УДК 669.017.165:669.245

Э.Г. Аргинбаева[1], Р.М. Назаркин[1], А.В. Шестаков[1], Ф.Н. Карачевцев[1]

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПАРАМЕТРЫ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-8-13

Представлены результаты исследований интерметаллидных ренийсодержащих сплавов на основе никеля нового поколения марок ВИН1 и ВИН4 с монокристаллической структурой заданной кристаллографической ориентации [111] после термической обработки, проведенной по одной схеме. Непродолжительный высокотемпературный отжиг в интервале температур от 1250 до 1290°С оказал влияние не только на структурно-фазовое состояние интерметаллидных никелевых сплавов, но и на время до разрушения при испытаниях на длительную прочность, а также стабильность полученных результатов.

Ключевые слова: *интерметаллид, никель, монокристалл, термическая обработка, жаропрочность, структура, кристаллографическая ориентация, период кристаллической решетки, мисфит γ/γ'.*

The article presents the results of studies of intermetallic rhenium-containing nickel-based alloys of new generation of VIN1 and VIN4 grades with a single crystal structure in the desired crystallographic orientation [111] after heat treatment carried out according to the same scheme. The short high-temperature annealing in the temperature range from 1250 to 1290°C had an impact not only on the structural-phase state of the intermetallic nickel alloys, but also on time to failure during creep-rupture tests and consistency of the obtained results.

Keywords: *intermetallic, nickel, single-crystal, heat treatment, high-temperature strength, structure, crystallographic orientation, lattice spacing, misfit γ/γ'.*

[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

Введение

Современные реалии диктуют все более жесткие требования к созданию изделий нового поколения гражданской, военной и специальной техники длительного ресурса эксплуатации. Наиболее ответственными деталями газотурбинных двигателей (ГТД) являются лопатки турбин высокого и низкого давления (ТВД, ТНД). Сопловые лопатки ТВД «принимают» на себя основной тепловой удар рабочего газа двигателя, выходящего из камеры сгорания. Необходимость повышения технических характеристик ГТД, таких как мощность и эффективность использованиям топлива, в том числе за счет роста полноты его сгорания, ставит перед материаловедами задачи по разработке новых конструкционных материалов с рабочими температурами, превышающими таковые для серийных жаропрочных никелевых сплавов типа ЖС6У, ЖС26 и ЖС32.

Интерметаллидные сплавы на основе соединения Ni_3Al, термически стабильные до температур 1200–1250°С, – один из ближайших перспективных классов материалов для замены жаропрочных никелевых сплавов с рабочими температурами до 1050–1100°С. Интерметаллидные сплавы благодаря сочетанию высоких характеристик жаропрочности и жаростойкости рекомендуются для таких ответственных деталей ГТД, как рабочие и сопловые лопатки, сопловые аппараты, а также створки и проставки сопла, элементы камеры сгорания и др.

Следует отметить, что сведений о современных зарубежных сплавах-аналогах на основе интерметаллида никеля немного. Активно в данном направлении работают китайские ученые. Наиболее известными аналогами являются сплавы марок IC-438, IC6 и IC6SX с рабочими температурами до 1100°С. Данные сплавы имеют простую систему легирования: Ni–Al–Mo. Высокое содержание Mo (~10% (по массе)) дает исследователям этих материалов стимул проводить дополнительные изыскания в области высокотемпературной термической обработки для снижения ликвационной неоднородности и повышения показателей длительной прочности.

Условно поделив отечественные интерметаллидные сплавы на поколения, можно отметить, что серийные сплавы первого и второго поколения, такие как ВКНА-1В, ВКНА-4У и др., имеют относительно простую систему легирования (Ni–Al–Cr–Ti–Mo) и традиционно не подвергаются высокотемпературной термической обработке, формирующей структуру, в отличие от жаропрочных никелевых сплавов. Для этих сплавов

рекомендованы режимы термической обработки лишь для снятия поверхностных напряжений. Упрочнение твердого раствора никеля (γ-фаза) интерметаллидных сплавов следующего поколения серии ВИН (ВИН1, ВИН2, ВИН3, ВИН4) такими тугоплавкими химическими элементами, как рений и тантал, оказало влияние на фазовый состав и структурно-фазовое состояние сплавов. Это привело тому, что при изготовлении полуфабрикатов обязательной ступенью технологического процесса является проведение термической обработки [1–5]. Сплав ВИН1, несмотря на присутствие в составе рения – до 1,5% (по массе), проходит непродолжительную термическую обработку при температуре 1000°С. Ранее проведены исследования, которые показали, что сплав ВИН1 не претерпевает значительных структурных изменений, в связи с чем был рекомендован режим, позволяющий лишь снизить поверхностные напряжения после литья или механической обработки – при этом структурно-фазовое состояние сплава осталось без внимания.

Авторами ранее проведены исследования влияния трех видов режимов термической обработки на сплав марки ВИН4 – в том числе гомогенизирующего отжига при температуре 1250°С в течение 5 ч. Согласно результатам исследований, подобный режим термической обработки способствовал повышению мисфита γ/γ′ до значений 0,65% и равномерному выделению частиц упрочняющей $\gamma_к$-фазы с периодом кристаллической решетки a=0,361 нм, содержащей тугоплавкие химические элементы Re и Mo. Это привело к росту показателей длительной прочности [6].

В данной статье авторами предпринята попытка провести параллель между режимами проведения термической обработки двух интерметаллидных никелевых сплавов нового поколения серии ВИН.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 7.3. «Интерметаллидные никелевые сплавы и композиционные материалы на их основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [7, 8].

Материалы и методы

Объектом исследований являлись интерметаллидные Ni_3Al сплавы нового поколения марок ВИН1 и ВИН4.

Предварительно составы сплавов рассчитывали с помощью компьютерного метода моделирования для получения сбалансированного фазового и химического составов [9–11]. Согласно данному методу, сплавы, имеющие показатель дисбаланса легирования в пределах $-0{,}02 \le \Delta E < 0{,}02$, сбалансированы, склонность к выделению топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз не велика.

Шихтовые заготовки из этих сплавов выплавляли вакуумным индукционным методом на опытно-промышленной установке. Химический состав сплава ВИН1 определяли рентгенофлуоресцентным методом на оптико-эмиссионный спектрометре, а сплава ВИН4 – атомно-эмиссионным методом на спектрометре Varian 730 ES с индуктивно-связанной плазмой. Содержание углерода, серы, кислорода и азота в исследуемых сплавах определяли на газоанализаторе ТС-600. Далее литье интерметаллидных сплавов с монокристаллической структурой заданной КГО [111] проводили методом LMC (Liquid metal cooling) с применением затравки на опытно-промышленной установке УВНК-9А (с алюминием в качестве жидкометаллического охладителя) [12].

Отливки интерметаллидных сплавов оценивали по макроструктуре. Прошедшие эту стадию контроля отливки подвергали рентгеноструктурному контролю. Рентгеносъемку стартовых конусов осуществляли на поперечных шлифах с помощью дифрактометра ДРОН-3 по методике ВИАМ. Годными по кристаллографической ориентации принимали отливки, стартовые конуса которых имеют угол отклонения α требуемого кристаллографического направления от вертикальной оси заготовки не более 10 град и у которых отсутствуют большеугловые границы, при этом имеются малоугловые границы, разделяющие блоки структуры. Допускаемая разориентация между блоками Δα в отливках из сплавов ВИН1 и ВИН4 составляла ≤2–3 град.

Таким образом, только годные по структуре и ориентации отливки принимались для дальнейших исследований.

Критические температуры исследуемых сплавов – солидус (T_S) и ликвидус (T_L) – определяли методом дифференциального термического анализа (ДТА) на калориметре DSC 404 F1 Pegasus.

Структурные исследования проводили методами растровой микроскопии на растровом электронном микроскопе JSM-840, определение показателей структурно-фазового состояния (объемное содержание и периоды кристаллических решеток γ′ и γ-фаз) – дифрактометрическим методом на установке ДРОН-3М с использованием компьютерной программы «Outset». Объемное содержание фаз определяли после разделения фаз на рентгенограмме по величине занимаемой площади. При этом размерное несоответствие периодов кристаллических решеток оценивали по формуле Вульфа–Брэгга [13, 14]:

$$D=(a_\gamma-a_{\gamma'})/a_\gamma,$$

где a_γ – период решетки γ-фазы; $a_{\gamma'}$ – период решетки γ'-фазы.

Испытания при растяжении с определением показателей длительной прочности проводили по стандартной методике согласно ГОСТ 10145–81 «Металлы. Метод испытания на длительную прочность» на компьютеризированных стендах ZST2/3-ВИЭТ [15].

Результаты исследований

Расчет состава исследуемых интерметаллидных сплавов ВИН1 и ВИН4 проведен таким образом, что показатели дисбаланса легирования ΔE для сплавов составляли: 0 и 0,006 соответственно. Таким образом, условие баланса фазового состава исследуемых сплавов соблюдено.

Критические температуры интерметаллидных сплавов приведены в табл. 1, где T_S и T_L – температуры солидус и ликвидус соответственно, $T_{п.р}$ – температура полного растворения γ′-фазы.

Увеличение суммарного содержания тугоплавких легирующих элементов – в составе сплава ВИН4 присутствует тантал – отразилось на интервале кристаллизации: 74°С для сплава ВИН4 против 36°С для сплава ВИН1. Тантал и увеличенное количество титана привели к росту температуры полного растворения $T_{п.р}$, а также к повышению объемной доли γ′-фазы в сплаве ВИН4 до 89% (по массе).

Незначительная разница в значениях температуры $T_{п.р}$ дала основания проводить исследования при одних температурных режимах. Монокристаллы интерметаллидных сплавов ВИН1 и ВИН4 прошли термическую обработку (ТО) по следующим параметрам:

– режим *1* – гомогенизирующий отжиг при температуре $T_{п.р}$-(10÷20)°С в течение 5 ч, охлаждение до 800°С с печью, далее на воздухе;

– режим *2* – гомогенизирующий отжиг при температуре $T_{п.р}$+(0÷10)°С в течение 5 ч, охлаждение до 800°С с печью, далее на воздухе;

– режим *3* – гомогенизирующий отжиг при температуре $T_{п.р}$+(20÷30)°С в течение 5 ч, охлаждение до 800°С с печью, далее на воздухе.

Исследования влияния термической обработки на интерметаллидный сплав ВИН1

Для сплава ВИН1 определены структурные параметры: периоды кристаллических решеток и объемное содержание γ′- и γ-фаз, мисфит γ/γ′, а также время до разрушения при испытаниях на жаропрочность. Рентгеноструктурный анализ позволил установить, что повышение температуры проводимого отжига привело к изменению параметра кристаллической решетки γ-фазы. После сравнения данных для образцов из сплава ВИН1 замечен подъем значений параметра кристаллической решетки γ-фазы по отношению к параметру для литого сплава на 0,14; 0,17 и 0,19% соответственно после термической обработки по режимам *1*, *2* и *3*. В то же время значение параметра кристаллической решетки γ′-фазы остается неизменным, что повлекло повышение значения мисфита γ/γ′: на 28; 32 и 38% (т. е. до 0,67%) после обработки по исследуемым режимам.

Помимо изменений тонкой структуры, после термической обработки меняется и ресурс образцов (табл. 2).

Проведены исследования микроструктуры сплава ВИН1 после испытаний на длительную прочность (рис. 1). Анализ микроструктуры показал, что после термической обработки по всем проведенным режимам в прослойках γ-фазы произошло типичное для жаропрочных никелевых сплавов выделение вторичной повышающей жаропрочность γ′-фазы, состав сплава остался двухфазным.

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что структурно-фазовые параметры образцов сплава после испытаний не претерпели изменений – мисфит γ/γ′ как в рабочей части образца, так и в головке остался на уровне мисфита сплава после термической обработки (0,67–0,69) [6].

Незначительный разброс в значениях времени до разрушения сплава ВИН1 после термической обработки по режиму *3* и отсутствие колебаний мисфита γ/γ′ в рабочей части и головке образца после испытаний свидетельствуют о стабильности фазового состава сплава и правильности подобранного режима термической обработки – $T_{п.р}$+(20÷30)°С продолжительностью 5 ч.

Таблица 1

Критические температуры сплавов ВИН1 и ВИН4

Сплав	T_S, °С	T_L, °С	$T_{п.р}$, °С
ВИН1	1344	1380	1260
ВИН4	1310	1384	1270

Таблица 2

Результаты испытаний интерметаллидного сплава ВИН1 на длительную прочность при температуре 1100°С и нагрузке 100 МПа

Состояние сплава	Время до разрушения, ч
Литое	170±15
После термообработки по режиму:	
1	160±90
2	185±65
3	240±10

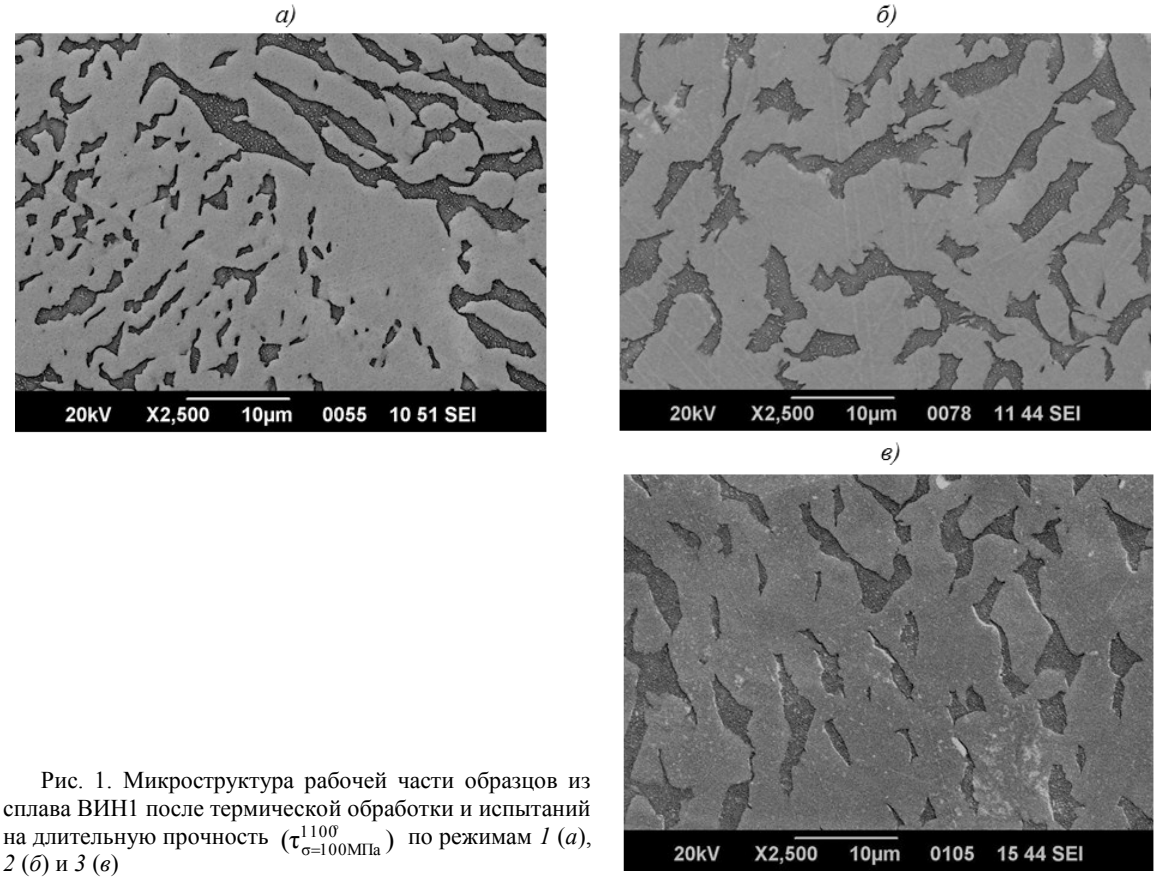

Рис. 1. Микроструктура рабочей части образцов из сплава ВИН1 после термической обработки и испытаний на длительную прочность ($\tau^{1100^\circ}_{\sigma=100\text{МПа}}$) по режимам *1* (*а*), *2* (*б*) и *3* (*в*)

Таблица 3

Периоды кристаллических решеток и объемное содержание γ′- и γ-фаз, мисфит γ/γ′ интерметаллидного сплава ВИН4

Состояние сплава	Период кристаллической решетки *a*, нм		Мисфит γ/γ′, %	Объемное содержание, %	
	γ′-фазы	γ-фазы		γ-фазы	γ′-фазы
Литое	3,578	3,589	0,31	8,0	92,0
После термообработки по режиму:					
1	3,579	3,596	0,47	6,9	93,1
2	3,580	3,600	0,56	6,8	93,2
3	3,578	3,600	0,61	5,6	94,4

Таблица 4

Результаты испытаний интерметаллидного сплава ВИН4 на длительную прочность при температуре 1100°С и нагрузке 100 МПа

Состояние сплава	Время до разрушения, ч
Литое	125±5
После термообработки по режиму:	
1	190±35
2	190±15
3	165±20

Исследования влияния термической обработки на интерметаллидный сплав ВИН4

Исследования структурно-фазовых параметров сплава ВИН4 после термической обработки по трем режимам подтвердили общую тенденцию роста мисфита γ/γ′ никелевых сплавов (табл. 3).

Согласно данным, приведенным в табл. 4, режим термообработки *3*, несмотря на ощутимое повышение мисфита в сравнении с первыми двумя режимами, не обеспечивает роста длительной прочности сплава.

Исследования образцов методом рентгеноструктурного анализа после испытаний показали, что вне зависимости от режима значения мисфита

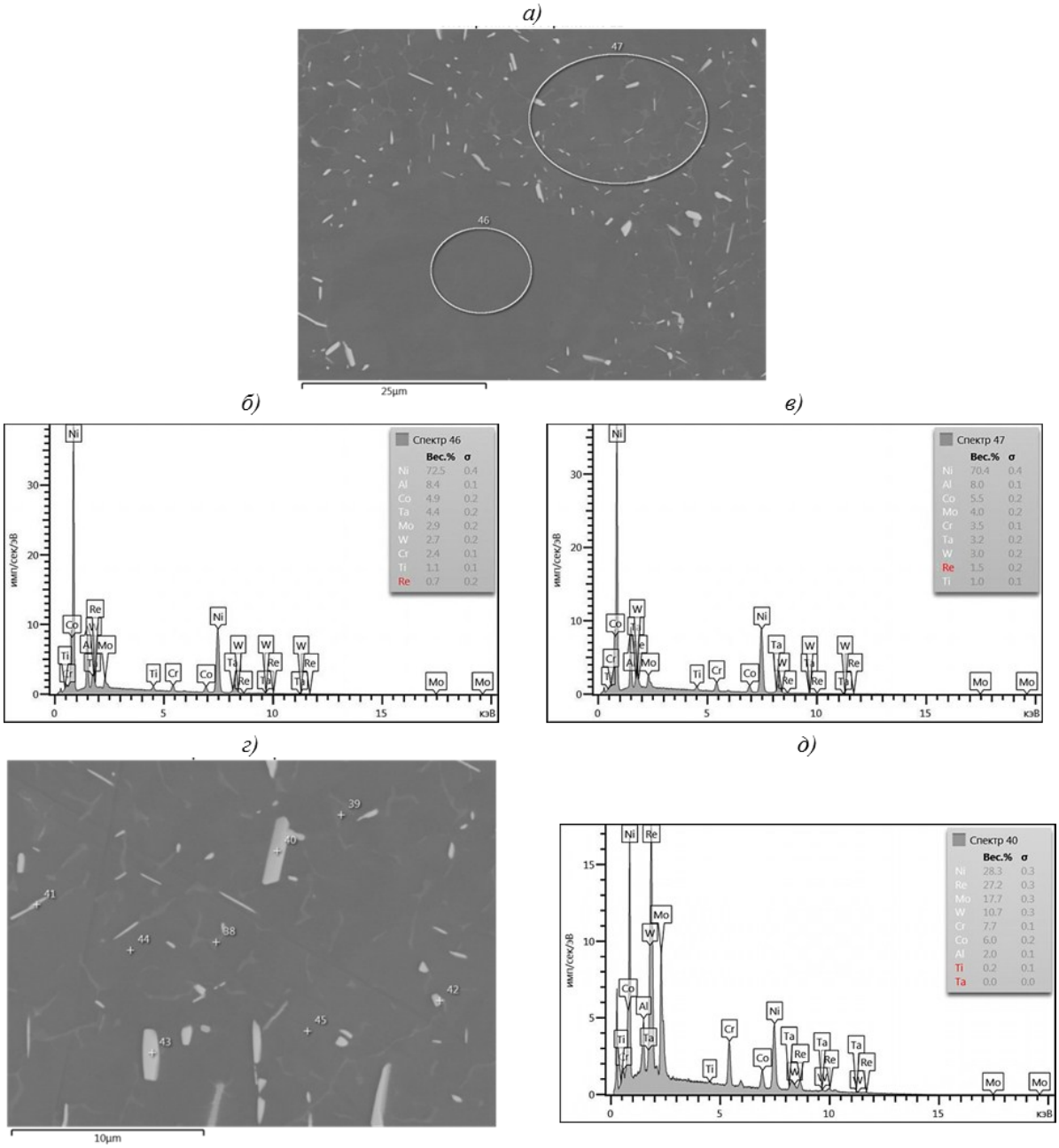

Рис. 2. Локальный химический анализ образцов из сплава ВИН4 после термической обработки по режиму *3* и испытаний на длительную прочность ($\tau^{1100^\circ}_{\sigma=100\text{МПа}}$ =187 ч):
б, *д* – межосное пространство; *в* – ось дендрита

γ/γ′ термически обработанного сплава ВИН4 находятся в одном диапазоне со значениями мисфита в головке образца. При этом мисфит γ/γ′ в рабочей части образца на 15–20% меньше, чем в головке. Можно сделать предположение: ввиду того, что в рабочей части образца сплав испытывает повышенные напряжения от температуры и приложенной нагрузки, диффузионные процессы протекают активнее, чем в головке образца. Это подтверждает анализ проведенных металлографических исследований (рис. 2).

На рис. 2, *а–в* приведена микроструктура образца после термической обработки и испытаний, выделены спектры: 46 – γ′-фаза в межосном пространстве, 47 – ось дендрита γ/γ′, пронизанная пластинами фазы, содержащей тугоплавкие химические элементы.

Более подробно проанализировать частицы с тугоплавкими элементами можно по результатам, представленным на рис. 2, *г*, *д*. Фазы, содержащие тугоплавкие легирующие элементы Re, Mo и W, – области спектров 40 и 43, выделяются в осях дендритов γ/γ′, обедняя γ-твердый раствор.

Ранее проведенные исследования продемонстрировали выделение подобных фаз, идентифицированных как фаза $\gamma_к$ [6]. Как правило, фаза $\gamma_к$, упрочняющая интерметаллидные сплавы, имеет больший, чем у γ-фазы период кристаллической решетки. Однако неравномерность расположения и значительная разница в размерах частиц $\gamma_к$-фазы дают основания полагать, что наблюдаемая структура оказывает неоднозначное влияние на долговечность сплава – повышение времени до разрушения с ростом разброса значений.

Очевидно, что к подбору температурно-временны́х параметров термической обработки интерметаллидного сплава ВИН4 необходимо подходить более внимательно. Вероятно, стоит обратить внимание на двухступенчатую обработку, применяемую для классических жаропрочных никелевых сплавов.

Обсуждение и заключения

Проведенные исследования подтвердили, что, несмотря на высокое содержание термически стабильной γ′-фазы, усложнение легирования интерметаллидных сплавов путем повышения количества тугоплавких легирующих элементов, так же как и для традиционных жаропрочных никелевых сплавов, вносит значительные коррективы в выбор параметров термической обработки.

Так, незначительный разброс в результатах испытаний на длительную прочность образцов из интерметаллидного сплава ВИН1 после термической обработки (в отличие от сплава ВИН4) и стабильность значений мисфита γ/γ′ после высокотемпературных испытаний свидетельствуют о стабильности фазового состава и правильности подобранного режима термической обработки – отжиг при температуре 1250°С в течение 5 ч. В то же время исследования для выбора подходящей термической обработки для сплава марки ВИН4 необходимо продолжить.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №16-38-00260 «Исследование закономерностей формирования структурно-фазового состояния жаропрочных литейных интерметаллидных сплавов на основе никеля после различных режимов термической обработки».

ЛИТЕРАТУРА

1. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Фесенко Т.В., Колодочкина В.Г. Исследование влияния ликвационной неоднородности на структуру и долговечность интерметаллидных сплавов на основе никеля // Материаловедение. 2014. №6. С. 7–12.
2. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 57–60.
3. Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Тимофеева О.Б., Назаркин Р.М. Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочного интерметаллидного сплава на основе никеля // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2016. №3 (108). С. 55–68. DOI: 10.18698/0236-3941-2016-3-55-68.
4. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Унчикова М.В., Костенко Ю.В. Влияние высокотемпературного отжига на структуру и свойства сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2016. №1 (106). С. 112–122. DOI: 10.18698/0236-3941-2016-1-112-122.
5. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Базылева О.А. Высокотемпературные конструкционные материалы на основе алюминида никеля // 75 лет. Авиационные материалы и технологии. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007: юбил. науч.-технич. сб. М.: ВИАМ, 2007. С. 65–69.
6. Аргинбаева Э.Г. Влияние легирования, технологий литья и термической обработки на структуру и свойства интерметаллидных сплавов на основе никеля: автореф. дис. … канд. техн. наук. М., 2014. 26 с.
7. 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.
8. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Стратегические направления развития конструкционных материалов и технологий их переработки для авиационных двигателей настоящего и будущего // Автоматическая сварка. 2013. №10. С. 23–32.
9. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // МиТОМ. 2012. №12. С. 52–58.
10. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al: пат. 2434068 Рос. Федерация; опубл. 20.11.11, Бюл. 2011. №32.
11. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al и изделие, выполненное из него: пат. 2256716 Рос. Федерация; опубл. 20.07.05, Бюл. 2005. №20.
12. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Шестаков А.В., Колядов Е.В. Структурные параметры и механические свойства интерметаллидного сплава на основе никеля, полученного методом направленной кристаллизации // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №12. Ст. 01. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 25.08.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-1-1.
13. Самойлов А.И., Назаркин Р.М., Моисеева Н.С. Определение мисфита во фрагментированных монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №5. Ст. 02. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 05.08.2016).
14. Моисеева Н.С., Назаркин Р.М. Межфазные напряжения в монокристаллических литейных никелевых жаропрочных сплавах // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №11. Ст. 01. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 07.09.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-1-1.
15. Соловьев А.Е., Голынец С.А., Хвацкий К.К., Асланян И.Р. Проведение статических испытаний при растяжении на машинах фирмы Zwick/Roell // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №8. Ст. 12. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 15.09.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-12-12.