

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА, ЛЕГИРОВАННОГО РЕНИЕМ И ЛАНТАНОМ, В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Никоненко Е.Л.^{1,2}, к.ф.-м.н., доцент кафедры физики (vilatomsk@mail.ru)
Попова Н.А.², к.т.н., старший научный сотрудник (natalya-popova-44@mail.ru)
Сизоненко Н.Р.², старший научный сотрудник кафедры физики (snr1952@mail.ru)
Демент Т.В.², аспирант кафедры физики (tarasevi416@mail.ru)
Конева Н.А.², д.ф.-м.н., профессор кафедры физики (koneva@tsuab.ru)

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет
(634050, Россия, Томск, пр. Ленина, 30)

² Томский государственный архитектурно-строительный университет
(634003, Россия, Томск, пл. Соляная, 2)

Аннотация. Свойства жаропрочных никелевых сплавов для современного машиностроения определяются термической стабильностью структуры, размерами, формой и количеством упрочняющей γ' -фазы, прочностными характеристиками γ -твердого раствора. Такие сплавы упрочняют путем легирования рением и лантаном. Целью работы являлись качественные и количественные исследования структуры и фазового состава никелевого жаропрочного сплава, дополнительно легированного рением (0,4 % ат.) и лантаном (0,006 % ат.). Исследования проводили двумя методами: просвечивающей дифракционной электронной микроскопии и растровой электронной микроскопии. Исследование структуры сплава проводили в трех состояниях: образец 1 – исходное состояние (после направленной кристаллизации (НК)); образец 2 – НК, отжиг при температуре 1150 °С в течение 1 ч, отжиг при температуре 1100 °С в течение 480 ч; образец 3 – НК, отжиг при температуре 1150 °С в течение 1 ч, отжиг при температуре 1100 °С в течение 1430 ч. Исследования показали, что наблюдаемые в суперсплаве фазы можно классифицировать на основные и вторичные. Основными фазами являются γ' и γ . Они формируют структуру сплава и присутствуют в виде квазикубидов γ' -фазы, разделенных прослойками γ -фазы. Остальные фазы являются вторичными. Выявлено, что легирование рением и лантаном приводит к появлению вторичных фаз, а именно: β -NiAl, AlRe, NiAl₂Re; σ ; χ ; Ni₃La₂. Образование вторичных фаз вносит серьезное нарушение в структуру квазикубидов ($\gamma + \gamma'$)-фаз. Рений и лантан не заполняют однородно весь объем сплава, а присутствуют лишь в локальных участках. Поэтому во всех трех состояниях сплава нарушенной оказалась лишь часть объема квазикубидов ($\gamma + \gamma'$)-фаз. Изучена морфология вторичных фаз. Обнаружено, что частицы σ -фазы – это тонкие иглы, в то время как частицы Ni₃La₂ имеют внутреннюю структуру с характерным контрастом и имеют конечную толщину. Интересной особенностью является то, что σ -фаза и фаза Ni₃La₂ выделяются в одних и тех же местах. Установлено, что введение лантана и рения изменяет фазовый состав сплава, подавляя образование γ -фазы. Частицы вторичных фаз локализованы в отдельных участках сплава с определенной периодичностью. Образующиеся вторичные фазы являются тугоплавкими: температура плавления β -фазы составляет приблизительно 1600 °С, σ -фазы – 2600 °С, χ -фазы – 2800 °С. Образование вторичных тугоплавких фаз и их периодическое распределение в структуре способствует упрочнению суперсплава, легированного рением и лантаном.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, упрочнение, рений, лантан, фаза, морфология, отжиг.

DOI: 10.17073/0368-0797-2018-4-294-299

Жаропрочные никелевые сплавы, используемые в современном машиностроении, характеризуются определенными термической стабильностью структуры, размерами, формой и количеством частиц упрочняющей γ' -фазы, характеристиками γ -твердого раствора [1 – 3]. Часто такие сплавы упрочняют путем легирования рением и лантаном, которые являются активными фазообразующими элементами. Это легирование обеспечивает увеличение рабочей температуры за счет высокой температуры плавления образующихся фаз [4]. Фазовый состав таких сплавов и локализация фаз изучены недостаточно. Однако детальные знания о структурно-фазовом состоянии жаропрочных никелевых сплавов, легированных лантаном и рением, важны для понимания и прогнозирования их свойств.

Целью настоящей работы являлись качественные и количественные исследования структуры, фазового состава, морфологии фаз сложнолегированного жаропрочного сплава, дополнительно легированного рением и лантаном.

В качестве материала исследования использовали сплав на основе Ni–Al–Cr, содержащий 70 % Ni, 17 % Al, 5 % Cr (ат.). Основные легирующие элементы: молибден, вольфрам, тантал, титан, кобальт (суммарное количество примерно 7 %), рений (0,4 %) и лантан (0,006 %). Исследование структуры проводили в трех состояниях сплава: образец 1 – исходное состояние – после приготовления методом направленной кристаллизации (НК); образец 2 – исходное состояние, отжиг при температуре (T) 1150 °С в течение 1 ч, от-

жиг при 1100 °С в течение 480 ч; образец 3 – исходное состояние, отжиг при 1150 °С в течение 1 ч, отжиг при 1100 °С в течение 1430 ч. Образцы сплава во всех состояниях обладали монокристаллической структурой с ориентацией [001].

Для изучения структуры суперсплава использовали метод просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) и метод растровой электронной микроскопии (РЭМ). Подготовка фольг для электронно-микроскопического исследования методом ПЭМ включала электролитическую полировку пластинок в пересыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте. Изучение структуры тонких фольг сплава выполняли в просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ и увеличении 25 000 крат [5, 6]. Электролитическое травление поверхности образцов для исследования методом РЭМ проводили в пене указанного электролита при начальном напряжении 50 В. Исследования поверхности образцов после травления проводили в сканирующем электронном микроскопе TESLA BS-301 при рабочих увеличениях 50 – 10 000 крат.

Фазовый состав

Исследования показали наличие в сплаве в разных состояниях совокупности ряда фаз. Тип фаз, их кристаллографические характеристики и объемные доли приведены в таблице.

Наблюдаемые в суперсплаве фазы можно классифицировать на основные и вторичные (см. таблицу). Основными фазами являются γ' - и γ -фазы. Они формируют основную структуру сплава и присутствуют в виде квазикубоидов γ' -фазы, разделенных прослойками γ -фазы. Остальные фазы являются вторичными. Вторичные фазы появляются в отдельных состояниях.

Фазовый состав сплава и количественные характеристики фаз

Phase composition of the alloy and quantitative characteristics of the phases

Фаза	Тип кристаллической решетки	Пространственная группа [6]	Объемная доля фаз, %, образца		
			1	2	3
γ'	Кубическая	Pm3m	85,60	90,00	87,00
γ	Кубическая	Fm3m	8,00	9,00	6,00
γ/γ'			0,09	0,10	0,07
β	Кубическая	Pm $\bar{3}$ m	5,00	0	0
χ	Кубическая	I $\bar{4}$ 3m	1,40	0	0
σ	Тетрагональная	P4 $_2$ /mmm	0	1,00	2,00
La $_2$ Ni $_3$	Орторомбическая	Cmca	0	0	5,00

Объемная доля γ' -фазы является большой во всех состояниях сплава. Соотношение γ/γ' в образцах 1 и 2 практически совпадает (0,09 и 0,10 соответственно). В образце 3 соотношение γ/γ' уменьшается по сравнению с образцами 1 и 2. Это связано с тем, что никель для формирования фазы Ni $_3$ La $_2$ более активно изымается лантаном из γ -фазы [7].

Одна из вторичных фаз – β -фаза: под таким символом здесь определены фазы β -NiAl (1) и AlRe (2). Это обусловлено тем, что обе эти фазы имеют структуру CsCl, обе могут превращаться в тетрагональные фазы типа L1 $_0$. Обе фазы являются тугоплавкими, температура плавления этих фаз составляет приблизительно 1600 °С. Эти фазы взаимно растворимы, могут занимать твердые растворы. Наличие их на сторонах Ni–Al и Al–Re тройной диаграммы Ni–Al–Re [8 – 11] означает, что они могут образовывать большую область, соединяющую эти позиции. В настоящей работе обе фазы указаны как β , поскольку фаза AlRe не имеет особого обозначения, кроме обозначения по составу [9 – 11].

Фазы σ и χ (см. таблицу) относятся к топологически плотноупакованным или к фазам Франка–Каспера [12 – 15] (температура плавления σ -фазы – 2600 °С, χ -фазы – 2800 °С). Их появление обязано присутствию в сплаве рения [14 – 16]. Действительно, взаимодействие рения с молибденом и вольфрамом приводит к появлению σ - и χ -фаз: σ -фаза образуется в результате затвердевания при высоких температурах, χ -фаза – в результате распада твердого раствора при более низких температурах или в результате кристаллизации. При этом σ -фаза возникает в результате взаимодействия рения с кобальтом, хромом, никелем, алюминием; χ -фаза образуется при взаимодействии с молибденом и вольфрамом, а также с кобальтом и алюминием [9, 12]. Наличие лантана обеспечивает появление лантанида никеля Ni $_3$ La $_2$ [7, 11]. Он наблюдается только в состоянии сплава 3 (см. таблицу).

Все фазы представляют собой концентрированные твердые растворы, образующиеся в большом интервале концентраций (кроме лантанида никеля) и активно участвующие во всех фазовых превращениях.

Морфология фаз

Известно, что структура суперсплавов, прежде всего, определяется смесью ($\gamma + \gamma'$)-фаз [3, 13]. Присутствие в сплаве активных фазообразующих элементов, таких как рений и лантан, усложняет структуру суперсплава и вызывает появление в нем участков с нарушенной ($\gamma + \gamma'$)-структурой. Формирование β -, σ - и χ -фаз обязано присутствию рения. Образование вторичных фаз вносит серьезное нарушение в структуру квазикубоидов ($\gamma + \gamma'$)-фаз. Поскольку рений и лантан не заполняют однородно весь объем сплава, а присутствуют лишь в локальных участках, то во всех трех состояниях сплава (образцы 1 – 3) нарушенной оказалась лишь

часть объема квазикубоидов ($\gamma + \gamma'$)-фаз. Выполненные исследования позволили представить схемы структурно-фазовых состояний исследуемых образцов сплава.

Образец 1. На рис. 1 изображены схемы трех различных морфологически-фазовых составляющих структуры, наблюдаемых в образце 1: I' , I'' и I''' .

Составляющая I' представляет собой идеальную структуру ($\gamma + \gamma'$) со слегка анизотропным искажением. Составляющая I''' наряду с квазикубоидами ($\gamma + \gamma'$) содержит прослойки χ -фазы. Они могут быть локализованы как в γ' -фазе, так и в γ -фазе. В составляющей I''' квазикубоиды (как и в I') анизотропны. Составляющая сплава I'' отличается полностью разрушенной структурой квазикубоидов, их просто там нет. Объем участка I'' полностью занимает (по крайней мере) трехкомпонентный раствор NiAl_2Re . Это химическая формула трехкомпонентной β -фазы [10].

Установлено, что граница раздела между составляющими I' и I'' (граница раздела блока γ/γ' -фаз и β -фазы) проходит по направлению $[011]_{\gamma'}$ -фазы. Ориентационное соотношение β -фазы и γ/γ' -фаз: $[110]_{\beta} \parallel [111]_{\gamma'}$. Это типичное соотношение для взаимного фазового превращения ГЦК \rightarrow ОЦК. В составляющей I''' хорошо прослеживается параллельность прослоек γ -фазы и прослоек χ -фазы. Обе фазы обладают кубической кристаллической решеткой, однако размерные эффекты вызывают (порождают) некоторую кристаллографическую разориентировку.

Интегральное изображение структуры сплава образца 1, полученное методом РЭМ, показано на рис. 2, а. Большую часть объема сплава занимают квазикубоиды, целые и нарушенные, контраст от которых из-за относительно небольшого увеличения мало отличается. Расслоение по рению хорошо видно благодаря выделению β -фазы, которая преимущественно стабилизируется этим химическим элементом [10, 14 – 20].

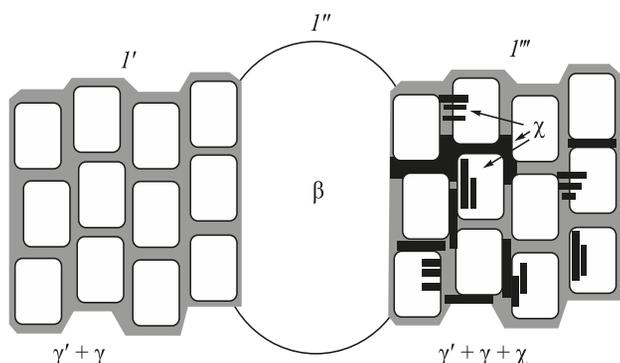


Рис. 1. Схематическое изображение структуры сплава образца 1, морфологически-фазовые составляющие:

I' – идеальная структура квазикубоидов ($\gamma + \gamma'$); I'' – участок β -фазы; I''' – квазикубоиды ($\gamma + \gamma'$), содержащие прослойки χ -фазы

Fig. 1. Schematic representation of the alloy structure of sample 1, morphological-phase constituents:

I' – the ideal structure of quasicuboids ($\gamma + \gamma'$); I'' – section of the β -phase; I''' – quasicuboids ($\gamma + \gamma'$) containing χ -phase interlayers

Образец 2. Схема структурно-фазового состояния образца 2 представлена на рис. 3. Структура сплава состоит из идеальных квазикубоидов, объемная доля которых составляет 0,9, и квазикубоидов, искаженных присутствием σ -фазы, объемная доля которых составляет 0,1 (структурно-фазовые составляющие сплава 2' и 2'' соответственно). Вытянутые частицы σ -фазы распо-

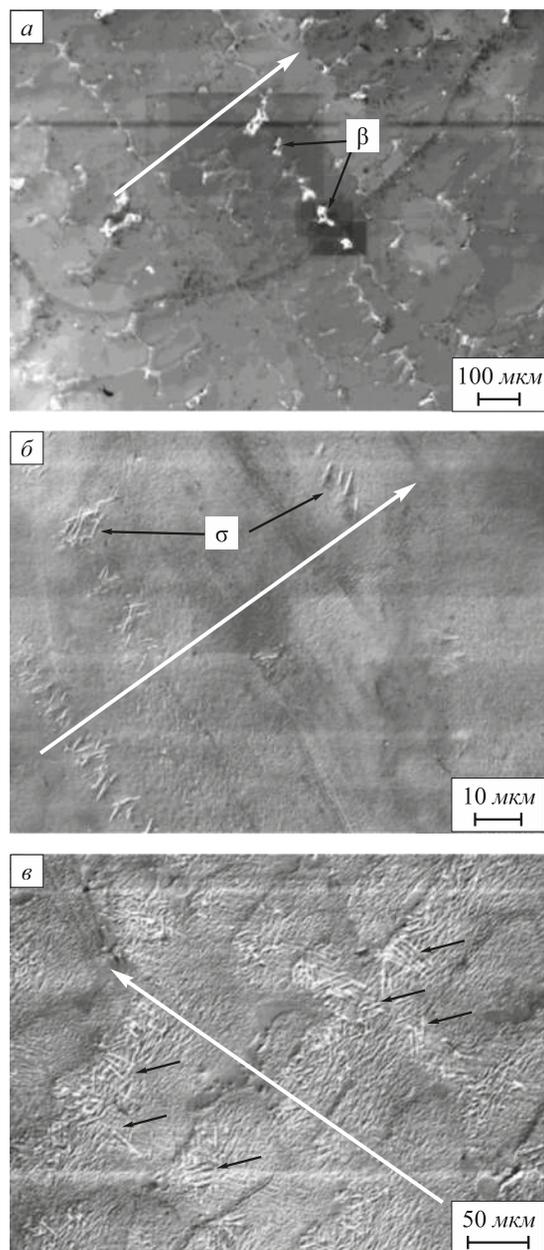


Рис. 2. Полученное методом РЭМ изображение (белой стрелкой показано направление периодичности) структуры сплава образца 1 (а) (черными стрелками отмечены примеры частиц β -фазы), образца 2 (б) (черными стрелками отмечены примеры частиц σ -фазы), образца 3 (в) (черными стрелками показаны частицы лантанида и σ -фазы)

Fig. 2. The image obtained by the SEM method (the white arrow shows the direction of periodicity) of the alloy structure of sample 1 (a) (black arrows indicate examples of particles of the β -phase), sample 2 (b) (black arrows indicate examples of particles of the σ -phase), sample 3 (c) (the black arrows indicate the particles of the lanthanide and σ -phase)

ложены вдоль направлений [011] и [001] γ' -фазы. Контакт γ' - и σ -фаз происходит без заметных искажений. Доказательством этого служит отсутствие на электронно-микроскопических изображениях экстинкционных контуров изгиба-кручения. В местах образования σ -фазы структура квазикубоидов нарушена. Эффект локального залегания вторичных фаз в образце 2 сильнее выражен по сравнению с образцом 1: в образце 1 идеальные квазикубоиды составляли 0,65 объема сплава, в образце 2 – уже 0,90.

На рис. 2, б представлено изображение структуры сплава образца 2, полученное методом РЭМ. Видно локальное распределение частиц σ -фазы, чередующихся с идеальной структурой ($\gamma + \gamma'$)-фаз. Имеет место четкая корреляция данных РЭМ и ПЭМ.

Образец 3. Схематичное изображение структуры образца 3 представлено на рис. 4. Установлено, что немного больше половины материала (примерно 0,55) занимают идеальные квазикубоиды (составляющая 3'), остальной объем занимает четырехфазная смесь ($\gamma' + \gamma + \sigma + \text{Ni}_3\text{La}_2$) (составляющая 3''). Объемные доли этих структурно-фазовых составляющих 3' и 3'' соизмеримы. При этом фаза Ni_3La_2 имеет большую объемную долю, нежели σ -фаза. В образце 3 количество σ -фазы больше, чем в образце 2. Это может быть связано как с возросшей продолжительностью термической обработки, так и с косвенным влиянием лантана на фазообразование.

Интересной особенностью является то, что σ -фаза и фаза Ni_3La_2 выделяются в одних и тех же локальных местах. Установлено, что частицы σ -фазы – тонкие иглы, частицы Ni_3La_2 имеют внутреннюю структуру с характерным контрастом.

Анализ изображений, полученных методом РЭМ (рис. 2, в) на протравленных поверхностях образца 3,

подтверждает данные ПЭМ: во-первых, наблюдается наличие двух структурно-фазовых составляющих 3' и 3''; во-вторых, соизмеримы объемные доли этих составляющих.

Изображения, полученные методом РЭМ, также обнаруживают периодичность в расположении пространственных структур, характерных для всех состояний сплава (рис. 2). Направления периодичности указаны белыми длинными стрелками на изображениях структуры, вдоль которых и чередуются идеальные составляющие γ/γ' -смеси и сильно нарушенные составляющие ($\gamma' + \gamma +$ вторичные фазы).

Выводы. Введение лантана и рения изменяет фазовый состав сплава, подавляя образование γ -фазы. В сплаве образуются новые вторичные фазы. Частицы вторичных фаз локализованы в отдельных участках сплава и расположены с определенной периодичностью. Образующиеся вторичные фазы являются тугоплавкими: температура плавления β -фазы составляет 1600 °С, σ -фазы – приблизительно 2600 °С, χ -фазы – приблизительно 2800 °С. Образование вторичных тугоплавких фаз и их периодическое распределение в структуре способствуют упрочнению суперсплава, легированного рением и лантаном.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Жаропрочные стали и сплавы. – М.: ВИАМ, 2012. – 60 с.
2. Ross E.W., Sims C.T. Nickel-Base Alloys. Superalloys II: High temperature materials for aerospace and industrial power. – New York, John Wiley & Sons, Inc., 1987. P. 97 – 133.
3. Симс Ч.Т., Столофф Н.С., Хагель В.Ц. Суперсплавы II: Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. Ч. 1. – М.: Металлургия, 1995. – 384 с.
4. Герасимов В.В., Петрушин Н.В., Висик Е.М. Усовершенствование состава и разработка технологии литья монокристалли-

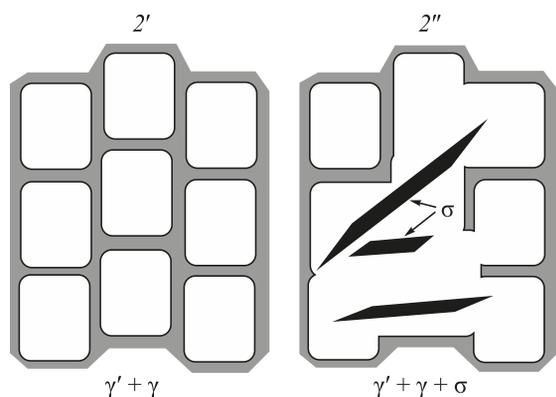


Рис. 3. Схематичное изображение структуры сплава образца 2, структурно-фазовые составляющие: 2' – идеальная структура квазикубоидов ($\gamma' + \gamma$); 2'' – квазикубоиды ($\gamma' + \gamma$), содержащие выделения σ -фазы

Fig. 3. Schematic representation of the alloy structure of sample 2, structural-phase components: 2' – an ideal structure of quasicuboids ($\gamma' + \gamma$); 2'' – quasicuboids ($\gamma' + \gamma$) containing the σ -phase

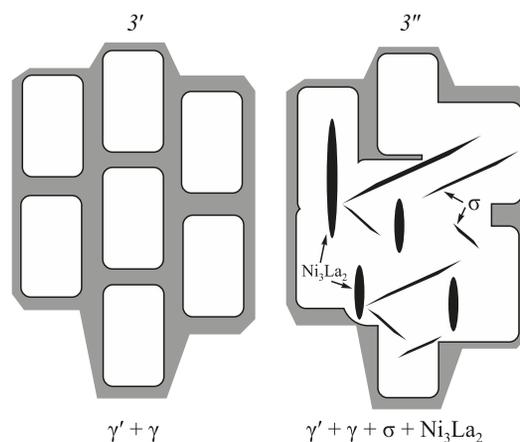


Рис. 4. Схематичное изображение структуры сплава образца 3, структурно-фазовые составляющие: 3' – идеальная структура квазикубоидов ($\gamma' + \gamma$); 3'' – квазикубоиды ($\gamma' + \gamma$), содержащие выделения σ -фазы и Ni_3La_2

Fig. 4. Schematic representation of the alloy structure of sample 3, structural-phase constituents: 3' – the ideal structure of quasicuboids ($\gamma' + \gamma$); 3'' – quasicuboids ($\gamma' + \gamma$) containing the precipitates of σ -phase and Ni_3La_2

- ческих лопаток из жаропрочного интерметаллидного сплава. Труды ВИАМ. 2015. № 3. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://viam-works.ru/ru/articles?art_id=783 (Дата обращения 02.02.2017 г.).
5. Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон и др. – М.: Мир, 1968. – 574 с.
 6. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. – М.: Металлургия, 1973. – 584 с.
 7. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Structure and Composition of Higher-Rhenium-Content Superalloy Based on La-Alloyed Ni-Al-Cr // Advanced Materials with Hierarchical Structure for New Technologies and Reliable Structures AIP Conf. Proc. 2015. Vol. 1683. P. 020101-1 – 020101-4.
 8. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3-х т. Т. 2. / Под общ. ред. Н.П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1996. – 992 с.
 9. Колобов Ю.Р., Каблов Е.Н., Козлов Э.В., Конева Н.А., Поварова К.Б., Грабовецкая Г.П., Бунтушкин В.П., Базылева О.А., Мубояджян С.А., Будиновский С.А. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением / Под науч. ред. Е.Н. Каблова и Ю.Р. Колобова. – М.: Издательский Дом МИСиС, 2008. – 326 с.
 10. Поварова К.Б., Казанская Н.К., Дроздов А.А., Морозов А.Е. Физико-химические закономерности взаимодействия алюминидов никеля с легирующими элементами. Ч. 1. Образование твердых растворов на основе алюминидов никеля // Металлы. 2006. № 5. С. 58 – 71.
 11. Reed R.C. The Superalloys – Fundamentals and Applications. – Cambridge: Cambridge University Press, 2006. – 372 p.
 12. Segersäll M. Nickel-based single-crystal superalloys. – Linköping, Sweden: 2013. – 56 p.
 13. Göken, M., Kempf M. Microstructural properties of superalloys investigated by nanoindentation in an atomic force microscope // Acta Mat. 1999. Vol. 47. No. 3. P. 1043 – 1052.
 14. Rae C.M.F., Reed R.C. The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys // Acta Materialia. 2001. Vol. 49. No. 19. P. 4113 – 4125.
 15. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Effect of thermal treatment and re-doping on the volume fraction of the γ' phase in complex-doped Ni-Al-Cr-based superalloy // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics. 2014. Vol. 78. No. 4. P. 267 – 270.
 16. Sugui T. Influence of element Re on lattice misfits and stress rupture properties of single crystal nickel-based superalloys // Materials Science and Engineering. 2010. Vol. 527. No. 16. P. 4458 – 4465
 17. Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A., Kozlov E.V. Structure and phase composition of the superalloy on the basis of Ni-Al-Cr alloyed by Re and La // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2016. Vol. 112. P. 012036 – 012040.
 18. Volek A., Pyczak F., Singer R.F., Mughrabi H. Partitioning of Re between γ and γ' -phase in nickel-base superalloys // Scripta Mat. 2005. No. 52. P. 141 – 145.
 19. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Change in the phase composition and defect structure of a multicomponent ordered Ni-based alloy upon high-temperature annealing // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics. 2013. Vol. 77. No. 9. P. 1108 – 1111.
 20. Sato A., Harada H., Yokokawa T., Murakumo T., Koizumi Y., Kobayashi T., Imai H. The effects of ruthenium on the phase stability of fourth generation Ni-base single-crystal superalloy. Scripta Materialia. 2006. Vol. 54. P. 1679 – 1684.

Поступила 27 февраля 2017 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2018. VOL. 61. No. 4, pp. 294–299.

CHANGE OF THE STRUCTURE OF A HEAT-RESISTANT ALLOY DOPED BY RHENIUM AND LANTHANUM DEPENDING ON THERMAL PROCESSING

E.L. Nikonenko^{1,2}, N.A. Popova², N.R. Sizonenko², T.V. Dement², N.A. Koneva²

¹National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

²Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia

Abstract. The properties of high-temperature nickel alloys for modern engineering were determined by thermal stability of structure, size, shape and amount of hardening γ' -phase, and the strength characteristics of γ' -solid solution. These alloys are strengthened by alloying with rhenium and lanthanum. The aim of this work was qualitative and quantitative study of the alloy structure and the phase composition of a nickel heat-resisting alloy additionally doped with rhenium (0.4 % at.) and lanthanum (0.006 % at.). The investigations were carried out by two methods: the method of transmission diffraction electron microscopy and the scanning electron microscopy method. Investigation of the alloy's structure was carried out in three states: sample 1 – initial state (after directional crystallization (DC)); sample 2 – DC, annealing at 1150 °C for 1 hour, annealing at 1100 °C for 480 hours; sample 3 – DC, annealing at 1150 °C for 1 hour, annealing at 1100 °C for 1430 hours. The studies showed that the phases observed in the superalloy can be classified into primary and secondary phases. The main phases are γ' and γ . They form structure of the alloy and are present as quasi-cuboids of γ' -phase separated by γ' -phase interlayers. The remaining phases are secondary. It was found that doping with rhenium and lanthanum leads to the appearance of secondary phases, namely: β -NiAl, AlRe, NiAl₂Re; σ ; χ ; Ni₃La₂. The formation of secondary phases introduces a serious violation into the structure of quasi-cuboids ($\gamma + \gamma'$)-phases. Rhenium and lanthanum do not fill the entire volume of the alloy uniformly but are present only in local areas. Therefore, in three states of

the alloy only a part of the volume of quasi-cuboids ($\gamma + \gamma'$)-phases was affected. The morphology of the secondary phases was studied. It was found that the particles of the σ -phase are thin needles, while the Ni₃La₂ particles have an internal structure with a characteristic contrast and have a finite thickness. An interesting feature is that the σ -phase and Ni₃La₂ phase are distinguished in the same places. It was established that the introduction of lanthanum and rhenium changes phase composition of the alloy, suppressing the formation of γ -phase. Particles of secondary phases are localized in individual sections of the alloy with a certain periodicity. The resulting secondary phases are refractory: the melting point of the β -phase is approximately 1600 °C, for the σ -phase it is 2600 °C, and for the χ -phase it is 2800 °C. The formation of secondary refractory phases and their periodic distribution in the structure contributes to hardening of the superalloy doped with rhenium and lanthanum.

Keywords: heat-resistant nickel alloy, hardening, rhenium, lanthanum, phase, morphology, annealing.

DOI: 10.17073/0368-0797-2018-4-294-299

REFERENCES

1. *Zharoprochnye stali i splavy* [Heat-resistant steels and alloys]. Moscow: VIAM, 2012, 60 p. (In Russ.).
2. Ross E.W., Sims C.T. *Nickel-Base Alloys. In: Superalloys II – High temperature materials for aerospace and industrial power.* NY: John Wiley & Sons, Inc., 1987, pp. 97–133.
3. *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power.* Chester T. Sims, Stoloff N.S., Wolliam C. Hagel eds. New York: Wiley, 1987, 615 p. (Russ.ed.: *Supersplavy II: Zharoprochnye materialy dlya aerokosmicheskikh i promyshlennykh ener-*

- goustanovok*. Sims Ch.T., Stoloff N.S., Hagel W.C. eds. Moscow: Metallurgiya, 1995, 384 p.).
4. Gerasimov V.V., Petrushin N.V., Visik E.M. Improvement of composition and development of a technology for casting single-crystal blades from a heat-resistant intermetallic alloy. *Trudy VIAM*. 2015, no. 3, Electronic resource. Available at URL: http://viam-works.ru/ru/articles?art_id=783 (Accessed 02.02.2017). (In Russ.).
 5. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R., Pashley D.W., Whelan M.J. *The Electron Microscopy of Thin Crystals*. Butterworths, 1965, 549 p. (Russ.ed.: Hirsh P., Hovi R., Nicholson R. *Elektronnaya mikroskopiya tonkikh kristallov*. Moscow: Mir, 1968, 574 p.).
 6. Utevskii L.M. *Difraktsionnaya elektronnaya mikroskopiya v metalovedenii* [Diffraction electron microscopy in metallurgy]. Moscow: Metallurgiya, 1973, 584 p. (In Russ.).
 7. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Structure and composition of higher-rhenium-content superalloy based on La-alloyed Ni-Al-Cr. *Advanced Materials with Hierarchical Structure for New Technologies and Reliable Structures AIP Conf. Proc.* 2015, vol. 1683, pp. 020101-1–020101-4.
 8. *Diagrammy sostoyaniya dvoynykh metallicheskih sistem: spravochnik v 3-kh t. T. 2*. [State diagrams of double metal systems: Reference book in 3 vols. Vol. 2] Lyakishev N.P. ed. Moscow: Mashinostroenie, 1996, 992 p. (In Russ.).
 9. Kolobov Yu.R., Kablov E.N., Kozlov E.V., Koneva N.A., Povarova K.B., Grabovetskaya G.P., Buntushkin V.P., Bazyleva O.A., Muboyadzhan S.A., Budinovskii S.A. *Struktura i svoystva intermetallidnykh materialov s nanofaznym uprochneniem* [Structure and properties of intermetallic materials with nanophase hardening]. Moscow: ID MISiS, 2008, 328 p. (In Russ.).
 10. Povarova K.B., Kazanskaya N.K., Drozdov A.A., Morozov A.E. Physicochemical laws of the interaction of nickel aluminides with alloying elements: I. Formation of nickel aluminide-based solid solutions. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2006, vol. 2006, no. 5, pp. 415–426.
 11. Reed R.C. *The superalloys – fundamentals and applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006, 372 p.
 12. Segersäll M. *Nickel-based single-crystal superalloys*. Linköping, Sweden: 2013, 56 p.
 13. Göken, M., Kempf M. Microstructural properties of superalloys investigated by nanoindentation in an atomic force microscope. *Acta Mat.* 1999, vol. 47, no. 3, pp. 1043–1052.
 14. Rae C.M.F., Reed R.C. The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys. *Acta Materialia*. 2001, vol. 49, no. 19, pp. 4113–4125.
 15. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Effect of thermal treatment and Re-doping on the volume fraction of the γ' phase in complex-doped Ni-Al-Cr-based superalloy. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*. 2014, vol. 78, no. 4, pp. 267–270.
 16. Sugui T., Minggang W., Huichen Yu., Xingfu Yu., Tang Li., Benjiang Qian. Influence of element Re on lattice misfits and stress rupture properties of single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering*. 2010, vol. 527, no. 16-17, pp. 4458–4465.
 17. Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A., Kozlov E.V. Structure and phase composition of the superalloy on the basis of Ni-Al-Cr alloyed by Re and La. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 2016, vol. 112, pp. 012036–012040.
 18. Volek A., Pyczak F., Singer R.F., Mughrabi H. Partitioning of Re between γ and γ' phase in nickel-base superalloys. *Scripta Mat.* 2005, no. 52, pp. 141–145.
 19. Kozlov E.V., Nikonenko E.L., Popova N.A., Koneva N.A. Change in the phase composition and defect structure of a multicomponent ordered Ni-based alloy upon high-temperature annealing. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*. 2013, vol. 77, no. 9, pp. 1108–1111.
 20. Sato A., Harada H., Yokokawa T., Murakumo T., Koizumi Y., Kobayashi T., Imai H. The effects of ruthenium on the phase stability of fourth generation Ni-base single-crystal superalloy. *Scripta Materialia*. 2006, vol. 54, pp. 1679–1684.

Information about the authors:

E.L. Nikonenko, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Assist. Professor of the Chair of Physics (vilatomsk@mail.ru)

N.A. Popova, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher (natalya-popova-44@mail.ru)

N.R. Sizonenko, Senior Researcher of the Chair of Physics, Head of the Laboratory (snr1952@mail.ru)

T.V. Dement, Postgraduate of the Chair of Physics (tarasevi416@mail.ru)

N.A. Koneva, Dr. Sci. (Phys.–Math.), Professor of the Chair of Physics (koneva@tsuab.ru)

Received February 27, 2017