства легированных сплавов никель-бериллий // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1966. №6. С. 12–16.
15. Лившиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. *Физические свойства металлов и сплавов*. М.: Металлургия, 1980. 320 с.
16. Елманов Г.Н., Исаенкова М.Г., Смирнов А.Е. *Физические свойства металлов и сплавов. Лабораторный практикум*. М.: МИФИ, 2014. 136 с.
17. Бондаренко Г.Г. *Основы материаловедения*. 2-е изд. М.: Бином, 2015. 762 с.
18. Фетисов Г.П., Гарифуллин Ф.А. *Материаловедение и технология металлов*. М.: Оникс, 2007. 624 с.