АКУСТИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Том IV 1958 Вып. 4

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА СТАРЕНИЕ НИКЕЛЬ-ХРОМ-ТИТАНОВОГО СПЛАВА

Э. А. Альфтан, В. С. Ермаков

Проведено исследование воздействия ультразвука с частотой 20—26*кгц* на процесс старения жаропрочного сплава типа ХН80Т. Опыты проводились при различных температурах и различных выдержках при двух значениях мощности ультразвука. По измеренным амплитудам колебаний образца в пучностях перемещений произведен расчет напряжений в образце под воздействием ультразвука. Установлено, что ультразвуковое воздействие значительно ускоряет процесс дисперсионного твердения сплава, причем при бо́льших напряжениях в образцах это ускорение более значительно.

Показано, что старение с ультразвуком дает возможность получить более высокую степень дисперсности второй фазы, при том же суммарном ее количестве в сплаве.

При ультразвуковой обработке сплава целесообразно несколько повышать температуру старения (выше «стандартной»). Этим дополнительно ускоряется процесс старения, без снижения максимума твердости.

В последние годы проведен ряд исследований по воздействию упругих колебаний звуковой и ультразвуковой частоты на внутренние превращения в металлах и сплавах, в том числе и на процессы дисперсионного твердения сплавов. Первые исследования в этой области проведены Горским и Ефремовым [1]. Они показали, что ультразвуковые колебания частотой 30 *кгц* при удельной мощности вибратора 10 *вт/см*^{2} ускоряют естественное старение дуралюмина в 63 раза.

Позднее Гудцов и Гавзе [2, 3] провели исследование по воздействию ультразвука при частотах от 300 до 1500 *кгц* на процессы дисперсионного твердения дуралюмина и некоторых черных сплавов, которое подтвердило первоначальное предположение. Под действием ультразвука старение дуралюмина существенно ускоряется. При этом закономерности изменения скорости старения от частоты не было получено, но с увеличением интенсивности ультразвука твердость возрастала более резко.

Шенк и Шмидтманн [4] провели опыты по исследованию влияния ультразвуковых колебаний с частотой 430 *кгц*, при удельной мощности 6,5 *вт/см*^{2}, на процессы старения при 20° закаленной томасовской стали с содержанием 0,06% углерода. Однако заметного эффекта ускорения процесса старения при применении ультразвука не было получено. Шенк и Шмидтманн объясняют это тем, что при комнатной температуре (20°) приток энергии за счет амплитуды и частоты ультразвуковых колебаний, примененных в данном опыте, был недостаточен для необходимой деформации кристаллической решетки, при которой проявило бы себя усиление диффузии растворенных атомов упрочнителя.

Погодина-Алексеева и Эскин [5] провели исследования по выяснению влияния ультразвука на старение дуралюмина разных марок, показав, что ультразвук значительно ускоряет старение этих сплавов.

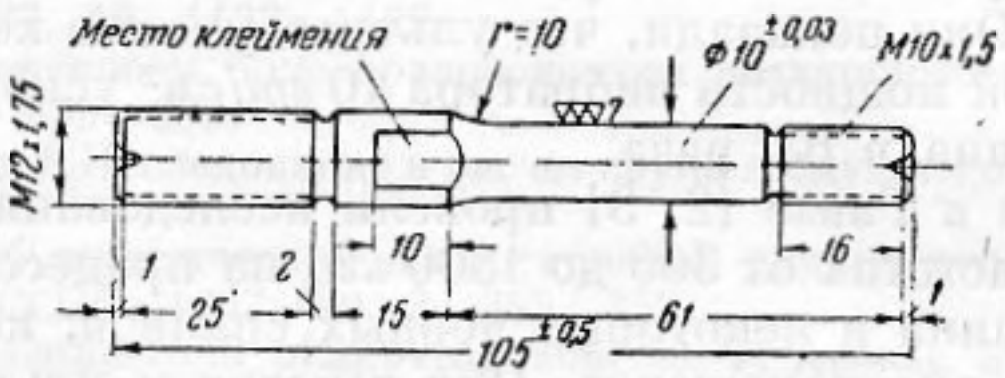
К сожалению, вследствие отсутствия соответствующей измерительной аппаратуры, во всех вышеописанных работах оценивалась лишь удельная мощность ультразвукового излучателя, что не может характеризовать переменной деформации образца, так как неизвестно количество ультра-

звуковой энергии, введенной непосредственно в образец. Поэтому результаты вышеизложенных исследований, проводившихся в различных условиях, несопоставимы по величине акустических параметров. С точки зрения оценки влияния акустических параметров на процесс старения наиболее интересна работа Н. Т. Гудцова и М. Н. Гавзе, которые провели исследования при различных частотах и интенсивностях и показали, что эффективность влияния ультразвука на процессы старения в широком диапазоне частот (от 300 до 1500 *кгц*) практически не зависит от частоты колебаний (при одинаковой интенсивности), но заметно возрастает с увеличением интенсивности ультразвука. Отсюда следует, что для интенсификации процессов старения следует выбирать такую ультразвуковую аппаратуру, которая обеспечивает возможность введения в детали или образцы упругих колебаний максимальной интенсивности. Следует отметить, что амплитуда колебаний не должна быть больше некоторой критической, при которой наступает разрушение образца. Поэтому получить большие интенсивности колебаний на низких звуковых и дозвуковых частотах не представляется возможным.

Исходя из этих соображений, авторы провели исследование по воздействию упругих колебаний на процесс старения никель-хром-титанового сплава типа ХН80Т с использованием магнитострикционных излучателей ультразвука при частоте 20—26 *кгц*. При более низких частотах, порядка 8—16 *кгц*, при помощи магнитострикционных излучателей возможно получить не меньшие (чем при 20 *кгц*) интенсивности, но шумовые эффекты при этих частотах действуют утомляюще на обслуживающий персонал. С этой точки зрения применение звуковых частот нежелательно.

Ниже изложены примененная при проведении настоящего исследования методика и полученные результаты.

Старению с ультразвуком были подвергнуты цилиндрические образцы из упомянутого выше сплава. Образцы предварительно были подвергнуты закалке. На фиг. 1 представлен эскиз образца.



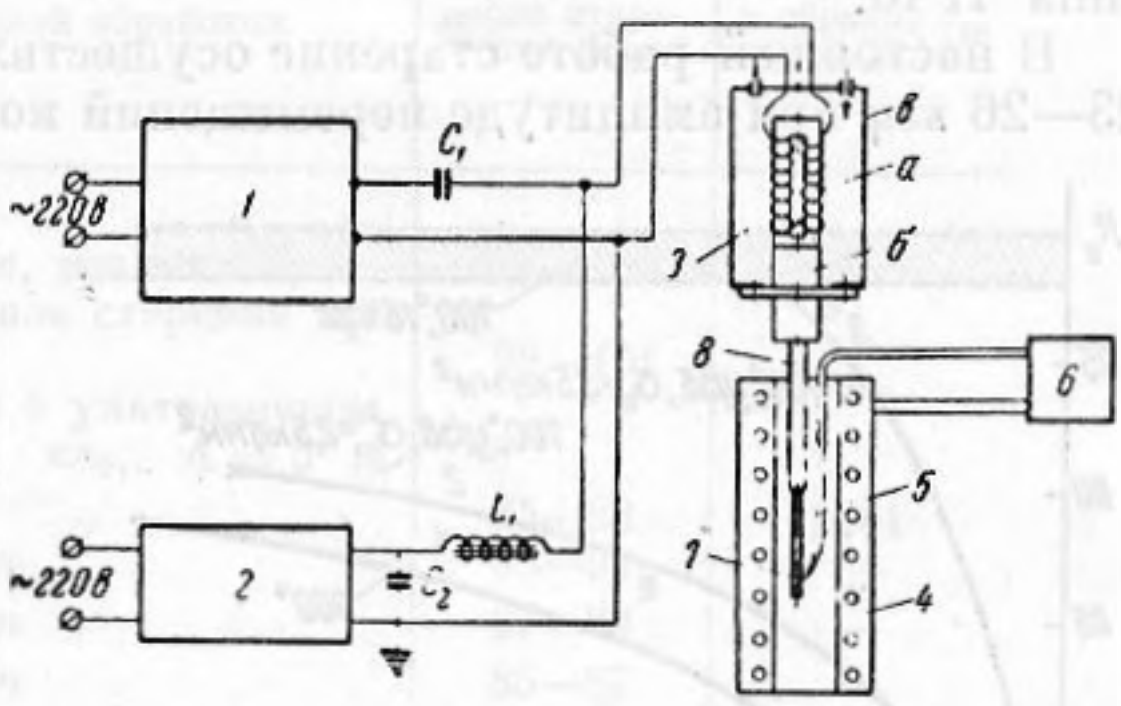
Фиг. 1

Для возбуждения в образце механических колебаний ультразвуковой частоты была использована ультразвуковая установка (принципиальная схема которой дана на фиг. 2), состоящая из генератора электрических колебаний *1*, селенового выпрямителя *2*, излучателя ультразвука *3* и электропечи *4* с термопарой *5* и терморегулятором *6*. Крепление образца *7* к излучателю ультразвука осуществлялось при помощи удлинителя *8* посредством резьбовых соединений.

Генератор электрических колебаний позволял получать выходную мощность до 800 *вт* при частоте от 7 до 100 *кгц*. Селеновый выпрямитель с автотрансформатором давал возможность получать выпрямленный ток в пределах от 0 до 40 *А*.

Излучатель ультразвука состоял из магнитострикционного пакета *а*, передающего стержня *б* и корпуса *в*. Пакет набран из пластин пермендюра толщиной 0,1 *мм* и имел габаритные размеры 30 × 30 × 100 *мм*. Пакет припаивался к передающему ультразвук стержню, который крепился к корпусу фланцем, расположенным в узле перемещений. Обмотка пакета выполнена проводом ЛПРГС сечением 1,5 *мм*², причем на каждую ножку пакета было намотано по 22 витка. Корпус герметизировался при помощи

резиновых прокладок и вибратор охлаждался проточной водой (на схеме условно показано стрелками). Система пакет — передающий стержень — удлинитель с образцом имела размеры, обеспечивавшие получение резонансной частоты 23—25 *кгц*. Трубчатая электропечь была приспособлена для вертикальной установки. Температура регулировалась терморегулятором типа КГЗХУ. Несколько образцов было испытано с применением более мощного излучателя с концентратором ультразвука (при частоте 20—22 *кгц*).



Фиг. 2

Испытания образцов проводились в следующей последовательности. Образец соединялся на резьбе с удлинителем, а удлинитель с передающим стержнем излучателя. Режим питания излучателя током устанавливался экспериментально для каждого образца с целью обеспечения одинаковой энергии колебаний во всех образцах, озвучиваемых на одном и том же вибраторе. Следует отметить, что благодаря удачно выбранным размерам и конфигурации образца и передающего стержня разогрев образца вследствие внутреннего трения при принятых параметрах ультразвука был незначителен.

После подбора режимов образец помещался в нагретую печь и прогревался (при выключенном ультразвуке) в течение 10—15 *мин* до заданной температуры. Затем проводилось старение образца в условиях «озвучивания». По прошествии заданного времени старения ультразвук выключался, образец вынимался из печи и подвергался дальнейшим исследованиям: замеру твердости и частичному фазовому анализу.

В нашем случае, в системе излучатель — передающий стержень — удлинитель — образец возбуждалась стоячая волна. При этом максимальные деформации и напряжения имели место в средней части образца, где и производились измерения твердости. В случае стоячей волны нельзя говорить об интенсивности ультразвука в образце *6*, так как участок образца длиною $\lambda/4$, заключенный между пучностью напряжений и ближайшим к нему узлом напряжений, не обменивается энергией с соседним участком. Его энергия постоянна и может быть определена по формуле $w = \frac{\pi}{8} s (\rho c) (\omega A)^2$, где s — площадь поперечного сечения, ρ — плотность материала образца, c — скорость звука в образце, $\omega = 2\pi f$ — круговая частота ультразвука, A — амплитуда перемещений конца образца, f — частота ультразвука.

Однако наиболее удобно (и достаточно) для практических целей оценивать знакопеременную упругую деформацию (изменяющуюся по синусоидальному закону) в каком-либо сечении образца по амплитуде напряжений и скорости их изменения (т. е. частоте). Напряжения в образце при возбуждении в нем упругих колебаний ультразвуковой частоты приближенно можно определить по формуле:

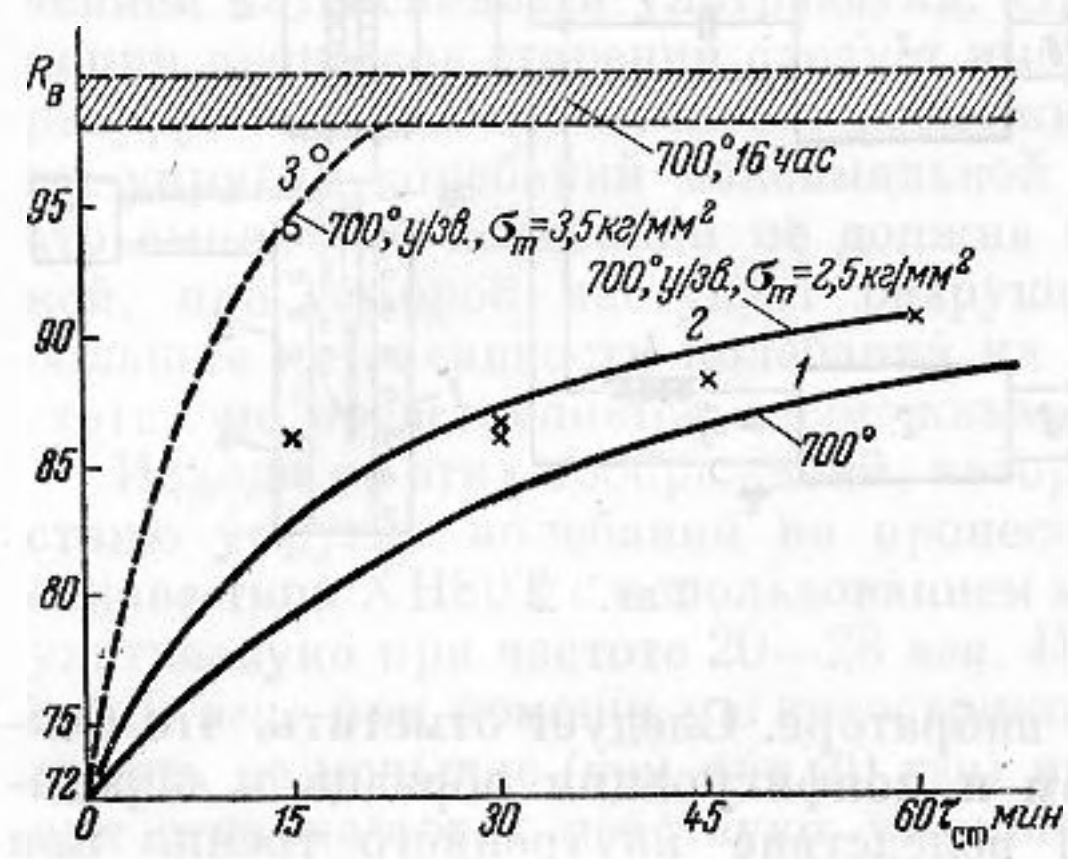
$$\sigma = -\sqrt{E\rho} \cdot \omega A \cdot \sin \frac{\omega x}{c} \cos \omega t,$$

где E — модуль упругости, t — время.

Амплитуда перемещений конца образца измерялась при помощи микроскопа. При этом на боковую поверхность у конца образца наклеивался кусочек черной бумаги с пылинками серебра. Измерения производились

на ненагретом образце. При нагреве образца изменение резонансной частоты продольных колебаний системы пакет — передающий стержень — удлинитель — образец было невелико и требовало лишь незначительной подстройки частоты (на величину до 1 *кгц*), что при низкой добротности резонансной системы не могло существенно повлиять на амплитуду перемещений. Измерение частоты осуществлялось при помощи частотомера типа ИЧ6.

В настоящей работе старение осуществлялось с ультразвуком частотой 23—26 *кгц* при амплитуде перемещений конца образца 5 μ при температурах 700, 750 и 800° и различных выдержках. Несколько образцов «озвучивалось» при температуре 700°, частоте 20—21 *кгц* и амплитуде перемещения около 8 μ. При этой амплитуде акустическая энергия в образце примерно в 2 раза выше, чем при амплитуде, равной 5 μ. Расчет показал, что в опытах с амплитудой перемещения 5 μ напряжения в образце составляли (при температурах старения 700°) $\sigma_m = (2{,}3—27)$ *кг/мм²*, а в опытах с амплитудой перемещения 8 μ $\sigma_m = (3{,}3—3{,}7)$ *кг/мм²*. Примененные режимы старения, характеристики ультразвуковой вибрации, расчетные значения напряжений в образце и значения твердости сплава до и после старения приведены в таблице.



Фиг. 3

На фиг. 3 представлены кривые дисперсионного твердения сплава при старении с ультразвуком и без него, $t_{ст}$ 700°. По ординате отложена твердость по Роквеллу R_B, по абсциссе — длительность старения. Штриховкой показана зона значений твердости, достигаемой данным сплавом при стандартном режиме старения (700°, 16 *час*). Как видно из рассмотрения кривых, старение с ультразвуком (кривые *2* и *3*) протекает быстрее, чем без ультразвука (кривая *1*), причем при больших напряжениях и переменных деформациях в образцах старение протекает значительно быстрее. В этом случае можно достигнуть твердости $R_B = 98—100$ за 20—25 *мин*, против 16 *час* при стандартном режиме старения. Иными словами, в данном случае старение совершается быстрее в 40—50 раз.

Очевидно, что механические колебания ультразвуковой частоты, подвергая кристаллическую решетку закаленного сплава многократной циклически повторяющейся деформации на растяжение — сжатие, способствуют усилению диффузионных процессов, приводящих к выделению дисперсных субмикроскопических частиц фаз-упрочнителей из пересыщенного твердого раствора. По-видимому, величина коэффициента диффузии легирующих элементов, принимающих участие в образовании упрочняющей фазы, возрастает за счет уменьшения теплоты активации диффузии.

Проведенный авторами частичный фазовый анализ, заключавшийся в определении весового количества (в процентах) интерметаллидной фазы посредством электролитического (анодного) растворения сплава при определенных условиях, подтвердил это предположение. При ультразвуковом старении за 15—17 *мин* (при $t = 700°$, $A = 8$ μ) выделилось из твердого раствора примерно такое же количество интерметаллидной фазы (8,62%, 8,91%), что и при стандартном, «статическом» старении при 700° в течение 16 *час* (8—9%). Это говорит о том, что интенсивный рост твердости при ультразвуковом старении является следствием не механического наклепа, а ускоренного выделения дисперсной интерметаллидной фазы. Это тем

Таблица

Режимы старения с ультразвуком сплава типа ХН80Т, значения твердости до и после старения и расчетных напряжений в «озвучиваемых» образцах

(Твердость старения R_B 68—72)

№ образца	Режим термической обработки	Твердость после старения R_B	Напряжения в образце σ_m *кг/мм²*
В1	Закалка 1080°, 8 *час*, воздух	—	—
В3	Закалка и стандартное старение при 700°, 16 *час*	98—101	
В6	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 700°$, $f = 24{,}3$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 30$ *мин*	85—88	2,61
В7	То же, $\tau_{ст} = 60$ *мин*	90—91	—
В8	То же, $\tau_{ст} = 45$ *мин*	87—89	—
В9	То же, $\tau_{ст} = 15$ *мин*	85—87	—
В10	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 800°$, $f = 25$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 15$ *мин*	93—96	2,53
В21	То же, $f = 23$ *кгц*, $\tau_{ст} = 30$ *мин*	96—98	2,33
В22	То же, $f = 23$—25 *кгц*, $\tau_{ст} = 60$ *мин*	97—101	2,33—2,53
В23	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 750°$, $f = 24{,}6$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 60$ *мин*	92—96	2,54
В24	То же, $f = 24{,}8$ *кгц*, $\tau_{ст} = 30$ *мин*	92—94	2,55
В25	То же, $f = 23{,}8$ *кгц*, $\tau_{ст} = 15$ *мин*	93—95	2,45
В26	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 800°$, $f = 25{,}2$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 42$ *мин*	97—98	2,55
В27	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 800°$, $f = 25{,}6$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 90$ *мин*	96—98	2,60
В29	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 700°$, $f = 23{,}3$ *кгц*, $A = 5$ μ, $\tau_{ст} = 30$ *мин*	83—89	2,51
В30	Закалка и статическое старение при 800°, $\tau_{ст} = 94$ *час*	88—90	—
В31	Закалка и стандартное старение при 700°, 16 *час*	98—100	—
В36	Закалка и старение с ультразвуком, $t = 700°$, $f = 20{,}6$ *кгц*, $A = 8$ μ, $\tau_{ст} = 15$ *мин*	93—95	3,55
В37	То же, $f = 20{,}3$ *кгц*, $\tau_{ст} = 17$ *мин*	96—98	3,50

более очевидно, поскольку деформации, которым подвергался сплав при озвучивании, были далеки от предела упругости.

Большой интерес представляют собой результаты, полученные после проведения опытов по «высокотемпературному» старению с ультразвуком, т. е. при температуре более высокой, чем при стандартном режиме для данного сплава. О результатах «высокотемпературного» старения сказано ниже.

Был проведен рентгеноструктурный анализ мелкодисперсной упрочняющей фазы, выделяющейся из твердого раствора при старении исследуемого сплава*. Рентгенографированию подвергались порошки интерметаллидов, выделенных из испытуемых образцов посредством анодного

* Рентгеноструктурный анализ выполнен инженером В. В. Латш.

растворения их в электролите следующего состава: 5 *г* лимонной кислоты, 5 *г* сульфата аммония, 600 *см*³ воды при плотности тока 0,06 *а/см*² и напряжении 12 *в*. Рентгенограммы снимались на универсальной рентгеновской установке для структурного и спектрального анализа типа УРС-70. Съемка велась в монохроматических лучах меди в нормальной дебаевской камере диаметром 57,3 *мм*. Образец цилиндрической формы изготовлялся путем продавливания кашицы, замешанной из исследуемого порошка на цапон-лаке, через капилляр диаметром 0,4 *мм*. В качестве монохроматора использовался кристалл пентаэритрита, а в качестве фильтра от флуоресцентного излучения — рентгеновская пленка. Режим съемки применялся следующий: ток 15 *мА*, напряжение 30 *кв*, экспозиция 20 *час*.

При расшифровке рентгенограмм было установлено, что при старении данного сплава (как обыкновенном, так и с применением ультразвука) из твердого раствора выпадает в мелкодисперсном состоянии упрочняющая метастабильная α'-фаза, обладающая кубической гранецентрированной решеткой с параметром $a = 3{,}57$ Å и имеющая химическую формулу типа $(Ni,Cr)_3(Al,Ti)$ [7].

Рентгенограммы микрокристаллических порошков упрочняющей фазы, выделенных из образцов, подвергавшихся стандартному режиму старения (700°, 16 *час*), имеют резко очерченные интерференционные линии. В случае же образцов, подвергающихся ускоренному старению с ультразвуком, наблюдалось расширение (размытие) линий рентгенограмм. Это свидетельствует о большей дисперсности упрочняющей фазы в этом случае, по сравнению с обыкновенным старением.

Расчет величины кристалликов упрочняющей α'-фазы производился по формуле [8]:

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta},$$

где D — размер кристаллика в направлении нормали к отражающей плоскости, λ — длина волны применяемого рентгеновского излучения, θ — угол Брегга, β — ширина интерференционной линии вследствие малости размера кристалликов, k — коэффициент, равный 0,9 — 1,1.

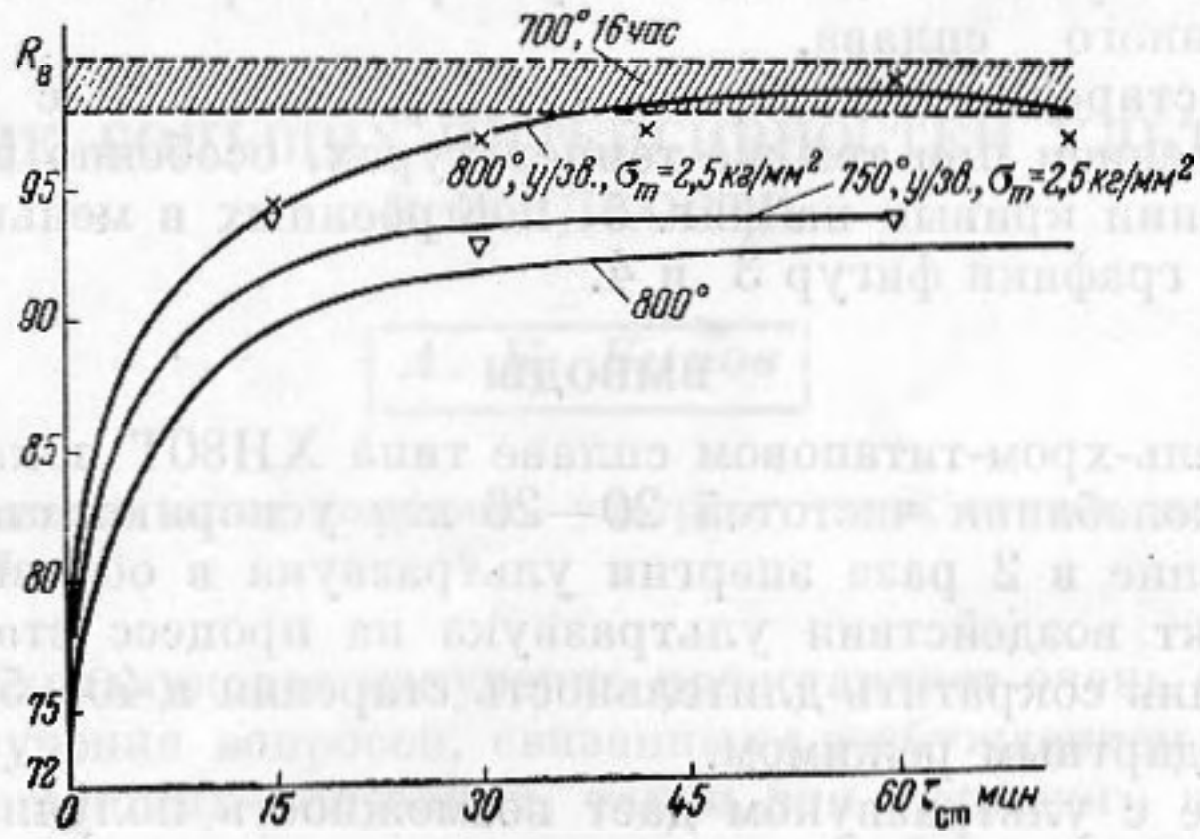
В результате обработки рентгенограмм было установлено, что размер субмикроскопических частиц упрочняющей α'-фазы в случае старения с ультразвуком при $t = 700°$ (образцы №№ 36 и 37) составлял 43—49 Å, против 70—80 Å при стандартном старении. Таким образом, размер частичек второй фазы при старении с ультразвуком оказался меньше в 1,63 раза, причем суммарное количество выпавшей второй фазы было одинаковым как при ультразвуковом, так и при обычном бездеформационном старении.

Полученные результаты позволяют сделать важное заключение о том, что ультразвуковые колебания не только интенсифицируют диффузионные процессы, что приводит к ускоренному дисперсионному твердению пересыщенных твердых растворов, но способствуют также повышению степени дисперсности выпадающей второй фазы. Последнее можно объяснить, по-видимому, тем, что механические колебания высокой частоты, упруго деформируя кристаллическую решетку сплава, способствуют возникновению в большом количестве новых центров кристаллизации второй фазы при старении, коими являются места искажения кристаллической решетки.

Более высокая степень дисперсности упрочняющей фазы при том же суммарном ее количестве обещает получить при ультразвуковом старении более высокий комплекс механических свойств по сравнению с обыкновенным старением, ибо, как известно, высокая степень дисперсности упрочняющей фазы обеспечивает, в частности, более высокую жаропрочность и одновременно большую пластичность сплава.

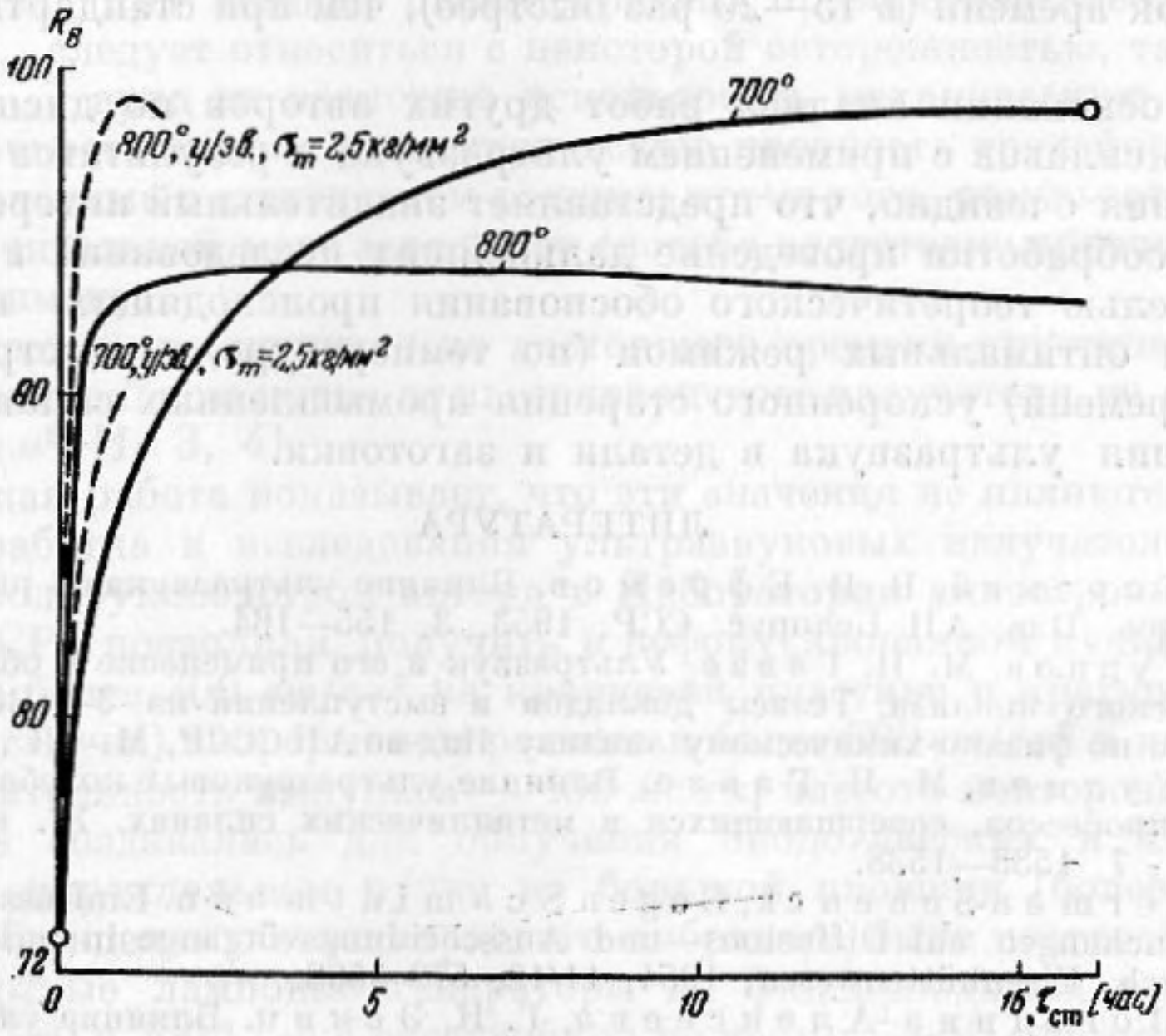
Несколько образцов были подвергнуты ультразвуковому старению при температурах выше оптимальной температуры стандартного старения

(700°), а именно— при $t = 750$ и 800°. На фиг. 4 даны соответствующие кривые изменения твердости во времени. Для сравнения приведена кривая изменения твердости для случая «статического» старения (без ультразвука) при температуре 800°, а также уровень твердости, соответствующий стандартному режиму старения для данного сплава (700°, 16 *час*).



Фиг. 4

Из рассмотрения графика видно, что в отличие от «статического» старения при 80 0°, когда максимальное значение твердости получается ниже, чем при стандартном режиме старения ($R_B = 93$), «высокотемпературное» старение с ультразвуком ($t = 800°$) дает возможность достигнуть уровня стандартного упрочнения ($R_B = 98$—100) за сравнительно короткий промежуток времени (45—60 *мин*, против 16 *час* при стандартном старении).



Фиг. 5

По-видимому, это явление можно объяснить тем, что ультразвук ускоряет процесс выделения из твердого раствора субмикроскопических фаз-упрочнителей в большей степени, чем ускоряет процесс коагуляции и растворения этих фаз, что, как известно, является причиной снижения «максимума твердости» при старении. Вследствие этого при высокой температуре достигается стандартная твердость, недостижимая при этой температуре без ультразвука и притом значительно быстрее, чем при

стандартном режиме старения. В этом случае процесс старения интенсифицируется не только благодаря ультразвуку, но и за счет высокой температуры.

Можно предположить, что, применив бо́льшие интенсивности ультразвуковых колебаний в случае «высокотемпературного» старения при 800°, удастся получить еще большее ускорение процесса дисперсионного твердения данного сплава.

Динамика старения с ультразвуком, сравнительно с обычным «статическим» старением при тех же температурах, особенно наглядно видна при рассмотрении кривых на фиг. 5, построенных в меньшем временно̀м масштабе, чем графики фигур 3 и 4.

ВЫВОДЫ

1. На никель-хром-титановом сплаве типа ХН80Т показано, что ультразвуковые колебания частотой 20—26 *кгц* ускоряют старение сплава.

2. Увеличение в 2 раза энергии ультразвука в образце значительно усилило эффект воздействия ультразвука на процесс старения данного сплава, позволив сократить длительность старения в 40—50 раз, по сравнению со стандартным режимом.

3. Старение с ультразвуком дает возможность получить более высокую степень дисперсности второй фазы, при том же суммарном ее количестве в сплаве.

4. Применение ультразвука при температуре старения 800°, значительно превышающей оптимальную температуру «статического» старения (700°), даже при малой мощности ультразвука позволило уменьшить влияние коагуляции и повышенной растворимости упрочняющей фазы, которые свойственны «высокотемпературному статическому старению», и получить нужное упрочнение сплава за значительно более короткий промежуток времени (в 15—20 раз быстрее), чем при стандартном режиме старения.

5. На основании анализа работ других авторов по дисперсионному твердению сплавов с применением ультразвука и результатов настоящего исследования очевидно, что представляет значительный интерес для практики термообработки проведение дальнейших исследований в данной области с целью теоретического обоснования происходящих процессов и выработки оптимальных режимов (по температуре, параметрам ультразвука и времени) ускоренного старения промышленных сплавов и способов введения ультразвука в детали и заготовки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ф. К. Горский, В. И. Ефремов. Влияние ультразвука на распад твердых растворов. Изв. АН Белорус. ССР, 1953, 3, 155—164.
2. Н. Т. Гудцов, М. Н. Гавзе. Ультразвук и его применение в области физико-химического анализа. Тезисы докладов и выступлений на 3-м Всесоюзном совещании по физико-химическому анализу. Изд-во АН СССР, М.—Л., 1955, стр. 34.
3. Н. Т. Гудцов, М. Н. Гавзе. Влияние ультразвуковых колебаний на протекание процессов, совершающихся в металлических сплавах. Ж. неорг. химии, 1956, 1, 7, 1533—1538.
4. Von Herman-Schenck, Eugen Schmidtmann. Einfluss von Wechselbeanspruchungen auf Diffusions—und Ausscheidungsvörgange in unlegierten Stählen. Arch. Eisenhüttenwesen, 1954, 11/12, 579—588.
5. К. М. Погодина-Алексеева, Г. И. Эскин. Влияние ультразвуковых колебаний на дисперсионное твердение и процессы при отпуске некоторых сплавов. Металловед. и обработка метал., 1956, 1, 42—44.
6. Г. С. Горелик. Колебания и волны. ГТТИ, М.—Л., 1950.
7. Н. И. Блок, А. И. Глазова, О. А. Дубовикова, С. Т. Кишкин, Н. Ф. Лашко. Методы исследования фазового состава сплавов на никель-хромовой основе. Завод. лаборат., 1954, 8, 903—909.
8. Ч. С. Барретт. Структура металлов. М., Металлургиздат, 1948.

Военно-воздушная инженерная академия
им. Можайского
Ленинград

Поступила в редакцию
8 октября 1957 г.—
5 июня 1958 г.