

УДК 669.245.018.44

Б.С. Ломберг¹, А.А. Шестакова¹, М.М. Бакрадзе¹, Ф.Н. Карачевцев¹**ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ γ' -ФАЗЫ
РАЗМЕРОМ МЕНЕЕ 100 нм В ЖАРОПРОЧНОМ
НИКЕЛЕВОМ СПЛАВЕ ВЖ175-ИД**

DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-3-10

Приведен анализ развития системы легирования деформируемых жаропрочных никелевых сплавов, применяемых для дисков газотурбинных двигателей. Описаны основные фазовые составляющие и их вклад в упрочнение. Показано изменение морфологии γ' -фазы в зависимости от ее количества в сплавах. На примере высокожаропрочного сплава ВЖ175-ИД исследована стабильность частиц γ' -фазы размером менее 100 нм после каждого этапа термической обработки, а также после изотермических выдержек при температурах эксплуатации материала.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, микроструктура, γ' -фаза, наночастица, термическая стабильность, изотермическая выдержка.

B.S. Lomberg¹, A.A. Shestakova¹, M.M. Bakradze¹, F.N. Karachevtsev¹**THE INVESTIGATION OF THE STABILITY
OF γ' -PHASE WITH SIZE BELOW 100 nm
IN Ni-BASE SUPERALLOY VZh175-ID**

The analysis of the evolution of the alloying system of cast&wrought Ni-base superalloys for jet-engine disk application is presented in the article. Main phase components and their contribution in strengthening are described. The changing of the morphology of γ' -phase against its amount in the alloys is shown. By the example of high rupture strength VZh175-ID alloy the stability of γ' -phase with size below 100 nm after each step of heat-treatment is investigated. This one is also carried out after isothermal exposures at material exploitation temperatures.

Keywords: Ni-base superalloy, microstructure, γ' -phase, nanoparticle, thermal stability, isothermal exposure.

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

Введение**Легирование никелевых сплавов для дисков ГТД**

Высоколегированные жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) в настоящее время являются основными материалами для дисков последних ступеней компрессора высокого давления (КВД) и дисков турбины высокого давления (ТВД) перспективных газотурбинных двигателей (ГТД). Данные материалы после полной термомеханической обработки способны работать в условиях градиента температур и неравномерного напряженного состояния по сечению детали [1–3].

Для удовлетворения требований конструкторов по рабочим температурам и служебным характеристикам, предъявляемым к дискам ГТД, в 50-е годы XX века начался переход от деформируемых хромомолибденовых и хромоникелевых сталей к сплавам на никелевой основе [4]. Лидирующие позиции в области разработки ЖНС для ответственных деталей ГТД

занимали специалисты Всероссийского научно-исследовательского института авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ»).

Первый дисковый сплав данного класса марки ЭИ437 и его различные модификации (ЭИ437А, ЭИ437Б, ЭИ437БУ) содержали ~21% (по массе) хрома, что соответствовало наиболее распространенному сплаву нихрому 80/20, применявшемуся для нагревательных элементов в качестве жаростойкого сплава с высоким омическим сопротивлением. Главной особенностью дискового сплава стало добавление 0,8% (по массе) алюминия и 2,6% (по массе) титана. Данные элементы позволили сформировать ~10% γ' -фазы, которая и определила особый комплекс механических свойств новой композиции. Микролегирование бором сплава-модификации марки ЭИ437БУ позволило дополнительно повысить жаропрочность благодаря специфическому воздействию бора на границы зерен [5].

В дальнейшем материаловеды при разработке ЖНС постепенно усложняли систему легирования

[6]: в сплав ЭИ698 (1958 год) были введены тугоплавкие элементы (ниобий и молибден), которые комплексно упрочнили сплав и повысили его рабочую температуру до 750°C. Ниобий также сыграл важную роль в образовании карбидов NbC и снизил вероятность образования охрупчивающих карбидов нежелательной морфологии на основе хрома (Cr₂₃C₆). Для повышения технологичности при деформации, а также дополнительного упрочнения матрицы, в 1969 году при разработке сплава ЭП742 применили легирование кобальтом, а для усиления дисперсионного упрочнения повысили количество алюминия и титана. Для упрочнения твердого раствора в сплав следующего поколения марки ЭК151 (1989 год) добавили вольфрам, а для повышения жаростойкости ввели ванадий.

Высокожаропрочный сплав ВЖ175 [7], разработанный в 2006 году, по содержанию и количеству основных легирующих элементов близок к сплаву ЭК151, однако изменение соотношения между основными γ'-образующими элементами позволило увеличить объемное содержание γ'-фазы. Это привело к существенному росту механических свойств сплава. Для повышения прочности границ зерен, особенно при высоких температурах, при разработке сплава ВЖ175 также применено комплексное микролегирование бором, магнием и редкоземельными элементами (РЗЭ): лантаном, скандием и церием.

Современные подходы к разработке новых сплавов для дисков ГТД на основе никеля заключаются в оптимизации системы легирования Ni-Co-Cr-W-Mo-V-Ta-Al-Ti-Nb-C, а также введении в сплавы РЗЭ, способных повысить качество материала при выплавке и упрочнить границы зерен материала вследствие образования новых фаз и стабилизации диффузионных процессов [8–10].

Повышение количества легирующих элементов (рис. 1), а также совершенствование технологических процессов обработки материала привело к увеличению содержания упрочняющей γ'-фазы с 10% (сплав ЭИ437) до ~52% (сплав ВЖ175), что, в свою очередь, позволило повысить весь комплекс эксплуатационных свойств материала.

Фазовый состав никелевых сплавов для дисков ГТД

Многолетние исследования ЖНС показали, что не только химический состав, но и структура являются факторами, в равной степени определяющими надежную работоспособность дисков ГТД. Все вышеуказанные сплавы являются гетерофазными поликристаллическими материалами. Чаще всего выделяют несколько видов основных фаз в ЖНС: твердый раствор γ-матрицы, когерентная ей γ'-фаза на основе интерметаллида Ni₃Al, карбиды и бориды на основе хрома и тугоплавких элементов. В работе [11] авторы дают более детальное описание γ'-фазы, подразделяя ее на первичную, вторичную и третичную в зависимости от момента образования в сплаве, характерной морфологии и размера. При этом первичная фаза имеет размер от 1 до 10 мкм, формируется в сплаве после выплавки или переплавов и может оказать значительное влияние на все стадии технологического процесса обработки материала, так как сдерживает рост зерна. Вторичная γ'-фаза размером 0,1–1 мкм зарождается в процессе закалки материала, размер и количество данной фазы в основном зависит от скорости охлаждения и температуры нагрева под закалку. Следует отметить, что именно вторичная фаза оказывает максимальный вклад в дисперсионное упрочнение никелевых сплавов. Фаза размером <0,1 мкм получила в зарубежных источниках название «третичная» (далее – наноразмерная), она зарождается на конечных этапах термической обработки – преимущественно во время старения. Общий вид микроструктуры современных ЖНС на примере сплава ВЖ175-ИД приведен на рис. 2.

Первичная фаза сохраняется при нагревах до температуры сольвус γ'-фазы, после чего происходит ее растворение и переход в твердый раствор. Последующее охлаждение (даже достаточно быстрое в масле или воде) не позволяет полностью зафиксировать гомогенный твердый раствор и приводит к выделению мелкой вторичной фазы. При более низких температурах (<900°C) формируется наноразмерная фаза, ее морфология будет зависеть не только от скорости закалки, но и от общего объемного содержания, а также значения

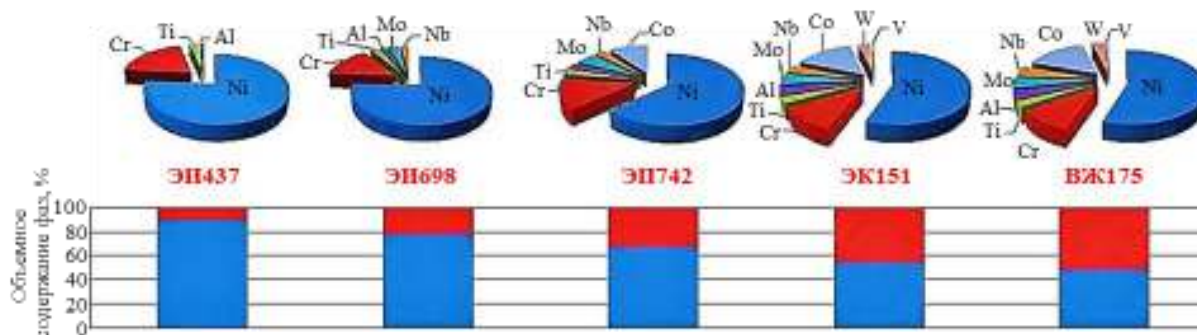


Рис. 1. Эволюция химического и фазового состава (■ – матрица; ■ – γ'-фаза) жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД

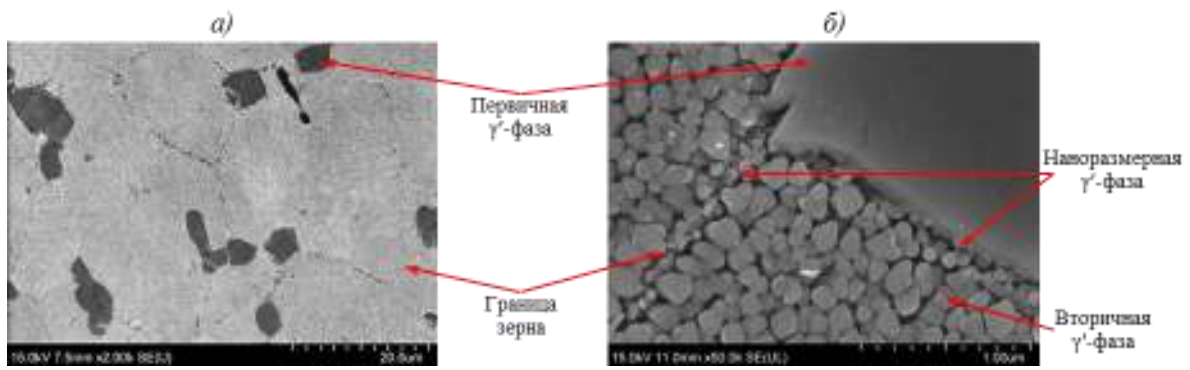


Рис. 2. Общий вид микроструктуры (*a* – $\times 2000$; *b* – $\times 50000$) сплава ВЖ175-ИД после термической обработки

мисфита γ/γ' – величины несоответствия решеток матрицы и фазы. На рис. 3 приведены микроструктуры сплавов ЭП742-ИД, ЭК151-ИД и ВЖ175-ИД после стандартной термической обработки (закалка и двойное старение).

Жаропрочные никелевые сплавы данного класса характеризуются переменной областью растворимости γ' -фазы в матрице во всем температурном интервале существования этой фазы. В связи с этим в сплавах (особенно по границам

зерен) могут проходить процессы распада и/или коагуляции γ' -фазы разной дисперсности [12]. Пример такого изменения приведен на рис. 4. Причиной инициирования данного процесса может стать изменение температуры или напряжения, что смещает энергетическое равновесие по границам зерен, приводя к процессам перераспределения химических элементов и фаз.

Взаимосвязи изменения вторичной γ' -фазы при термической обработке при разных химических

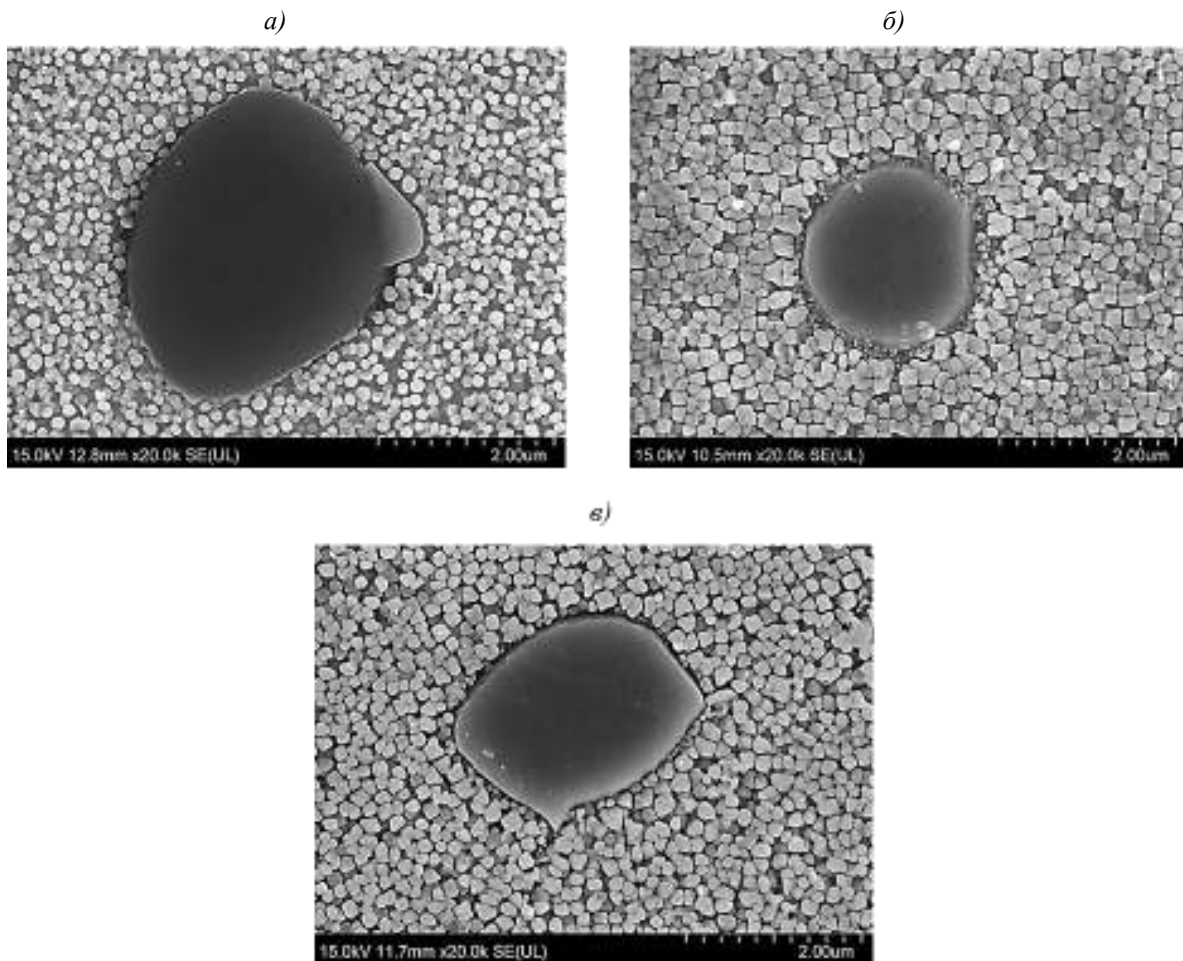


Рис. 3. Структура ($\times 20000$) γ' -фазы разной дисперсности после полной термической обработки сплавов ЭП742-ИД (*a*), ЭК151-ИД (*b*) и ВЖ175-ИД (*c*)

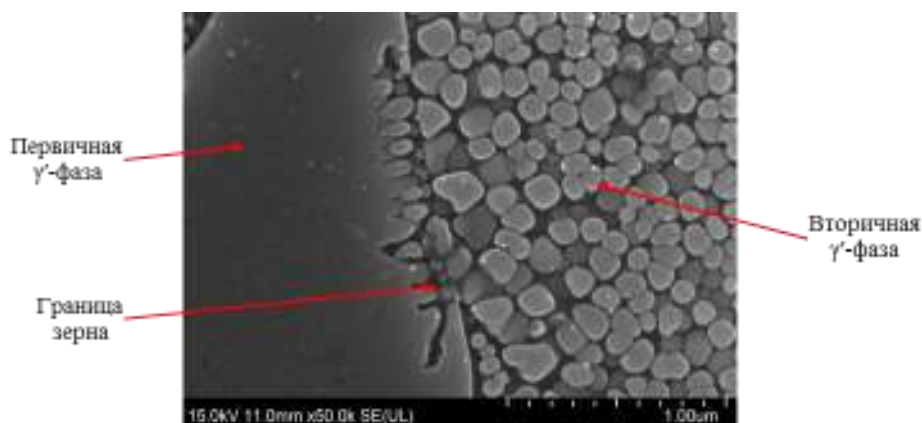


Рис. 4. Процессы изменения γ' -фазы в сплаве ВЖ175-ИД на границе зерен ($\times 50000$)

составах ЖНС, а также ее влиянию на механические свойства сплавов посвящено достаточно большое количество зарубежных и отечественных работ [13–18]. Однако благодаря современным методам электронных металлографических исследований [19], позволяющим получать изображения структуры при больших увеличениях (десятки тысяч крат) с высоким разрешением, появилась возможность более детально исследовать мелкодисперсную γ' -фазу размером < 100 нм. В данной работе приведены результаты исследования стабильности наноразмерной γ' -фазы в сплаве ВЖ175-ИД при изотермических выдержках в интервале рабочих температур без воздействия напряжений.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 9.7. «Высокотемпературные деформируемые сплавы и композиционные материалы, упрочненные тугоплавкими металлическими волокнами и частицами, карбидами, нитридами и др., истираемые уплотнительные материалы» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [2].

Материалы и методы

Исследовали высокожаропрочный деформируемый сплав ВЖ175-ИД на основе никеля системы легирования Ni–Co–Cr–W–Mo–V–Al–Ti–Nb–C. Сплав для проведения исследований получен методом вакуумно-индукционной выплавки с последующим вакуумно-дуговым переплавом. Далее слитки подвергали подпрессовке на горизонтальном прессе и многоступенчатой изотермической деформации в двухфазной ($\gamma+\gamma'$)-области с промежуточными отжигами [20].

Термическую обработку материала проводили в лабораторной камерной печи сопротивления типа СНОЛ. Температуры нагрева под закалку и двойное старение стандартны для сплава ВЖ175 [21, 22]. С целью наиболее точной фиксации структуры охлаждение образцов для последующего изготовления микрошлифов проводили в воде.

Для исследования температурной стабильности наноразмерной γ' -фазы выбраны две выдержки: 2 и 12 ч. Заготовки после полной термической обработки (ПТО) нагревали и выдерживали при температурах от 550 до 800°C (с шагом в 50°C).

Образцы для исследования на растровом электронном микроскопе изготавливали на оборудовании фирмы Struers шлифованием с последующей полировкой суспензиями различной зернистости (от большей к меньшей). Исследование микроструктуры образцов проводили после электролитического травления раствором бихромата калия в фосфорной кислоте.

Исследование микроструктуры проводили на растровом электронном микроскопе Hitachi SU 8010 при ускоряющем напряжении 15–25 кВ.

Результаты

Для определения изменения характера γ' -фазы в сплаве ВЖ175-ИД в процессе термической обработки проведено исследование образцов поэтапно после каждой из операций: закалки (рис. 5, а), закалки и первого старения (рис. 5, б), ПТО (рис. 5, в). Исследование на растровом электронном микроскопе показало, что в процессе охлаждения с температуры нагрева под закалку в сплаве образуется большое количество мелкодисперсных частиц вторичной γ' -фазы средним диаметром 50 нм. Они равномерно распределены по всему объему материала. Поскольку нагрев под закалку для сплава ВЖ175-ИД проводят из двухфазной области, в структуре материала также присутствуют крупные выделения первичной γ' -фазы (до 5 мкм), расположенные в основном на тройных стыках зерен. Во время последующего первого старения сплава происходит процесс коагуляции γ' -фазы, и в зернах γ -матрицы образуется преципитат преимущественно кубоидной морфологии средним размером 250 нм. По границам зерен и границам раздела γ -матрицы с первичной γ' -фазой присутствуют выделения частиц наноразмерной фазы диаметром < 100 нм.

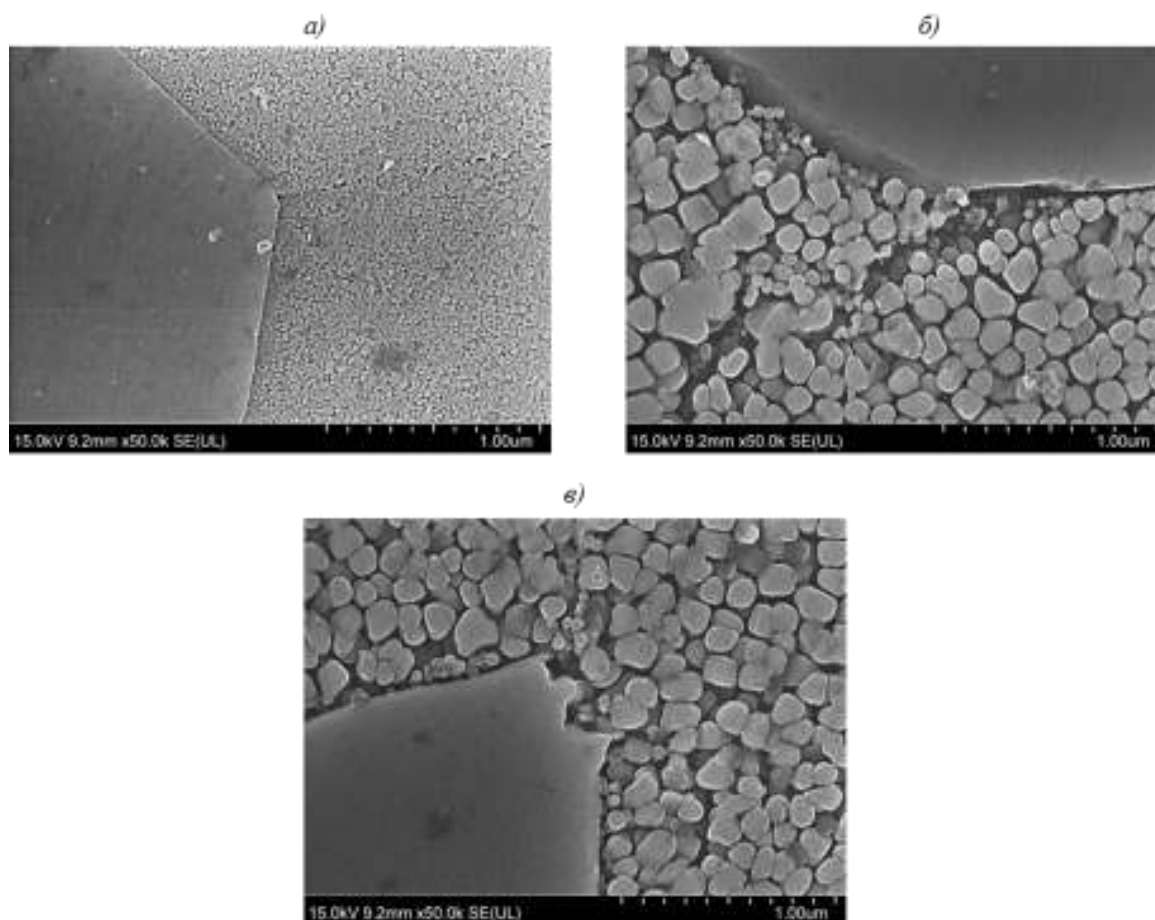


Рис. 5. Вид γ' -фазы после термической обработки ($\times 50000$):
a – закалка; *b* – закалка+первое старение; *c* – закалка+два старения

Завершающая операция термической обработки – второе старение – не приводит к сильному изменению характера γ' -фазы (рис. 5, *c*), но следует отметить, что размер и форма вторичной γ' -фазы становятся равномернее. Существенных изменений количества наноразмерной фазы не установлено. В отличие от образцов, термически обработанных с охлаждением на воздухе (рис. 2, *b*), при закалке в воде (рис. 5, *b*) наноразмерная фаза располагается только вдоль границ, в первом же случае она присутствует и в пространстве между выделениями вторичной γ' -фазы, что соответствует принятым моделям выделения дисперсных частиц из пересыщенного твердого раствора [23–25].

Максимальное температурное воздействие на диски ГТД приходится на ободную часть, для изделий из сплава ВЖ175-ИД предельное значение температуры при длительной эксплуатации составляет 750°C , а при кратковременных забросах (взлетный режим самолета) – до 800°C . Для современных авиационных двигателей 5-го поколения расчетная температура на ободе при крейсерском режиме может даже несколько превышать данные величины [26–

30]. Следует также отметить, что при повышенных температурах разрушение данных материалов происходит преимущественно по границам зерен.

Микроструктурные исследования стабильности нанодисперсной упрочняющей γ' -фазы в интервале рабочих температур показали, что ее выделения по границам зерен сохраняются без видимых изменений вплоть до 800°C включительно (рис. 6, *a–c*) независимо от продолжительности эксперимента – в данном исследовании 2 и 12 ч. При повышении температуры до 850°C после выдержки в течение 12 ч в материале отсутствует γ' -фаза размером <100 нм (рис. 6, *d*).

Для оценки влияния более длительных выдержек при рабочих температурах на характер и количество нанодисперсной γ' -фазы исследована структура сплава после нагрева при 650°C в течение 172 ч и при 800°C в течение 52 ч. В первом случае (рис. 7, *a*) общий вид исследуемой фазы практически не отличается от результатов, полученных при кратковременной выдержке (рис. 6, *a*). Исследование материала после выдержки при 800°C в течение 52 ч показало начало процесса коагуляции наноразмерной фазы

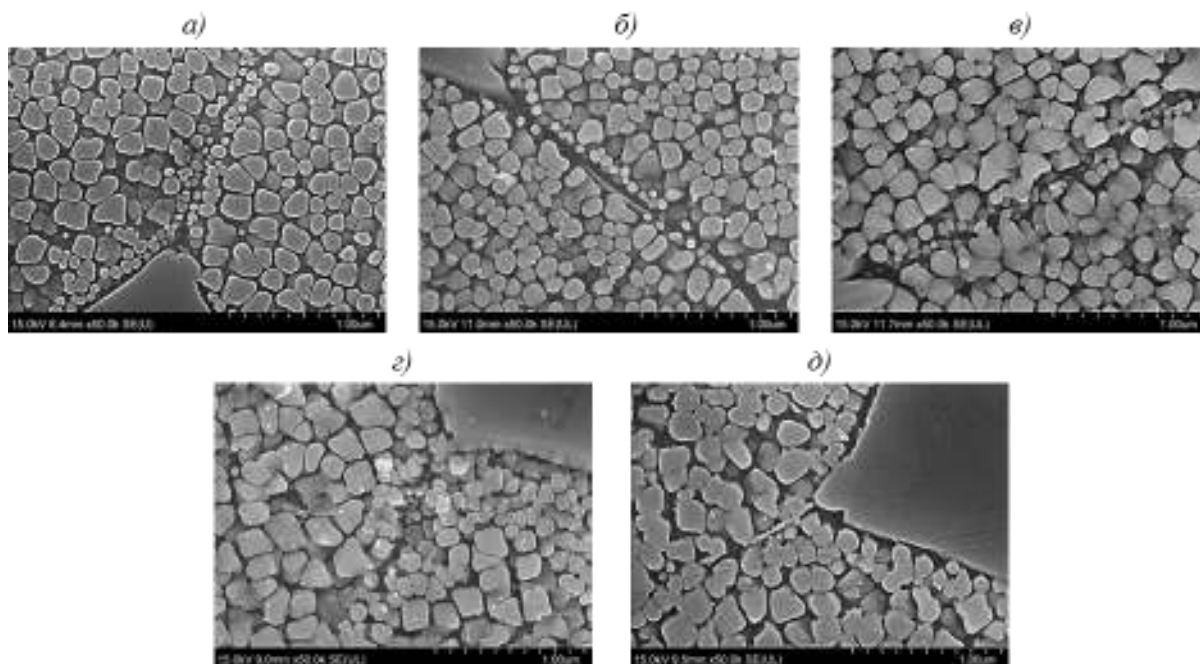


Рис. 6. Микроструктура ($\times 50000$) границы зерен в сплаве ВЖ175 после полной термической обработки и выдержек при температурах: 650°C, 12 ч (а); 750°C, 12 ч (б); 800°C, 12 ч (в); 850°C, 2 ч (г) и 12 ч (д)

(рис. 7, б) с образованием конгломератов, вытянутых вдоль границ зерен. Отдельные частицы данной фазы вдоль границ также присутствуют в исследуемых образцах.

Обсуждение и заключения

В результате проведенных исследований установлено, что в результате закалки из двухфазной области в жаропрочном деформированном никелевом сплаве ВЖ175-ИД образуется большое количество частиц мелкодисперсной γ' -фазы, которые при последующем двухступенчатом старении коагулируют до размеров основной упрочняющей фазы (~ 250 нм). Вдоль

всех границ зерен и границ раздела матрицы и первичной фазы присутствуют выделения упрочняющей фазы размером < 100 нм (нанофаза).

При изотермической выдержке в интервале рабочих температур (до 750°C) наноразмерная γ' -фаза не претерпевает существенных изменений. Исследование образцов после температурного воздействия при 800°C показало, что изменение фазы начинается после выдержки > 50 ч – частицы постепенно коагулируют и вытягиваются вдоль границ зерен.

При повышении температуры выдержки до 850°C данные процессы идут намного быстрее – за 2 ч наноразмерная γ' -фаза коагулирует до размеров

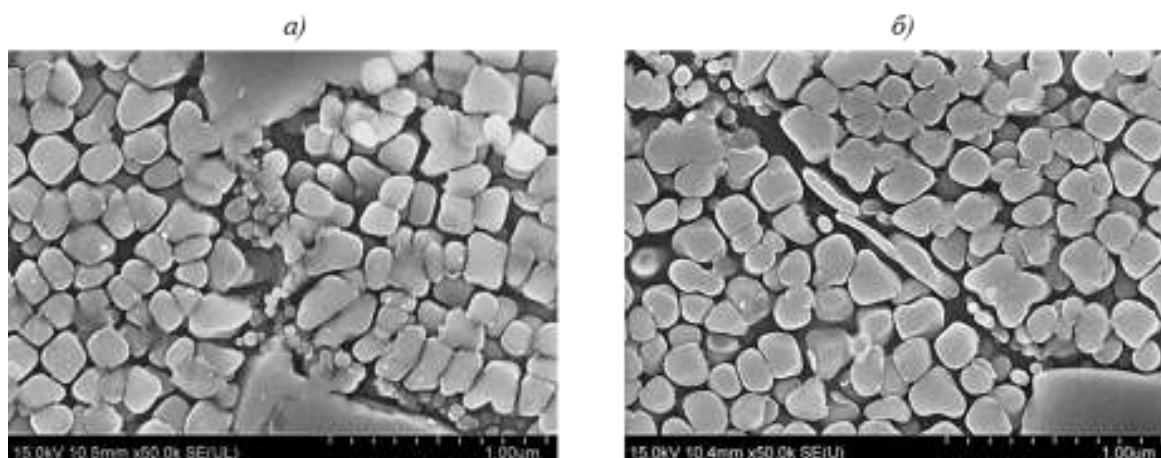


Рис. 7. Микроструктура ($\times 50000$) границы зерен в сплаве ВЖ175 при температурах и выдержках: а – 650°C, 172 ч; б – 800°C, 52 ч

>100 нм, а после 12 ч выдержки – полностью отсутствует (рис. 6, з, д).

Помимо температурного воздействия, важным фактором, влияющим на работоспособность материала, является нагрузка, так как в реальных условиях эксплуатации диски ГТД подвергаются одновременному воздействию температуры и напряжений. При этом по грани-

цам зерен активизируются процессы растворения γ' -фазы, которые приводят к ускорению разупрочнения границ.

В связи с этим дальнейшие исследования стабильности наноразмерной γ' -фазы и ее влияния на упрочнение границ зерен высокожаропрочных сплавов на основе никеля (типа ВЖ175-ИД) следует продолжить в этом направлении.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения // Защита и безопасность. 2014. №4. С. 28–29.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
4. Симс Ч.Т., Столофф Н.С., Хагель У.К. Суперсплавы II: Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок в 2 кн. Пер. с англ. / под ред. Р.Е. Шалина. М: Металлургия, 1995. Кн. 1. 384 с.
5. Химушин Ф.Ф. Жаропрочные стали и сплавы. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Металлургия, 1969. 752 с.
6. Каблов Е.Н. Без новых материалов – нет будущего // Metallurg. 2013. №12. С. 4–8.
7. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М. Новый жаропрочный никелевый сплав для дисков газотурбинных двигателей (ГТД) и газотурбинных установок (ГТУ) // Материаловедение. 2010. №7. С. 24–28.
8. Чабина Е.Б., Филонова Е.В., Ломберг Б.С., Бакрадзе М.М. Влияние лантаноидов на структуру жаропрочных никелевых сплавов // Вестник РФФИ. 2015. №1 (85) С. 38–44.
9. Чабина Е.Б. Влияние микролегирования лантаноидами на особенности формирования структуры границ зерен и межфазных границ γ/γ' жаропрочного никелевого сплава типа ВЖ175 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №2. Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-2-9-9.
10. Meetham G.W. Trace elements in superalloys – overview // Metals Technology. 1984. Vol. 11. No. 10. P. 414–418.
11. Gabb T.P., Garg A., Ellis D.L., O'Connor K.M. Detailed Microstructural Characterization of the Disk Alloy ME3 // NASA/TM–2004–213066.
12. Морозова Г.И. Феномен γ' -фазы в жаропрочных никелевых сплавах // Доклады Академии наук. 1992. Т. 325. №6. С. 1193–1198.
13. Sharpe H.J., Saxena A. Effect of Microstructure on High-Temperature Mechanical Behavior of Nickel-Base Superalloys for Turbine Disc Applications // Advanced Materials Research. 2011. No. 278. P. 259–264.
14. Шестакова А.А., Карачевцев Ф.Н., Жебелев Н.М. Исследование влияния температуры старения на структурно-фазовые превращения в сплаве ВЖ177 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №5. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-3-11.
15. Boittin G., Locq D., Rafray A. et al. Influence of γ' precipitate size and distribution on LCF behavior of a PM disk superalloy // Superalloys. 2012. USA: TMS, 2012. P. 167–176.
16. Yiqiang C., Prasath R., Slater T.J.A. et al. An investigation of diffusion-mediated cyclic coarsening and reversal coarsening in an advanced Ni-based superalloy // Acta Materialia. 2016. Vol. 110. P. 295–305.
17. Pollock T., Tin S. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties // Journal of Propulsion and Power. 2006. Vol. 22. No. 2. P. 361–374.
18. Бер Л.Б., Моисеева Н.С., Пономарева Е.Ю. и др. Формирование частиц γ' -фазы в процессе закалочного охлаждения гранулированного сплава ЭП741НП. Построение ТТТ-диаграмм распада γ -твердого раствора // Технология легких сплавов. 2009. №3. С. 77–88.
19. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №5. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2018).
20. Ломберг Б.С., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Арбина В.П. Изготовление поковок дисков газотурбинных двигателей из сплава ВЖ175 // Кузнечно-штамповое производство. Обработка металлов давлением. 2013. №9. С. 21–23.
21. Овсепян С.В., Ломберг Б.С., Бакрадзе М.М., Летников М.Н. Термическая обработка деформируемых жаропрочных сплавов для дисков ГТД // Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Серия: Машиностроение. 2011. №S2. С. 122–130.

22. Филонова Е.В., Бакрадзе М.М., Кочубей А.Я., Вавилин Н.Л. Исследование изменений структурно-фазового состояния сплава ВЖ175 в процессе горячей деформации и термической обработки // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №3. С. 10–13. DOI: 1018577/2071-9140-2014-0-3-10-13.
23. Zhang G.Q. Research and Development of High Temperature Structural Materials for Aero-Engine Application // *Acta Metallurgica Sinica*. 2005. Vol. 18. No. 4. P. 443–452.
24. Gabb T., Gayda J. The Grain Size-Temperature Response of Advanced Nickel-Base Disk Superalloys During Solution Heat Treatments // NASA/TM–2007–214912. USA, Cleveland, Ohio. December, 2007. 19 p.
25. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: *Металлургия*, 1978. 568 с.
26. Иноземцев А.А., Сандарский В.Л. Газотурбинные двигатели. Пермь: *Авиадвигатель*, 2006. 1204 с.
27. Reed R.C. *The Superalloys. Fundamentals and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p.
28. Ланшин А.И., Палкин В.А., Федякин В.Н. Анализ тенденций развития двигателей для самолетов гражданской авиации // *Двигатель*. 2010. №6 (72). С. 72–76.
29. Иноземцев А.А. *Материалы и технологии для двигателя ПД-14* // Программа Международной научно-технической конференции «Новые материалы и технологии глубокой переработки сырья – основа инновационного развития экономики России» (Москва, 25–28 июня 2012 г.). М., 2012. 1 CD-ROM.
30. Шарова Н.А., Тихомирова Е.А., Барабаш А.Л. и др. К вопросу о выборе новых жаропрочных никелевых сплавов для перспективных авиационных ГТД // *Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета*. 2009. №3 (19). С. 249–255.