

В.В. Сидоров¹, О.Б. Тимофеева¹, В.А. Калицев¹, А.В. Горюнов¹

ВЛИЯНИЕ МИКРОЛЕГИРОВАНИЯ РЗМ НА СВОЙСТВА И СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОМ СПЛАВЕ ВКНА-25-ВИ

Исследовано влияние РЗМ (лантана и скандия) на долговечность сплава ВКНА-25-ВИ при испытании на длительную прочность при 1100°C, его сопротивление высокотемпературному окислению, а также микроструктура сплава до и после испытаний. Установлено, что наиболее эффективное влияние на свойства сплава оказал лантан: предел длительной прочности σ_{1000}^{1100} увеличился на 18 МПа, а величина привеса на образцах при испытаниях на жаростойкость при 1100°C за 300 ч уменьшилась в 2–2,5 раза. Структурные исследования металла до и после испытаний подтвердили полученные результаты.

Ключевые слова: интерметаллидный сплав, длительная прочность, микролегирование, жаростойкость, микроструктура.

V.V. Sidorov¹, O.B. Timofeeva¹, V.A. Kalitsev¹, A.V. Goryunov¹

EFFECT OF THE RARE-EARTH METAL MICROALLOYING UPON ВКНА-25-ВИ INTERMETALLIC ALLOY PROPERTIES AND PHASE TRANSFORMATIONS

The effect of rare-earth metals (La and Sc) upon ВКНА-25-ВИ alloy durability was studied during the tests of the long-term strength at 1100°C, high-temperature oxidation resistance along with the alloy microstructure prior to and after testing. It was stated, that the most efficient effect upon the alloy properties was produced by La (lanthanum); the long-term strength was increased by 18 MPa and the specimen weight gain was decreased by 2–2,5 times during the heat resistance test at 1100°C for 300 hours. The metal structural investigations confirmed the obtained results prior to and after tests.

Keywords: intermetallic alloy, long-term strength, microalloying, heat-resistance, microstructure.

¹ Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Для получения высоких и стабильных свойств литейных жаропрочных сплавов необходимо обеспечить получение металла с ультранизким содержанием примесей, что достигается путем подбора особо чистых по примесям шихтовых материалов и рафинированием расплава в процессе вакуумной плавки [1, 2]. Наряду с этим не менее эффективный метод повышения свойств литейных жаропрочных сплавов – это их микролегирование редкоземельными металлами (РЗМ). На основании проведенных систематических исследований и экспериментальных данных в ВИАМ была разработана технология микролегирования литейных и деформируемых жаропрочных никелевых сплавов РЗМ при получении деталей авиационных ГТД (рабочих и сопловых лопаток, дис-

ков, створок сопла и др.) для сплавов ЖС6У-ВИ, ЖСЗДК-ВИ, ЖС32-ВИ, ЭП975-ИД, ВЖ175-ИД и др. [3, 4].

Однако применительно к интерметаллидным никелевым сплавам типа ВКНА научно-исследовательские работы по микролегированию их РЗМ не проводились.

Поэтому целью данной работы являлось экспериментальное исследование влияния РЗМ на свойства и структурно-фазовые превращения в интерметаллидных никелевых сплавах типа ВКНА. В качестве объекта исследования взят современный перспективный сплав ВКНА-25-ВИ.

Сплав ВКНА-25-ВИ относится к литейным жаропрочным конструкционным материалам, созданным на основе соединения Ni_3Al и легированным небольшим количеством хрома, кобальта, молибдена, вольфрама, рения. Сплав отличается небольшой плотностью ($d=8,1$ г/см³) и может длительно работать при температуре газа – до 1200°C.

Выплавку сплава проводили в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 в тигле емкостью 20 кг. В качестве РЗМ в основном использовали лантан и, для сравнения, в небольшом объеме – скандий. Полученные слитки после механической обработки переплавляли методом направленной кристаллизации на установке УВНК-9 для получения монокристаллических заготовок с кристаллографической ориентацией $\langle 111 \rangle$. Из них изготовили образцы, которые прошли испытания при температуре 1100°C на длительную прочность по ГОСТ 10145 и на жаростойкость (по привесу) по ГОСТ 6130.

Анализ микроструктуры проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа фирмы «Jeol» (Япония).

Подготовку образцов осуществляли на оборудовании металлографического центра фирмы «Струерс». С помощью отрезного станка фирмы «Labotom» вырезали образцы в продольном (рабочая часть) и поперечном (головка) направлениях из разрушенных в результате испытаний на длительную прочность образцов. Затем образцы запрессовывали в полистирол на установке Laborpress-3 и готовили микрошлифы на шлифовально-полировальном станке RotoPol-21.

Следует отметить, что структурные изменения в головке образцов в процессе испытаний на длительную прочность происходят только под воздействием температуры, тогда как в рабочей части образцов такие структурные изменения происходят при комплексном влиянии температуры и напряжения.

Предварительно было изучено влияние расчетного содержания лантана (от 0,015 до 0,50%) на долговечность сплава ВКНА-25-ВИ при испытании на длительную прочность. Испытания проводили при 1100°C и $\sigma=95$ МПа. Было установлено, что кривая долговечности имеет максимум при оптимальном расчетном содержании лантана; при недостатке в сплаве лантана, а также при его избыточном содержании значения долговечности снижаются.

С использованием полученных результатов выплавлен сплав ВКНА-25-ВИ с введением оптимального расчетного содержания лантана и испытан на длительную прочность при 1100°C и значениях напряжения: 95, 100, 105 и 110 МПа.

Результаты испытаний на длительную прочность сплава ВКНА-25-ВИ с добавками оптимального количества лантана приведены в табл. 1. Для сравнения были проведены испытания сплава с добавкой такого же количества скандия.

Результаты испытаний на длительную прочность сплава ВКНА-25-ВИ при 1100°C

Микролегирование РЗМ	σ , МПа	τ , ч
С добавкой лантана	95	1428
	100	791
	100	1010
	105	617
	105	801
	110	238
С добавкой скандия	100	563
	100	703
По паспорту на сплав ВКНА-25-ВИ	95	500

Как видно из данных табл. 1, полученные значения долговечности на металле с РЗМ превышают паспортные характеристики сплава, при этом эффект от введения скандия получен в меньшей степени, чем от введения лантана.

На основании полученных результатов испытаний был построен график зависимости σ – τ (рис. 1), из которого видно, что полученные значения долговечности на металле с РЗМ лежат выше, чем паспортные характеристики сплава.

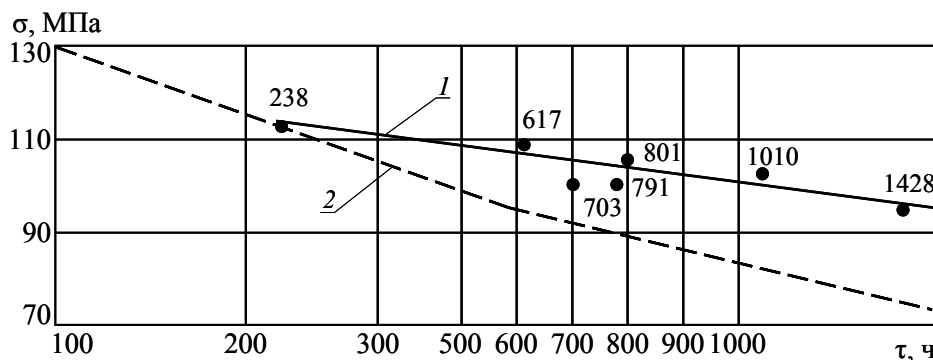


Рис. 1. Влияние микролегирования РЗМ (1) на длительную прочность сплава ВКНА-25-ВИ (МОНО <111>) при температуре испытаний 1100°C (2 – паспортные данные на сплав ВКНА-25)

Среднее значение предела длительной прочности сплава ВКНА-25-ВИ с лантаном при 1100°C на базе 1000 ч составило 98 МПа, тогда как по паспорту на этот сплав среднее значение предела длительной прочности при тех же параметрах испытаний равно 80 МПа. Таким образом, благодаря микролегированию сплава ВКНА-25-ВИ лантаном его предел длительной прочности $\sigma_{1000}^{1100^\circ}$ повысился на 18 МПа.

В табл. 2 приведены некоторые характеристики для сплава ВКНА-25-ВИ без лантана и с оптимальным содержанием лантана и для высокорениевого сплава ВЖМ1 (9%Re, 9%Ta) – для сравнения. Видно, что удельная длительная прочность сплава ВКНА-25-ВИ с лантаном, содержащего всего 1,4%Re, превосходит эту характеристику для высокорениевого сплава ВЖМ1.

Методом химико-спектрального анализа в сплаве ВКНА-25-ВИ определили остаточное содержание лантана в исходной шихтовой заготовке и после отливки монокристаллов; в последнем случае определяли содержание лантана в нижней и верхней частях заготовки. Результаты анализа показали, что в шихтовых заготовках остается 50–70% лантана (от расчетного содержания), а в монокристаллических отливках окончательно остается в верхней и нижней частях 5–20 и 10–30% соответственно. Умень-

шение содержания лантана связано с его взаимодействием с керамикой тигля и формы, угаром, а также с частичным окислением.

Таблица 2

Сравнительные характеристики литейных жаропрочных сплавов с монокристаллической структурой

Сплав	Содержание, %		σ_{1000}^{1100} , МПа	d , г/см ³	σ/d , км (усл. ед.)
	Re	Ta			
ВКНА-25 <111>	1,4	0	80*	8,1	0,99
ВКНА-25+La <111>	1,4	0	98	8,1	1,21
ВЖМ1 <001>	9,0	9,0	95*	9,09	1,04

* Паспортные значения.

Испытания на жаростойкость проводили на цилиндрических образцах $\varnothing 10$ мм и длиной 25 мм, изготовленных из монокристаллических заготовок сплава ВКНА-25-ВИ без лантана и с присадкой лантаном. Образцы выдерживали в термической печи при температуре 1100°C в течение ~100 ч, затем охлаждали и взвешивали, после чего испытания продолжались. Визуально наблюдали за состоянием поверхности образцов и образующейся окалиной во время и после испытаний. Также проводили металлографическое исследование микроструктуры на поперечных шлифах. Полученные кривые удельного изменения массы сплава ВКНА-25-ВИ без лантана и с присадкой лантаном в результате окисления на воздухе приведены на рис. 2.

Хотя интерметаллидный сплав ВКНА-25-ВИ, в отличие от сплавов типа ЖС, характеризуется более высокой жаростойкостью, путем микролегирования лантаном можно дополнительно повысить его жаростойкость.

При визуальном контроле поверхности образцов между циклами нагрева было выявлено, что образующаяся на образцах окалина имеет различную структуру и оттенок:

- на металле без РЗМ образовывалась окалина в виде крупных отслоившихся чешуек, которая имела серо-синий оттенок;
- на металле с лантаном она имела мелкодисперсную структуру с сине-зеленым и зеленоватым оттенками.

Окалина зеленого цвета на металле с лантаном свидетельствует о наличии в ней оксидов хрома с плотноупакованной кристаллической решеткой, которая препятствует окислению металла. Образование крупных чешуек на металле без РЗМ свидетельствует о плохой адгезии оксидной пленки с поверхностью металла, в то время как РЗМ препятствуют отслаиванию оксидной пленки при испытаниях, т. е. улучшают ее адгезию с металлом.

После испытания сплава ВКНА-25-ВИ на жаростойкость были проведены металлографические исследования образцов на приборе фирмы «Leica». Главным показателем стойкости сплава к высокотемпературному окислению является глубина поверхностной обедненной зоны. Глубина такой зоны минимальна на металле с добавками лантана и скандия и несколько больше на металле без РЗМ. Полученные результаты хорошо согласуются с характером кривых изменения удельной массы на рис. 2, а также с результатами работ [5, 6].

Исследовали микроструктуру сплава ВКНА-25-ВИ без РЗМ и с добавками лантана и скандия. Микроструктура сплава в литом состоянии представляет собой ячеисто-



Рис. 2. Влияние микролегирования сплава ВКНА-25-ВИ (МОНО <111>) лантаном на жаростойкость при температуре 1100°C

дендритную структуру, внутри дендритов имеет место развитая сеть субграниц. В междендритных участках наряду с более крупными частицами γ' -фазы неправильной формы и разного размера расположена эвтектика ($\gamma'+\beta$).

При исследовании микроструктуры сплава после испытаний на длительную прочность при 1100°C и $\sigma=95$ МПа было установлено, что, в отличие от сплава без лантана, в сплаве с лантаном происходит измельчение дендритной структуры (уменьшается расстояние между дендритами и размеры дендритов), а также улучшается морфология упрочняющей γ' -фазы за счет ее измельчения. Это положительно повлияло на характеристики длительной прочности. В разрушенных образцах отмечается коагуляция γ' -фазы и растворение эвтектики ($\gamma'+\beta$), а около места разрушения – огрубление структуры и вытягивание частиц γ' -фазы (образование «рафт»-структуры). В прослойках γ -твердого раствора наблюдаются выделения мелких частиц предположительно γ' -фазы, причем в металле с лантаном таких частиц значительно больше, а их размер значительно меньше.

Поскольку разрушение интерметаллидных сплавов происходит по прослойкам γ -твердого раствора, то дополнительное их упрочнение ультрамелкими частицами увеличивает долговечность сплава ВКНА-25-ВИ.

На электронном микроскопе исследовали микроструктуру монокристаллов сплава ВКНА-25-ВИ с микролегированием лантаном и скандием. Исследовали металл в литом состоянии после термической обработки при 1000°C , 4 ч (охлаждение на воздухе) и после испытаний на длительную прочность при 1100°C , $\sigma=100$ МПа. Время до разрушения образца с лантаном составило 990 ч, а со скандием: 791 ч. Микроструктура исследуемых образцов представлена на рис. 3. Установлено, что в сплаве с лантаном как до, так и после испытаний на длительную прочность морфология γ' -фазы в осях и межосных пространствах более мелкая, чем в металле со скандием. Это положительно повлияло на характеристики длительной прочности металла с лантаном.

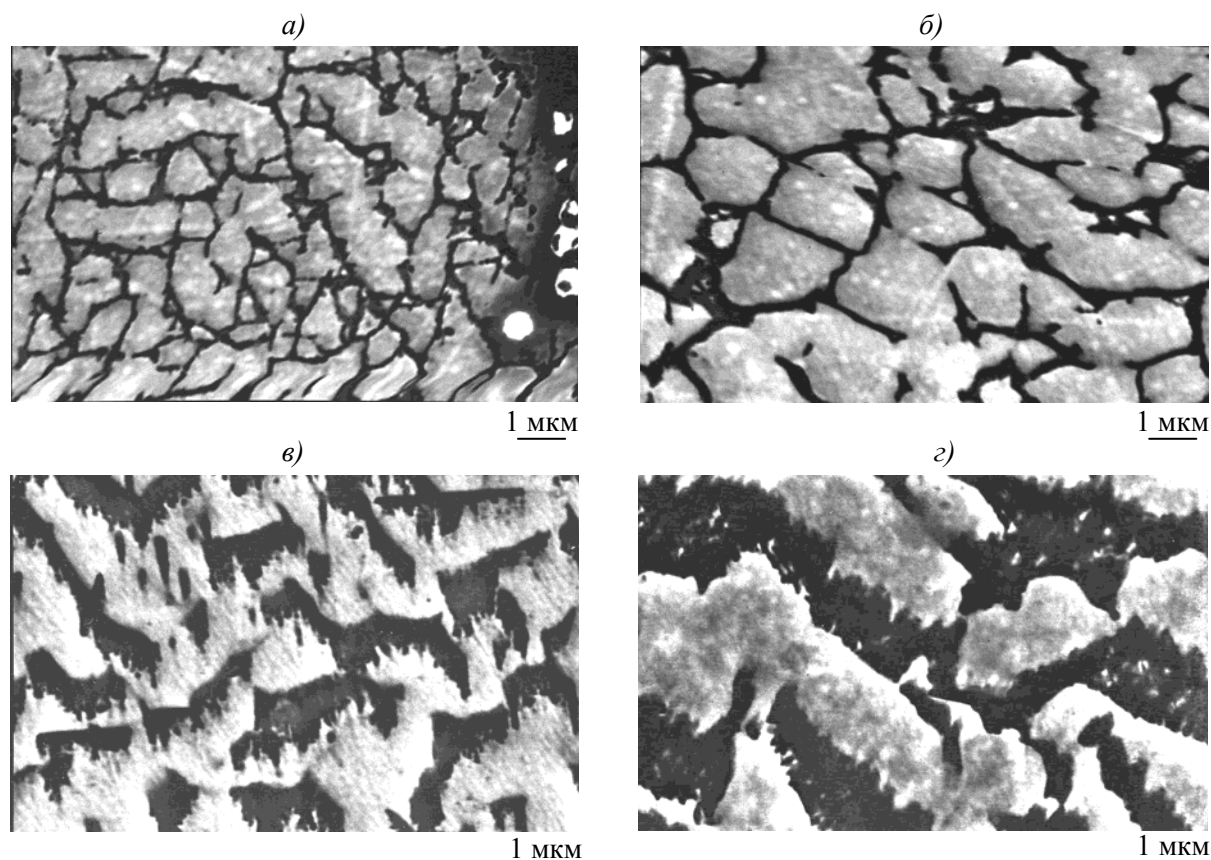


Рис. 3. Морфология γ' -фазы в межосных участках сплава ВКНА-25-ВИ (МОНО $\langle 111 \rangle$) в литом состоянии (а, б) и после испытаний на длительную прочность (в, г) при 1100°C (рабочая часть) с лантаном (а, в) и скандием (б, г)

Таким образом, в результате проведенной работы установлено, что благодаря микролегированию интерметаллидного никелевого сплава ВКНА-25-ВИ лантаном можно дополнительно повысить предел длительной прочности при температуре 1100°C, а также его жаростойкость. Структурные исследования сплава до и после испытаний подтвердили полученные результаты. Установленные в работе закономерности могут быть учтены при исследовании других интерметаллидных никелевых сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Логунов А.В., Сидоров В.В. Обеспечение ультравысокой чистоты металла – гарантия качества литейных жаропрочных сплавов //Металлы. 2000. №6. С. 40–46.
2. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г. Влияние примеси азота на структуру монокристаллов жаропрочного никелевого сплава ЖС30-ВИ и разработка эффективных способов его рафинирования //Авиационные материалы и технологии. 2012. №2. С. 32–36.
3. Каблов Е.Н., Логунов А.В., Сидоров В.В. Микролегирование РЗМ – современная технология повышения свойств литейных жаропрочных никелевых сплавов //Перспективные материалы. 2001. №1. С. 23–34.
4. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М. Особенности легирования и термической обработки жаропрочных никелевых сплавов для дисков газотурбинных двигателей нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2010. №2. С. 3–8.
5. Сидоров В.В., Петрушин Н.В., Макеев А.В., Чабина Е.Б., Калмыкова Н.А. Влияние лантана и иттрия на жаростойкость монокристаллов из жаропрочных высокорениевых никелевых сплавов //Авиационные материалы и технологии. 2005. №1. С. 7–15.
6. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 97–105.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N., Logunov A.V., Sidorov V.V. Obespechenie ul'travysokoj chistoty metalla – garantija kachestva litejnyh zharoprochnyh splavov [Providing ultra-high purity metal – a guarantee of quality casting of superalloys] //Metally. 2000. №6. S. 40–46.
2. Kablov D.E., Sidorov V.V., Min P.G. Vlijanie primesi azota na strukturu monokristallov zharoprochnogo nikel'evogo splava ZHS30-VI i razrabotka jeffektivnyh sposobov ego rafinirovaniya [Influence of nitrogen impurities on the structure of single-crystal superalloy nickel alloy ZHS30-VI and develop effective ways of refining its] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №2. S. 32–36.
3. Kablov E.N., Logunov A.V., Sidorov V.V. Mikrolegirovanie RZM – sovremennaja tehnologija povysheniya svoystv litejnyh zharoprochnyh nikel'evyh splavov [Microalloying REM - modern technology enhancing properties of cast heat-resistant nickel alloys] //Perspektivnye materialy. 2001. №1. S. 23–34.
4. Lomberg B.S., Ovsepjan S.V., Bakradze M.M. Osobennosti legirovaniya i termicheskoj obrabotki zharoprochnyh nikel'evyh splavov dlja diskov gazoturbinnnyh dvigatelej novogo pokolenija [Features alloying and heat treatment heat-resistant nickel alloys for turbine engine drives the new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2010. №2. S. 3–8.
5. Sidorov V.V., Petrushin N.V., Makeev A.V., Chabina E.B., Kalmykova N.A. Vlijanie lantana i ittrija na zharostojkost' monokristallov iz zharoprochnyh vysokorenievyh nikel'evyh splavov [Effect of lanthanum and yttrium on the heat resistance of single crystals of high-temperature high-rhenium nickel alloys] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2005. №1. S. 7–15.
6. Kablov E.N., Sidorov V.V., Rigin V.E., Gorjunov A.V. Sovremennye tehnologii poluchenija prutkovykh zagotovok iz litejnyh zharoprochnyh splavov novogo pokolenija [Modern technologies for bar stock of casting superalloys new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №5. S. 97–105.