

## Низкотемпературная сверхпластическая деформация никелевого сплава ЭК79 с ультрамелкозернистой структурой смешанного типа

© 2024

Галиева Эльвина Венеровна\*<sup>1</sup>, кандидат технических наук, научный сотрудник

Классман Екатерина Юрьевна<sup>2</sup>, аспирант, инженер

Валитов Венер Анварович<sup>3</sup>, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа (Россия)

\*E-mail: galieva\_elvina\_v@mail.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047>

Поступила в редакцию 22.09.2023

Принята к публикации 03.11.2023

**Аннотация:** Одним из наиболее эффективных способов повышения технологической пластичности современных суперсплавов – жаропрочных никелевых сплавов – является формирование в объемных полуфабрикатах ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, которая является необходимым условием для реализации эффекта структурной сверхпластичности в технологических процессах изготовления изделий из таких сплавов. Одним из наиболее перспективных методов получения УМЗ структуры является деформационно-термическая обработка (ДТО) по схеме всесторонней изотермическойковки. Показано, что ДТО сплава ЭК79 с постепенным снижением температуры обработки с 0,88 до 0,62 Ts (где Ts – температура растворения упрочняющей фазы) приводит к трансформации исходной мелкозернистой структуры типа микродуплекс в УМЗ структуру смешанного типа. Такая смешанная УМЗ микроструктура состоит из: 1) относительно крупных (наследственных от мелкозернистой структуры) частиц  $\gamma'$ -фазы размером  $3,0 \pm 0,8$  мкм; 2) зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм; 3) упрочняющих когерентных внутризеренных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,05–0,1 мкм, выделяющихся при охлаждении с температуры ДТО до комнатной температуры. Сплав ЭК79, имеющий такую микроструктуру, при испытаниях на одноосное сжатие демонстрирует низкотемпературную сверхпластичность в диапазоне температур 800–1000 °С. Установлено, что повышение температуры деформации до 1000 °С приводит к укрупнению зерен  $\gamma$ -фазы до микронного размера. Сохранение сверхпластических свойств при наличии в структуре сравнительно крупных некогерентных частиц второй фазы ( $\gamma'$ -фазы), по-видимому, связано с тем, что деформация локализована в УМЗ компоненте.

**Ключевые слова:** жаропрочный никелевый сплав; ЭК79; упрочняющая фаза; микродуплексная структура; ультрамелкозернистая структура; низкотемпературная сверхпластичность; деформационно-термическая обработка; одноосное сжатие.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 22-79-00271, <https://www.rscf.ru/project/22-79-00271/>.

Электронно-микроскопические исследования и механические испытания проводились на базе Центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

**Для цитирования:** Галиева Э.В., Классман Е.Ю., Валитов В.А. Низкотемпературная сверхпластическая деформация никелевого сплава ЭК79 с ультрамелкозернистой структурой смешанного типа // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 19–27. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-2.

### ВВЕДЕНИЕ

Суперсплавы на основе никеля используются для изготовления газовых турбин в аэрокосмической и энергетической промышленности из-за их хороших механических свойств, таких как прочность при высоких температурах, сопротивление ползучести и усталостная долговечность, а также коррозионная стойкость [1–3]. Такие характеристики механических свойств достигаются за счет комплексного легирования современных суперсплавов, имеющих сложный химический состав, включающий более 10 легирующих элементов [1; 3; 4]. В этих сплавах требуемые значения эксплуатационных (служебных) свойств достигаются не только благодаря эффективному твердорастворному упрочнению тугоплавкими легирующими элементами, но и за счет выделения внутри зерен пластичной матричной  $\gamma$ -фазы

когерентных частиц, например упрочняющей  $\gamma'$ -фазы на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  [1; 5; 6].

Стремление разработчиков суперсплавов к достижению максимальных жаропрочных характеристик за счет усложнения химического состава и увеличения объемной доли упрочняющей  $\gamma'$ -фазы привело к резкому снижению их технологической пластичности и увеличению трудоемкости их деформационной обработки [5–7]. Например, сложнoleгированные суперсплавы типа ЭК79 и ЭП975, объемная доля упрочняющей  $\gamma'$  фазы в которых достигает 40 и 55 % соответственно, имеют низкую технологическую пластичность. Это обусловлено тем, что в указанных сплавах упрочняющая  $\gamma'$ -фаза выделяется из пересыщенного твердого раствора матрицы ( $\gamma$ -фазы) практически мгновенно в виде наноразмерных когерентных частиц сферической или кубовидной формы [5; 7]. Выделение таких частиц происходит

как при термической, так и при деформационно-термической обработке (ДТО). В последнем случае наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы выделяются прежде всего в приповерхностных слоях горячей заготовки, наружная поверхность которой интенсивно остужается в процессе ее переноса из высокотемпературной печи на штамп прессы и далее при последующей деформации. Это приводит к резкому снижению технологической пластичности и, как следствие, к образованию на боковой поверхности деформируемой заготовки из суперсплава сетки мелких трещин. При дальнейшей горячей штамповке это может привести к росту микротрещин вплоть до разрушения деформируемой заготовки.

Более технологичными являются суперсплавы типа Inconel 718 и его российский аналог ЭК61 (ХН58МБЮД), в которых упрочнение достигается за счет выделения наноразмерных частиц  $\gamma''$ -фазы ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) [8]. Расширение технологических возможностей при обработке труднодеформируемых жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) возможно за счет эффекта сверхпластичности (СП) и может быть достигнуто в результате формирования в указанных материалах ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической (НК) структуры [9–11]. Запатентованный в [9] методологический подход, заключающийся в проведении деформационно-термической обработки с поэтапным снижением температуры, позволяет обеспечить поэтапную трансформацию исходной крупнозернистой структуры в мелкозернистую типа микродууплекс. При последующем снижении температуры обработки достигается измельчение структуры до УМЗ состояния и далее вплоть до нанокристаллического состояния. Такой методологический подход оказался весьма эффективным при обработке других сплавов на основе алюминия, магния, титана и даже интерметаллидов на основе последнего [10]. Следует также отметить, что в статье [10] сформулированы принципы метода всесторонней изотермическойковки (ВИК), позволяющей получать однородные объемные наноструктурные полуфабрикаты металлов и сплавов, в том числе жаропрочных и интерметаллидных.

Одним из наиболее перспективных способов измельчения структуры в ЖНС является деформационно-термическая обработка [11–13], при проведении которой эффективно использование схемы (ВИК) [10; 14]. Так, в проведенной ранее работе [15] на примере сплава ЭП975 с тем же типом упрочняющей фазы было показано, что ДТО с поэтапным снижением температуры обработки приводит к получению УМЗ структуры смешанного типа, а сплав с такой структурой при испытаниях на одноосное растяжение демонстрирует максимальные

характеристики сверхпластичности ( $\delta=1320\%$ ;  $m=0,5$ ), достигаемые при температуре  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  и скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{ c}^{-1}$ .

Для оценки характеристик сверхпластических свойств традиционно используют метод изотермической деформации по схеме одноосного растяжения [16–18]. В случае использования сверхпластической деформации в традиционных технологических процессах (штамповка, ковка), которые осуществляются преимущественно по схеме одноосного сжатия, при изготовлении сложнопрофильной детали в ней будет возникать сложное напряженно-деформированное состояние, характеризующееся действием как растягивающих, так и сжимающих напряжений [15; 19; 20]. В частности, при традиционной штамповке детали в ее центральной зоне преимущественно будут действовать сжимающие напряжения, а на периферии в тангенциальном направлении – растягивающие напряжения [21; 22]. Поэтому при практическом использовании эффекта сверхпластичности в технологическом процессе изготовления деталей из конкретного труднодеформируемого суперсплава актуально не только определение оптимальных режимов получения из выбранного материала полуфабрикатов с УМЗ структурой, но и выявление особенностей микроструктурных изменений при последующей деформации по схеме одноосного сжатия.

Цель работы – исследование влияния деформационно-термической обработки на формирование ультрамелкозернистой структуры смешанного типа в сплаве ЭК79, а также оценка механических свойств такой структуры при испытаниях по схеме одноосного сжатия.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводились на жаропрочном никелевом сплаве ЭК79. В этом сплаве упрочнение достигается за счет выделения внутризеренных когерентных частиц  $\gamma'$ -фазы на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ . Химический состав исследуемого сплава ЭК79 представлен в таблице 1 и соответствует ГОСТ 5632-2014. Для сплава ЭК79 наиболее близким по химическому составу является известный сплав Utimet 520.

В качестве исходного материала использовалась деформированная заготовка диаметром 400 мм и толщиной 40 мм с однородной мелкозернистой структурой типа микродууплекс, из которой были вырезаны образцы размером  $40\times 50\times 70\text{ мм}^3$ . Для получения УМЗ структуры проводили ДТО образцов с использованием схемы ВИК, разработанной в ИПСМ РАН [15]. ДТО проводили на гидравлическом прессе, оснащенном изотермическим штамповым блоком, с усилием 6,3 МН, в диапазоне

Таблица 1. Химический состав жаропрочного никелевого сплава ЭК79  
Table 1. Chemical composition of the EK79 (EK79) heat-resistant nickel-based superalloy

Сплав	Содержание компонентов, мас. %												
	C	Cr	Co	V	W	Mo	Nb	Al	Ti	B	Si	Mn	La
ЭК79	0,06	11	14	0,5	2,5	4,5	2,7	3	2,6	≤0,01	≤0,30	≤0,04	≤0,08

температур (0,88–0,62)  $T_{\gamma'}$  ( $T_{\gamma'}$  – температура растворения  $\gamma'$ -фазы). Скорость деформации составляла  $\dot{\epsilon}=10^{-2}-10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

Микроструктуру изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMN и просвечивающего электронного микроскопа JEM-2000EX. Для проведения EBSD-анализа на различных структурных уровнях было получено несколько EBSD-карт с шагом сканирования от 0,06 до 5 мкм в зависимости от структурного состояния. В связи с особенностью метода EBSD из рассмотрения были исключены все малоугловые границы зерен с разориентировкой менее  $2^\circ$ . Испытания на сжатие проводились на универсальном динамометре Schenck RMS-100. Для испытаний на механическое одноосное сжатие использовали цилиндрические образцы диаметром 10 мм и высотой 15 мм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Формирование УМЗ структуры смешанного типа в сплаве ЭК79 при ДТО

Исходная микроструктура сплава ЭК79 со средним размером зерен  $\gamma$ -фазы 8–9 мкм и крупными некогерентными частицами – зернами упрочняющей  $\gamma'$ -фазы размером  $3,0\pm 0,8$  мкм представлена на рис. 1. Методом растровой и просвечивающей электронной микроскопии установлено, что в сплаве внутри зерен  $\gamma$ -фазы присутствуют дисперсные (0,2–0,3 мкм) когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы, которые обычно выделяются при охлаждении с температуры штамповки до комнатной температуры (рис. 1 а, 1 б). По данным EBSD-анализа установлено, что в исходной мелкозернистой структуре все зерна имеют различную ориентировку в пространстве, сама структура однородна (рис. 1 с).

Низкотемпературная ДТО в интервале температур (0,88–0,62)  $T_{\gamma'}$  с использованием схемы ВИК привела к формированию УМЗ структуры смешанного типа из УМЗ составляющей, представляющей собой смесь из некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы и зерен  $\gamma$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм. Объемная доля УМЗ составляющей превышает 80 %. Кроме того, в УМЗ структуре относительно равномерно распределены отдельные крупные частицы – зерна  $\gamma'$ -фазы глобулярной формы размером  $3,0\pm 0,8$  мкм (рис. 1 d, 1 f). Указанные крупные частицы хорошо выявляются по результатам EBSD-анализа (рис. 1 f). Вероятно, они были образованы ранее на высокотемпературной стадии ДТО, в процессе которой сформировалась исходная мелкозернистая микроструктура дуплексного типа. Доля относительно крупных выделений  $\gamma'$ -фазы в сплаве ЭК79 составляет 10 %. При охлаждении с температуры обработки в теле зерен  $\gamma$ -фазы выявляются темп когерентные наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы размером 0,05–0,1 мкм.

Следует отметить, что в исследуемом сплаве ЭК79 матричная  $\gamma$ -фаза и упрочняющая  $\gamma'$ -фаза имеют один и тот же тип кристаллической решетки – гранецентрированную кубическую решетку, причем параметры несоответствия решеток очень малы (менее 1 %). Поэтому применяемый метод EBSD-анализа не позволяет различить фазы между собой и воспринимает (представляет их) на EBSD-картах как одну фазу. По результатам анализа таких карт (рис. 1 с, 1 f) видно, что все

мелкие зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентные частицы-зерна  $\gamma'$ -фазы размером менее 1 мкм разделены высокоугловыми межзеренными ( $\gamma/\gamma$ ) границами с углом разориентировки более  $15^\circ$  и межфазными ( $\gamma/\gamma'$ ) границами, а также окрашены в разные цвета, что свидетельствует об их различной кристаллографической ориентировке. Обращает на себя внимание тот факт, что в крупных («наследственных») от микродуплексной структуры) частицах  $\gamma'$ -фазы выявляется градиент по цвету, т. е. цвет в пределах одного зерна меняет контраст, а в месте, где происходит смена контраста, выявляются субграницы, в которых наблюдается повышенная доля малоугловых границ (МУГ) (рис. 1 f). По-видимому, в процессе низкотемпературной ДТО происходит локальная деформация крупных частиц  $\gamma'$ -фазы по отдельным кристаллографическим плоскостям, что приводит к изменению формы крупных частиц: первоначальная округлая форма принимает по контуру неправильный вид в виде отдельных выступов. Вероятно, одновременно с процессом рекристаллизации, в результате которого произошло формирование УМЗ структуры (на EBSD-картах видны рекристаллизованные мелкие зерна, многие из которых свободны от дислокаций, что подтверждается данными просвечивающей электронной микроскопии), наблюдается деформация крупных некогерентных частиц-зерен  $\gamma'$ -фазы. Установлено, что доля МУГ в сплаве ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа составляет 25 %.

В отличие от крупных частиц  $\gamma'$ -фазы, в УМЗ составляющей (размером 0,3–0,5 мкм) при деформации наблюдается сохранение равноосной формы зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы, а также более низкая доля МУГ. Это свидетельствует, по-видимому, о частичном развитии на заключительной стадии низкотемпературной ДТО механизмов сверхпластической деформации, в частности основного механизма – зернограничного проскальзывания.

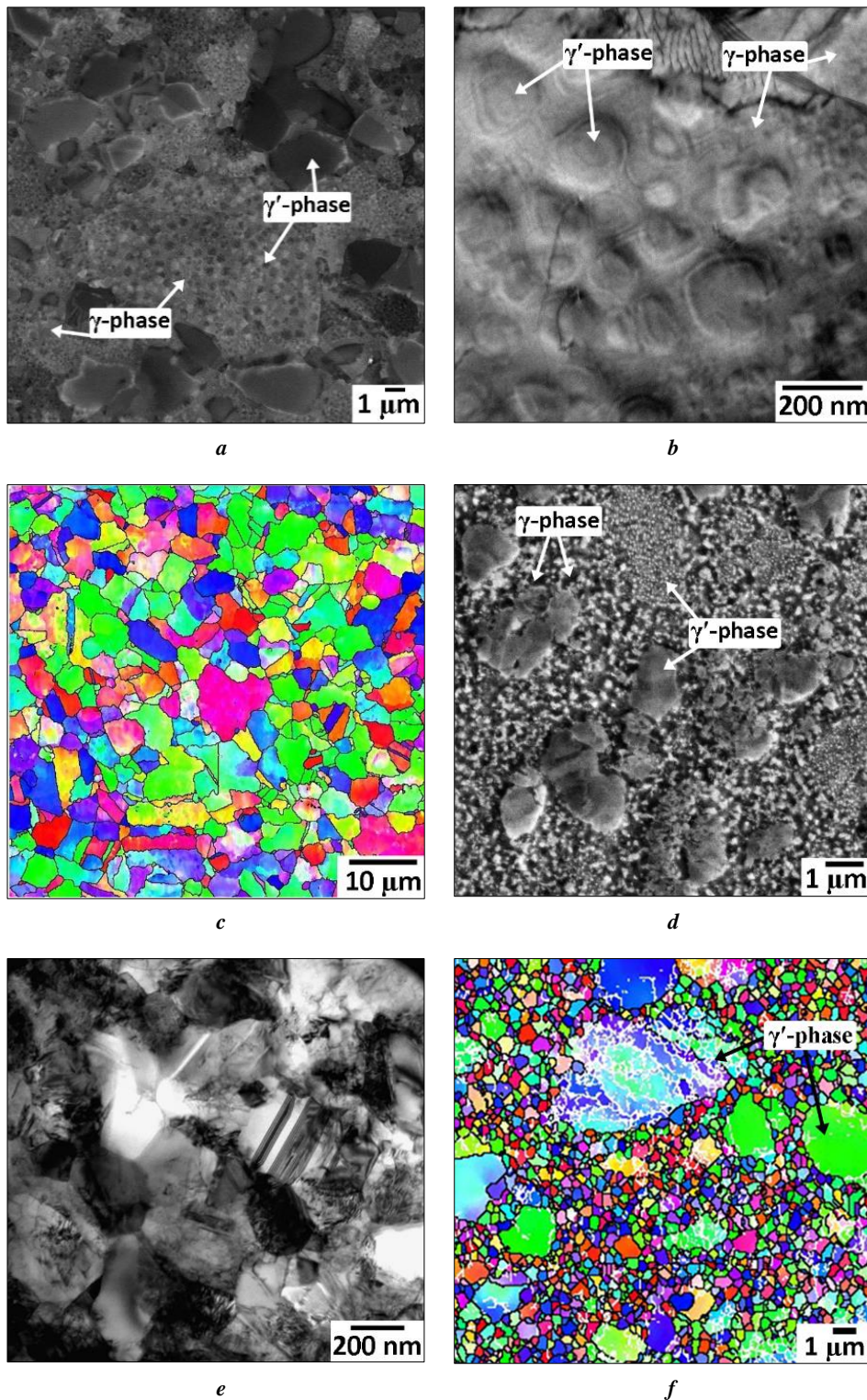
### Сверхпластическая деформация сплава ЭК79 с УМЗ структурой при одноосном сжатии

Данные результатов механических испытаний на одноосное сжатие сплава ЭК79 с УМЗ структурой приведены на рис. 2. Видно, что даже на начальной стадии деформации (5–10 %) в условиях относительно низких температур не обнаруживаются пики напряжения течения. С увеличением степени деформации наблюдается слабый монотонный рост напряжения течения. Более интенсивный рост значений напряжения течения при степенях деформации более 40 %, по-видимому, обусловлен увеличением контактного трения на торцевых поверхностях между деформируемой заготовкой и бойками.

### Микроструктурные исследования образцов после испытаний по схеме одноосного сжатия

Микроструктурные исследования образцов после испытаний по схеме одноосного сжатия представлены на рис. 3.

Анализ микроструктурных изменений после деформации ЭК79 с предварительно подготовленной УМЗ структурой свидетельствует о том, что в процессе низкотемпературной сверхпластической деформации наблюдается сохранение УМЗ структуры смешанного типа. Деформированные зерна свободны от дислокаций, также во многих зернах  $\gamma$ -фазы выявляются двойники.



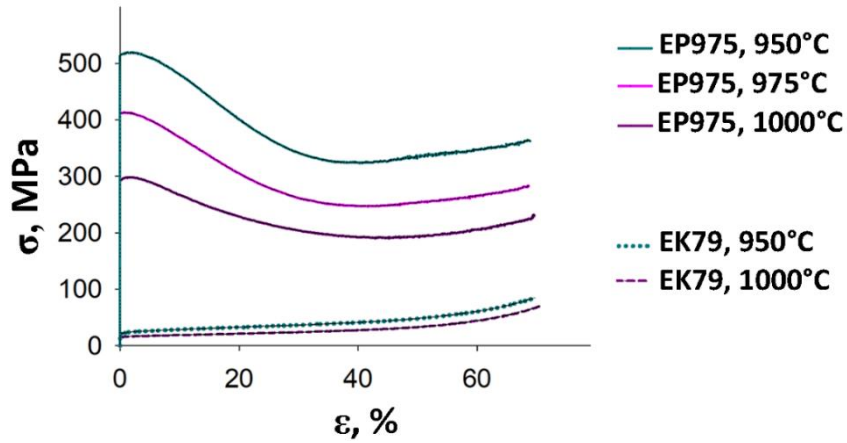
**Рис. 1.** Микроструктура сплава ЭК79: *a-c* – исходная; *d-f* – после ДТО  
**Fig. 1.** Microstructure of the EK79 superalloy: *a-c* – the initial state; *d-f* – after TMT

При этом сохраняется равноосная форма зерен, что свидетельствует о развитии основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания (рис. 3).

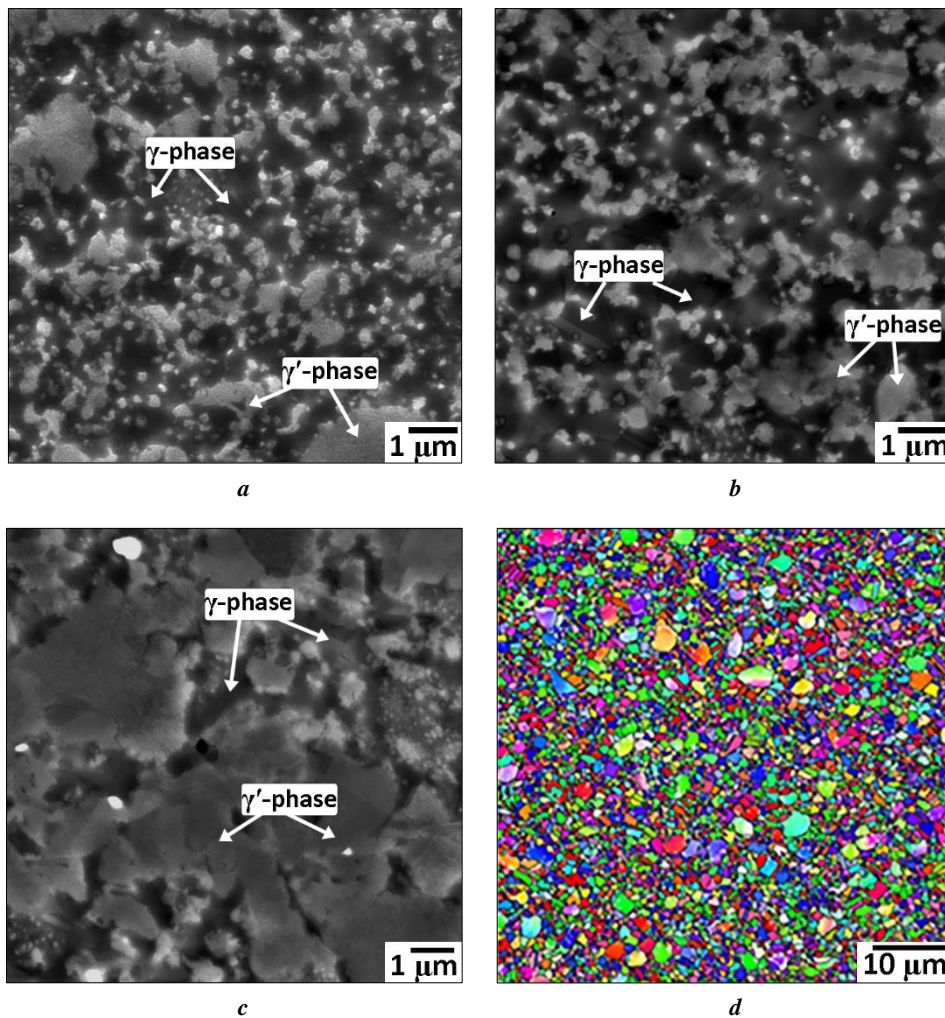
Микроструктурный анализ показал, что в сплаве ЭК79 в результате деформации по схеме одноосного сжатия при температуре 950 °С структура сплава стабильна. Повышение температуры деформации до 1000 °С приво-

дит к укрупнению зерен  $\gamma$ -фазы, что связано с частичным растворением более мелких (менее 1 мкм) частиц  $\gamma'$ -фазы, т. е. структура трансформируется в мелкозернистую структуру дуплексного типа. По EBSD-картам (рис. 3) видно, что структура характеризуется равномерно равноосной формой зерен. Сохранение равноосности является признаком того, что деформация происходит в условиях сверхпластичности.





**Рис. 2.** Механические свойства образцов из никелевых сплавов ЭП975 и ЭК79, испытанных при скорости  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (ЭП975 [Привод. по: 15, с. 83])  
**Fig. 2.** Mechanical properties of EP975 and EK79 nickel-based superalloys tested at a rate of  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (EP975 [Repr. from: 15, p. 83])



**Рис. 3.** Микроструктура суперсплава ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа после сверхпластического деформирования по схеме одноосного сжатия при  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и температуре: **a** – 900 °C; **b** – 950 °C; **c, d** – 1000 °C  
**Fig. 3.** Microstructure of the EK79 superalloy with the mixed-type UFG microstructure after superplastic deformation according to the uniaxial compression scheme at  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and temperatures of: **a** – 900 °C; **b** – 950 °C; **c, d** – 1000 °C

Исследованы различные области образцов: те, в которых происходит интенсивное развитие деформации, и те, в которых деформация практически отсутствует (рис. 4). Установлено, что в зонах образцов, участвующих в деформации (центр образца) рост размера зерна обусловлен как термическим влиянием, так и стимулированием деформацией, вследствие чего укрупнение зерен идет более интенсивно. В застойной зоне при осадке, где деформация практически отсутствует, рост зерна обусловлен воздействием высокой температуры, вследствие чего происходит частичное растворение  $\gamma'$ -фазы.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ полученных результатов свидетельствует о том, что в процессе низкотемпературной ДТО в поковках из сплава ЭК79 формируется УМЗ структура смешанного типа, в которой можно выделить три вида размеров частиц  $\gamma'$ -фазы: 1) относительно крупные (размером  $3,0 \pm 0,8$  мкм) – очевидно «наследственные» от исходной мелкозернистой микроструктуры типа микродуплекс; 2) УМЗ составляющая – зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентные частицы  $\gamma'$ -фазы размером  $0,3\text{--}0,5$  мкм; 3) упрочняющие внутризеренные частицы  $\gamma'$ -фазы размером  $0,05\text{--}0,1$  мкм, выделяющиеся при охлаждении с температуры ДТО до комнатной температуры.

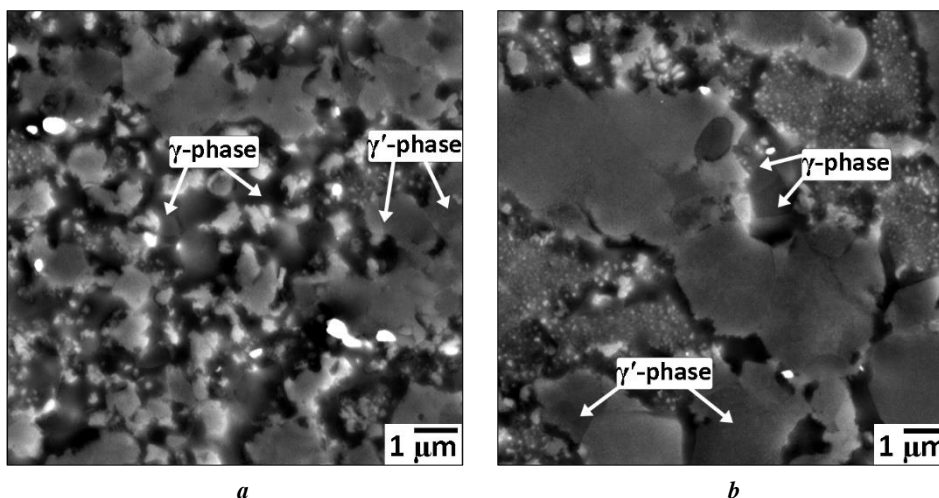
Формирование смешанной УМЗ структуры в сплаве ЭК79 в процессе низкотемпературной ДТО, по-видимому, обусловлено следующими обстоятельствами. Температура обработки достаточно низкая, а степень деформации и время, в течение которого формируется УМЗ структура, недостаточны для того, чтобы обеспечить развитие рекристаллизации в более крупных и прочных, чем матричная  $\gamma$ -фаза, частицах  $\gamma'$ -фазы, которые были унаследованы от микроструктуры дуплексного типа. Поэтому в процессе ДТО по выбранным режимам развитие рекристаллизации происходит преимущественно в мелких зернах пластичной  $\gamma$ -фазы

с исходной микродуплексной структурой, в которых дополнительно были выделены скоагулированные частицы  $\gamma'$ -фазы.

Сравнительный анализ механических свойств (рис. 2) сплава ЭП975, приведенных в работе [15], и сплава ЭК79, исследованного в данной работе, показал, что после деформации по схеме одноосного сжатия наблюдается существенное различие в уровне напряжений течения и в зависимости напряжений течения от степени деформации. В сплаве ЭП975 на начальной стадии деформации (2–5 %) наблюдается пик напряжения течения и последующее снижение. Такой вид зависимости может свидетельствовать о развитии при сверхпластической деформации процессов динамической рекристаллизации и, как следствие, может привести к формированию более мелкозернистой структуры. В то же время в сплаве ЭК79 в изученном температурно-скоростном интервале деформации такого пика не наблюдается. При одинаковых температурно-скоростных условиях деформации уровень напряжения течения в более легированном и более жаропрочном сплаве ЭП975 практически на порядок выше.

Согласно известным представлениям о формировании УМЗ структуры в ЖНС, представленным в работах [7; 12], на каждой стадии измельчение структуры достигается поэтапно: путем трансформации исходной крупнозернистой структуры в мелкозернистую дуплексного типа на высокотемпературной стадии ДТО и далее в УМЗ структуру на последующей низкотемпературной стадии ДТО. В данном случае исходная мелкозернистая структура типа микродуплекс в изучаемом сплаве должна была трансформироваться в полностью однородную УМЗ структуру. Однако в данной работе, как было отмечено выше, в сплаве ЭК79 сформировалась смешанная УМЗ структура. Очевидно, что в процессе ДТО рекристаллизация проходила преимущественно в более пластичной  $\gamma$ -фазе.

По сравнению со сплавом ЭП975 [15] заготовки из более пластичного и менее жаропрочного сплава ЭК79



**Рис. 4.** Микроструктура сплава ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа после сверхпластического деформирования по схеме одноосного сжатия при  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и  $T=1000 \text{ }^\circ\text{C}$ : **a** – центральная часть образца; **b** – застойная зона образца  
**Fig. 4.** Microstructure of the EK79 superalloy with the mixed-type UFG microstructure after superplastic deformation according to the uniaxial compression scheme at  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and  $T=1000 \text{ }^\circ\text{C}$ : **a** – central part of the specimen; **b** – stagnant zone of the specimen

были подвергнуты более интенсивной ДТО (температурный интервал был шире, чем в сплаве ЭП975, а температура окончания ДТО была ниже на 150 °С). Вероятно, этот факт обуславливает формирование более мелкозернистой структуры в сплаве ЭК79, поскольку более интенсивная ДТО при более низких температурах приводит к формированию новых центров рекристаллизации в виде фрагментов и субзерен с МУГ.

Значительная объемная доля УМЗ составляющей ( $\geq 80\%$ ), очевидно, играет решающую роль в реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности в сплаве ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа. Как известно [11; 16], сплавы с УМЗ структурой характеризуются большой долей межзеренных границ, что ведет к активизации основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания. Кроме того, увеличение протяженности границ зерен способствует активизации другого механизма сверхпластической деформации – диффузионной ползучести. Поэтому присутствие в УМЗ структуре небольшого количества относительно крупных частиц-зерен  $\gamma'$ -фазы, по-видимому, не оказывает значительного влияния на проявление эффекта низкотемпературной сверхпластичности в исследуемом материале.

## ВЫВОДЫ

1. Низкотемпературная деформационно-термическая обработка жаропрочного никелевого сплава ЭК79 приводит к преобразованию мелкозернистой структуры дуплексного типа в ультрамелкозернистую структуру смешанного типа.

2. Ультрамелкозернистая структура смешанного типа в сплаве ЭК79 состоит из зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм, наряду с которыми присутствуют относительно крупные частицы  $\gamma'$ -фазы размером до 3,8 мкм. При этом доля крупных частиц составляет около 10 %, а доля УМЗ составляющей превышает 80 %, что играет решающую роль в реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности.

3. Сплав ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа обладает термической стабильностью при температурах деформации не выше 950 °С, что обеспечивает необходимые условия для реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности в исследуемом сплаве даже при температурах 800–850 °С, которые соответствуют температурному интервалу старения. Анализ микроструктурных изменений деформированных по схеме одноосного сжатия образцов показал, что сохраняется равноосная форма зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером менее 1 мкм. Последнее свидетельствует о развитии основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания.

4. Повышение температуры деформации до 1000 °С приводит к трансформации УМЗ структуры в мелкозернистую структуру дуплексного типа.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Reed R. The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p.
2. Long Haibo, Mao Shengcheng, Liu Yinong, Zhang Ze, Han Xiaodong. Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys – A review // Journal of Alloys and Compounds. 2018. Vol. 743. P. 203–220. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.01.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224).
3. Pollock T.M., Sammy Tin. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties // Journal of Propulsion and Power. 2006. Vol. 22. № 2. P. 361–374. DOI: [10.2514/1.18239](https://doi.org/10.2514/1.18239).
4. Satyanarayana D.V.V., Eswara P.N. Nickel-Based Superalloys // Aerospace Materials and Material Technologies. 2016. P. 199–228. DOI: [10.1007/978-981-10-2134-3\\_9](https://doi.org/10.1007/978-981-10-2134-3_9).
5. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Летников М.Н., Мазлов И.С. Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 116–129. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129).
6. Mukhtarov S., Karyagin D., Ganeev A., Zainullin R., Shakhov R., Imayev V. The Effect of Forging and Heat Treatment Variables on Microstructure and Mechanical Properties of a Re-Bearing Powder-Metallurgy Nickel Base Superalloy // Metals. 2023. Vol. 13. № 6. Article number 1110. DOI: [10.3390/met13061110](https://doi.org/10.3390/met13061110).
7. Mukhtarov S.K., Imayev V.M., Logunov A.V., Shmotin Yu.N., Mikhailov A.M., Gaisin R.A., Shakhov R.V., Ganeev A.A., Imayev R.M. Recrystallization behavior and mechanical properties of a novel Re-containing nickel-base superalloy // Materials Science and Technology. 2019. Vol. 35. № 13. P. 1605–1613. DOI: [10.1080/02670836.2019.1633726](https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1633726).
8. Akca E., Gursel A. A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy // Periodicals of Engineering and Natural Sciences. 2015. Vol. 3. № 1. P. 15–27. DOI: [10.21533/pen.v3i1.43](https://doi.org/10.21533/pen.v3i1.43).
9. Utyashev F.Z., Kaibyshev O.A., Valitov V.A. Method for processing billets from multiphase alloys and the article: patent US № 6565683 B1, 2003. 14 p.
10. Мулюков Р.Р. Развитие принципов получения и исследование объемных наноструктурных материалов в ИПСМ РАН // Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 7-8. С. 38–53. EDN: [ADHGZ](https://www.edn.ru/ADHGZ/).
11. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials. Cambridge: Woodhead Publishing, 2020. 440 p.
12. Utyashev F.Z., Sukhorukov R.Yu., Valitov V.A. Theoretical Foundations of the Use of Severe Plastic Deformation for Formation of Ultrafine Grain Structure in Superalloys // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. 2021. № 3. P. 72–79. DOI: [10.3103/S1052618821090144](https://doi.org/10.3103/S1052618821090144).
13. Имаев В.М., Мухтаров Ш.Х., Логунов А.В., Ганев А.А., Шахов Р.В., Имаев Р.М. Влияние деформационно-термической обработки на микроструктуру и механические свойства нового высоколегированного никелевого сплава // Письма о материалах. 2019. Т. 9. № 2. С. 249–254. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-2-249-254](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-2-249-254).
14. Chamanfar A., Valberg H.S., Templin B., Plumeri J.E., Misiolok W.Z. Development and validation of a finite-element model for isothermal forging of a nickel-base



- superalloy // *Materialia*. 2019. Vol. 6. Article number 100319. DOI: [10.1016/j.mtla.2019.100319](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100319).
15. Galieva E.V., Klassman E.Yu., Gabbasov R.R., Stepukhov E.M., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of EK61 and EP975 wrought nickel-based superalloys with an ultrafine-grained structure // *Letters on materials*. 2023. Vol. 13. № 1. P. 79–84. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-1-79-84](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-1-79-84).
  16. Padmanabhan K.A., Balasivanandha S.P., Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imayev R.M., Ghosh S.Ch. Superplasticity. Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon. Berlin: Springer-Verlag GmbH, 2018. 526 p. DOI: [10.1007/978-3-642-31957-0](https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0).
  17. Lv Shaomin, Jia Chonglin, He Xinbo, Wan Zhipeng, Li Xinxu, Qu Xuanhui. Superplastic Deformation and Dynamic Recrystallization of a Novel Disc Superalloy GH4151 // *Materials*. 2022. Vol. 12. № 12. Article number 3667. DOI: [10.3390/ma12223667](https://doi.org/10.3390/ma12223667).
  18. Федоров А.А., Беспалов А.В., Комаров Р.С. Сверхпластичность жаропрочного никелевого сплава ЖС6-КП при высоких гидростатических давлениях // *Технология легких сплавов*. 2022. № 1. С. 67–75. DOI: [10.24412/0321-4664-2022-1-67-75](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2022-1-67-75).
  19. Wen Hongning, Jin Junsong, Tang Xuefeng et al. Systematic analysis of distinct flow characteristics and underlying microstructural evolution mechanisms of a novel fine-grained P/M nickel-based superalloy during isothermal compression // *Journal of Materials Science & Technology*. 2023. Vol. 162. P. 57–73. DOI: [10.1016/j.jmst.2023.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.03.042).
  20. Lu X.D., Zhang Y.W., Shi S.Y., Wen B., Su X., Du J.H. Hot deformation behavior of hard-to-deform Ni-based Alloy // *Journal of Physics: Conference Series*. 2021. Vol. 1777. Article number 012006. DOI: [10.1088/1742-6596/1777/1/012006](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1777/1/012006).
  21. Xu Xiao-yan, Ma Xiang-dong, Wang Hong, Ye Zhang, Chang Jian-wei, Xu Yao, Sun Guang-ai, Lu Wei-jie, Gao Yu-kui. Characterization of residual stresses and microstructural features in an Inconel 718 forged compressor disc // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2019. Vol. 29. № 3. P. 569–578. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64965-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64965-4).
  22. Galieva E.V., Akhunova A.Kh., Valitov V.A., Klassman E.Yu. Computer and physical modeling of multiple isothermal forging of EK61 superalloy // *Letters on materials*. 2022. Vol. 12. № 3. P. 243–248. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-243-248](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-243-248).
- REFERENCES**
1. Reed R. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge, Cambridge University Press Publ., 2006. 372 p.
  2. Long Haibo, Mao Shengcheng, Liu Yinong, Zhang Ze, Han Xiaodong. Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys – A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, vol. 743, pp. 203–220. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.01.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224).
  3. Pollock T.M., Sammy Tin. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties. *Journal of Propulsion and Power*, 2006, vol. 22, no. 2, pp. 361–374. DOI: [10.2514/1.18239](https://doi.org/10.2514/1.18239).
  4. Satyanarayana D.V.V., Eswara P.N. Nickel-Based Superalloys. *Aerospace Materials and Material Technologies*, 2016, pp. 199–228. DOI: [10.1007/978-981-10-2134-3\\_9](https://doi.org/10.1007/978-981-10-2134-3_9).
  5. Lomberg B.S., Ovsepyan S.V., Bakradze M.M., Letnikov M.N., Mazlov I.S. The application of new wrought nickel alloys for advanced gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2017, no. S, pp. 116–129. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129).
  6. Mukhtarov S., Karyagin D., Ganeev A., Zainullin R., Shakhov R., Imayev V. The Effect of Forging and Heat Treatment Variables on Microstructure and Mechanical Properties of a Re-Bearing Powder-Metallurgy Nickel Base Superalloy. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 6, article number 1110. DOI: [10.3390/met13061110](https://doi.org/10.3390/met13061110).
  7. Mukhtarov S.K., Imayev V.M., Logunov A.V., Shmotin Yu.N., Mikhailov A.M., Gaisin R.A., Shakhov R.V., Ganeev A.A., Imayev R.M. Recrystallization behavior and mechanical properties of a novel Re-containing nickel-base superalloy. *Materials Science and Technology*, 2019, vol. 35, no. 13, pp. 1605–1613. DOI: [10.1080/02670836.2019.1633726](https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1633726).
  8. Akca E., Gursel A. A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*, 2015, vol. 3, no. 1, pp. 15–27. DOI: [10.21533/pen.v3i1.43](https://doi.org/10.21533/pen.v3i1.43).
  9. Utyashev F.Z., Kaibyshev O.A., Valitov V.A. *Method for processing billets from multiphase alloys and the article*, patent US no. 6565683 B1, 2003. 14 p.
  10. Mulyukov R.R. Development of principles for the production and study of bulk nanostructured materials at the Institute of Applied Mathematics and Mathematics of the Russian Academy of Sciences. *Nanotechnologies in Russia*, 2007, vol. 2, no. 7-8, pp. 38–53. EDN: [IADHGZ](https://doi.org/10.1080/15475170701421111).
  11. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. *Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials*. Cambridge, Woodhead Publishing, 2020. 440 p.
  12. Utyashev F.Z., Sukhorukov R.Yu., Valitov V.A. Theoretical Foundations of the Use of Severe Plastic Deformation for Formation of Ultrafine Grain Structure in Superalloys. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2021, no. 3, pp. 72–79. DOI: [10.3103/S1052618821090144](https://doi.org/10.3103/S1052618821090144).
  13. Imaev V.M., Mukhtarov Sh.Kh., Logunov A.V., Ganeev A.A., Shakhov R.V., Imaev R.M. Effect of thermomechanical treatment on the microstructure and mechanical properties of a novel heavily alloyed nickel base superalloy. *Letters on Materials*, 2019, vol. 9, no. 2, pp. 249–254. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-2-249-254](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-2-249-254).
  14. Chamanfar A., Valberg H.S., Templin B., Plumeri J.E., Misiolok W.Z. Development and validation of a finite-element model for isothermal forging of a nickel-base superalloy. *Materialia*, 2019, vol. 6, article number 100319. DOI: [10.1016/j.mtla.2019.100319](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100319).
  15. Galieva E.V., Klassman E.Yu., Gabbasov R.R., Stepukhov E.M., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of EK61 and EP975 wrought nickel-based superalloys with an ultrafine-grained structure. *Letters on materials*, 2023, vol. 13, no. 1, pp. 79–84. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-1-79-84](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-1-79-84).



16. Padmanabhan K.A., Balasivanandha S.P., Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imayev R.M., Ghosh S.Ch. *Superplasticity. Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon*. Berlin, Springer-Verlag GmbH Publ., 2018. 526 p. DOI: [10.1007/978-3-642-31957-0](https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0).
17. Lv Shaomin, Jia Chonglin, He Xinbo, Wan Zhipeng, Li Xinxu, Qu Xuanhui. Superplastic Deformation and Dynamic Recrystallization of a Novel Disc Superalloy GH4151. *Materials*, 2022, vol. 12, no. 12, article number 3667. DOI: [10.3390/ma12223667](https://doi.org/10.3390/ma12223667).
18. Fedorov A.A., Bespalov A.V., Komarov R.S. Superplasticity of ZHS6-KP heat-resistant nickel alloy at high hydrostatic pressures. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2022, no. 1, pp. 67–75. DOI: [10.24412/0321-4664-2022-1-67-75](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2022-1-67-75).
19. Wen Hongning, Jin Junsong, Tang Xuefeng et al. Systematic analysis of distinct flow characteristics and underlying microstructural evolution mechanisms of a novel fine-grained P/M nickel-based superalloy during isothermal compression. *Journal of Materials Science & Technology*, 2023, vol. 162, pp. 57–73. DOI: [10.1016/j.jmst.2023.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.03.042).
20. Lu X.D., Zhang Y.W., Shi S.Y., Wen B., Su X., Du J.H. Hot deformation behavior of hard-to-deform Ni-based Alloy. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, vol. 1777, article number 012006. DOI: [10.1088/1742-6596/1777/1/012006](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1777/1/012006).
21. Xu Xiao-yan, Ma Xiang-dong, Wang Hong, Ye Zhang, Chang Jian-wei, Xu Yao, Sun Guang-ai, Lu Wei-jie, Gao Yu-kui. Characterization of residual stresses and microstructural features in an Inconel 718 forged compressor disc. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2019, vol. 29, no. 3, pp. 569–578. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64965-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64965-4).
22. Galieva E.V., Akhunova A.Kh., Valitov V.A., Klassman E.Yu. Computer and physical modeling of multiple isothermal forging of EK61 superalloy. *Letters on materials*, 2022, vol. 12, no. 3, pp. 243–248. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-243-248](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-243-248).

## Low-temperature superplastic deformation of the EK79 nickel-based superalloy with the mixed ultrafine-grained microstructure

© 2024

Elvina V. Galieva\*<sup>1</sup>, PhD (Engineering), researcher

Ekaterina Yu. Klassman<sup>2</sup>, postgraduate student, engineer

Vener A. Valitov<sup>3</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), leading researcher

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa (Russia)

\*E-mail: [galieva\\_elvina\\_v@mail.ru](mailto:galieva_elvina_v@mail.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047>

Received 22.09.2023

Accepted 03.11.2023

**Abstract:** One of the most effective ways to increase the processing plasticity of advanced superalloys (heat-resistant nickel-based alloys), is the formation of an ultrafine-grained (UFG) microstructure in bulk semi-finished products. Such a microstructure is a necessary condition for the manifestation of the structural superplasticity effect in the technological processes of manufacturing products from such superalloys. One of the most promising methods for producing UFG microstructures is thermomechanical treatment (TMT) according to the multiple isothermal forging scheme. It has been shown that the EK79 superalloy after TMT, with a gradual decrease in the processing temperature from 0.88 to 0.62 Ts (where Ts is the strengthening phase dissolution temperature) leads to the transformation of the initial microduplex fine-grained microstructure into a mixed UFG microstructure. Such a mixed UFG microstructure consists of: 1) relatively coarse (inherited from the fine-grain microstructure) particles –  $\gamma'$ -phase with a size of  $3.0 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ; 2)  $\gamma$ -grains, and incoherent  $\gamma'$ -phase particles with a size of  $0.3\text{--}0.5 \mu\text{m}$ ; 3) strengthening coherent intragranular  $\gamma'$ -phase particles with a size of  $0.05\text{--}0.1 \mu\text{m}$ , released upon cooling from the TMT temperature to room temperature. During uniaxial compression tests, the EK79 superalloy with such microstructure, demonstrates low-temperature superplasticity in the temperature range of  $800\text{--}1000 \text{ }^\circ\text{C}$ . It has been found that an increase in the deformation temperature up to  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ , leads to the increase of  $\gamma$ -phase grains to micron size. The maintenance of superplastic properties in the presence of relatively coarse incoherent particles in the microstructure of the second phase ( $\gamma'$ -phase) is apparently related to the fact that the deformation is localised in the UFG component.

**Keywords:** heat-resistant nickel-based superalloy; EK79; strengthening phase; microduplex microstructure; ultrafine-grained microstructure; low-temperature superplasticity; thermomechanical treatment; uniaxial compression.

**Acknowledgements:** The work was financially supported by the Russian Science Foundation grant No. 22-79-00271, <https://www.rscf.ru/project/22-79-00271/>.

Electron microscopic study and mechanical tests were carried out on the base of Collaborative Access Center “Structural and Physical-Mechanical Study of Materials” of IMSP of RAS.

**For citation:** Galieva E.V., Klassman E.Yu., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of the EK79 nickel-based superalloy with the mixed ultrafine-grained microstructure. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 19–27. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-2](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-2).