



Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский
научно-исследовательский институт авиационных материалов»,
Государственный научный центр Российской Федерации
(ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ)

Технологическая платформа «Материалы и технологии металлургии»

**Всероссийская научно-техническая конференция
«Фундаментальные и прикладные исследования в
области создания литейных жаропрочных
никелевых и интерметаллидных сплавов и
высокоэффективных технологий изготовления
деталей ГТД»**

материалы конференции

9 ноября 2017 г.

Электронное издание

Москва

2017

УДК 66.017

ББК 34.25 + 34.616 + 34.651

Ф94

Редакционная коллегия:

М.М. Бакрадзе, к.т.н., начальник НИО «Жаропрочные литейные и деформируемые сплавы и стали, защитные покрытия для деталей ГТД» ФГУП «ВИАМ»; И.Р. Асланян, д.т.н., заместитель начальника лаборатории ФГУП «ВИАМ»; А.Б. Ечин, к.т.н., заместитель начальника лаборатории ФГУП «ВИАМ»; Е.А. Шеин, к.т.н., главный специалист отдела ФГУП «ВИАМ»; М.С. Закржевская, инженер 2-й категории ФГУП «ВИАМ».

Фундаментальные и прикладные исследования в области создания литейных жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов и высокоэффективных технологий изготовления деталей ГТД: материалы Всероссийской научно-технической конференции (г. Москва, 9 нояб. 2017 г.), [Электронный ресурс] / ФГУП «ВИАМ». – М. : ВИАМ, 2017. – 343 с. – ISBN 978-5-905217-17-3. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб. – Загл. с экрана.

В сборнике представлены доклады в области металловедения жаропрочных сплавов на основе никеля, титана, ниобия. Рассмотрены вопросы технологии выплавки, деформации, литья и термической обработки сплавов для изготовления деталей газотурбинных двигателей.

УДК 66.017

ББК 34.23 + 34.61 + 34.623

Организация и проведение Всероссийской научно-технической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования в области создания литейных жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов и высокоэффективных технологий изготовления деталей ГТД» осуществлены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 17-03-20558.

ISBN 978-5-905217-17-3

© ФГУП «ВИАМ», 2017

Организационный комитет

Председатель:

О.Г. Оспенникова – к.т.н., заместитель генерального директора ФГУП «ВИАМ»

Заместители председателя:

М.М. Бакрадзе – к.т.н., начальник НИО «Жаропрочные литейные и деформируемые сплавы и стали, защитные покрытия для деталей ГТД» ФГУП «ВИАМ»

Члены организационного комитета:

Д.Е. Каблов – к.т.н., заместитель начальника управления ФГУП «ВИАМ»;

Д.Ю. Буколов – начальник управления ФГУП «ВИАМ»;

А.А. Каньгин – начальник управления ФГУП «ВИАМ»;

В.Г. Дворяшин – заместитель начальника управления ФГУП «ВИАМ»;

А.М. Смирнов – начальник отдела ФГУП «ВИАМ»;

Д.С. Лаврищев – заместитель начальника отдела ФГУП «ВИАМ»;

М.Н. Москвитин – начальник сектора ФГУП «ВИАМ»;

Д.А. Браилко – начальник сектора ФГУП «ВИАМ»;

Д.С. Трушин – ведущий инженер ФГУП «ВИАМ»;

А.В. Бабин – ведущий инженер ФГУП «ВИАМ»;

И.Ю. Ширяева – инженер по маркетингу 1-й категории ФГУП «ВИАМ»;

Е.А. Цилин – инженер 2-й категории ФГУП «ВИАМ»;

И.В. Тарасов – ведущий инженер ФГУП «ВИАМ».

СОДЕРЖАНИЕ

Акопян Т.К., Белов Н.А., Дашкевич Н.И.	
Влияние термической и баротермической обработки на структуру интерметаллидных сплавов типа TNM.....	7
Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Карачевцев Ф.Н., Назаркин Р.М., Шестаков А.В.	
Влияние термической обработки на структурно-фазовое состояние интерметаллидного никелевого сплава.....	18
Артеменко Н.И., Симонов В.Н.	
Инженерная методика расчета внутренних напряжений в жаростойких ионно-плазменных конденсированных покрытиях на сплаве ЖС6У.....	31
Асланян И.Р., Оспенникова О.Г.	
Современные тенденции развития технологии изготовления модельных композиций для литья жаропрочных сплавов.....	49
Петрушин Н.В., Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н.	
Сплав ВЖЛ21 – новый литейный жаропрочный сплав последнего поколения с поликристаллической структурой и технология изготовления из него рабочих лопаток.....	59
Бакрадзе М.М., Петрушин Н.В., Аргинбаева Э.Г., Овсепян С.В.	
Аспекты развития литейных никелевых и интерметаллидных сплавов. Технология изготовления деталей ГТД.....	77
Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Ечин А.Б.	
Направленная кристаллизация, структура и свойства естественного композита на основе эвтектики Nb-Si на рабочие температуры до 1350°C для лопаток ГТД.....	96
Валитов В.А., Базылева О.А., Поварова К.Б., Аргинбаева Э.Г., Овсепян С.В., Дроздов А.А., Галиева Э.В., Жигалова М.Ю.	
Сварка давлением в условиях сверхпластичности – эффективный метод получения твердофазных соединений из деформируемых и интерметаллидных сплавов на основе никеля.....	103
Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В.	
Комплексное исследование высокожаропрочных никелевых сплавов, выплавленных с использованием до 100% отходов, с целью	

обеспечения ультравысокой чистоты по вредным примесям и повышения эксплуатационных характеристик	121
Деменов А.О., Горюхин А.С., Деменов О.Б., Гайнцева Е.С.	
Исследование седиментационных свойств стержневых смесей для литья охлаждаемых лопаток ГТД	139
Дубровин В.К., Кулаков Б.А., Габбасов Р.Д.	
Процессы физико-химического взаимодействия в печах направленной кристаллизации ПМП-2.....	150
Колтыгин А.В., Баженов В.Е., Фадеев А.В., Белов В.Д., Павлинич С.П.	
Разработка и внедрение технологии изготовления облегченных лопаток для перспективных газотурбинных двигателей и станций перекачки нефти и газа	164
Сидоров В.В., Ригин В.Е., Косенков О.М.	
Методика определения содержания кислорода в сложнолегированных никелевых расплавах в процессе вакуумной индукционной плавки с применением специальных кислородных зондов	174
Кузьмина Н.А., Марченко Е.И., Еремин Н.Н., Светлов И.Л., Якушев Д.А.	
Изучение растворимости углерода в полиморфных модификациях силицидов ниобия естественных эвтектических композитов Nb- Si методами атомистического моделирования.....	188
Каблов Д.Е., Мин П.Г., Сидоров В.В., Чабина Е.Б., Вадеев В.Е.	
Закономерности влияния примесей на структуру и свойства монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов	200
Толорайя В.Н., Остроухова Г.А., Чубарова Е.Н., Алешин И.Н., Некрасов С.Н.	
Разработка конструкции литейных блоков и режимов ВНК монокристаллических малогабаритных турбинных лопаток вертолетных ГТД	217
Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Королев А.В.	
Монокристаллические жаропрочные сплавы: состав, технология, структура и свойства.....	235
Мазалов И.С.; Ломберг Б.С., д.т.н.; Рассохина Л.И.; Колядов Е.В.; Голев Е.В.; Саморуков М.Л.	
Применение свариваемого жаропрочного сплава ВЖ172Л для отливок деталей статора ГТД.....	267
Сидоров В.В., Мин П.Г., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Горюнов А.В.	

Металлургические основы обеспечения высокого качества жаропрочных никелевых сплавов при плавке в вакууме..... 288

Пойлов В.З., Ордин Д.А., Новокрещенных Е.Н., Звездин В.Л., Вахрушев В.В., Углеv Н.П.

Разработка составов водно-коллоидных связующих на основе кремнезёма для керамических суспензий..... 309

Тихомирова Е.А., Сидохин Е.Ф.

Об ограниченных возможностях исследования термической усталости материалов с помощью известных методов термоциклических испытаний..... 325

УДК 669

Влияние термической и баротермической обработки на структуру интерметаллидных сплавов типа TNM

Акопян Т.К.^{1,2}, к.т.н.; Белов Н.А.¹, д.т.н.; Дашкевич Н.И.¹

aktorgom@gmail.com, nikolay-belov@yandex.ru, nina.dash@gmail.com

¹ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва*

² *Учреждение Российской академии наук Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, 119991, г. Москва*

Аннотация:

С использованием программы Thermo-Calc, при возможных температурах ГИП-обработки, был рассчитан фазовый состав γ -сплавов, следующего химического состава: TNM: ат.‰: 43,00 Al, 4,52 Nb, 1,07 Mo; TNM+: ат.‰: 43,00 Al, 4,56 Nb, 1,01 Mo, 0,83 Cr; TNM++: ат.‰: 43,00 Al, 4,31 Nb, 1,02 Mo, 0,90 Cr, 0,92 Zr. По результатам расчетов температура 1250 °С была выбрана в качестве перспективной для проведения ГИП-обработки. Исследования в сканирующем электронном микроскопе микроструктуры сплавов после вакуумного отжига при 1250°С показали, что основной структурной составляющей являются эвтектоидные колонии, состоящие из пластин интерметаллидных фаз γ и α_2 , по границам которых выявляются частицы β - и γ -фаз. После ГИП-обработки при температуре 1250°С и избыточном гидростатическом давлении 170 МПа структура сплавов становится более грубой, при этом наблюдаются изменения в соотношении фаз по сравнению с отжигом в вакууме при той же

температуре. В частности существенно повышается количество γ -фазы, при этом количество α -фазы уменьшается.

Ключевые слова:

интерметаллидный сплав, термическая обработка, Thermo-Calc

Введение

Сплавы на основе алюминидов титана TiAl (далее γ -сплавы) в настоящее время рассматриваются в качестве перспективных жаропрочных материалов, в частности для получения лопаток газотурбинных двигателей нового поколения взамен никелевых сплавов [1–4]. Эти сплавы должны обладать не только высокими литейными свойствами [5–10], но и комплексом разных механических свойств: прочностью, пластичностью, сопротивлением усталости и, самое главное, жаропрочностью [11–13]. Особенностью γ -сплавов является высокая чувствительность их фазового состава даже к небольшим изменениям концентраций легирующих элементов и к параметрам технологического процесса, в частности, к режиму термической обработки [14–21]. Поскольку фазовый состав определяет структуру сплавов и, в конечном итоге, свойства, его контроль на количественном уровне необходим для обеспечения заданных эксплуатационных характеристик.

Отливки и тем более деформированные полуфабрикаты γ -сплавов практически всегда подвергают термообработке, которую проводят при достаточно высоких температурах (до $\sim 1400^\circ\text{C}$). Поэтому их фазовый состав может быть проанализирован по соответствующим равновесным диаграммам. С другой стороны, известно, что практически 100% литых изделий, полученных на основе γ -сплавов, подвергаются специальной термической обработке методом горячего изостатического прессования (ГИП) [1, 9–11]. Суть ГИП заключается в одновременном воздействии на отливку высокой температуры и давления, при этом происходит уплотнение

материала по механизму пластической деформации с последующей диффузионной сваркой сомкнувшихся внутренних поверхностей пор.

Температура ГИП-обработки в значительной мере определяет конечную структуру и, как следствие, эксплуатационные свойства отливок. В первом приближении при выборе температурного режима ГИП-обработки γ -сплавов можно ориентироваться на данные равновесной диаграммы. Однако следует учитывать, что при избыточном давлении возможны сдвиги фазовых областей, что может привести к существенным отклонениям в конечной структуре сплавов.

Гамма-сплавы типа TNM, кроме ниобия и молибдена [12–15] содержат добавки легирующих элементов (Cr, Mn, W, V, Fe, Zr и др.) [16–20], что требует рассмотрения соответствующих многокомпонентных систем. Поскольку графический анализ таких многокомпонентных систем весьма затруднителен, то целесообразно использовать специализированные компьютерные программы, такие как Thermo-Calc.

Таким образом, с использованием расчетных и экспериментальных методов в настоящей работе планируются исследования фазового состава и формирующейся структуры γ -сплавов применительно к операции горячего изостатического прессования.

Экспериментальные методики

Объектами экспериментального исследования были образцы двух сплавов: 1 – 43Al4NbMo (TNM), 2 – 43Al4NbMoCr (TNM+) и 43Al4NbMoCrZr (TNM++). Номинальный и фактический химический состав экспериментальных сплавов по данным спектрального анализа, который проводили на эмиссионном спектрометре ARL 4460 OES, приведен в табл.1.

Структуру сплавов изучали как в литом состоянии, так и после 3-ч отжига в вакуумной печи при 1250°C, а также после ГИП-обработки при 1250°C и избыточном давлении 170 МПа. После выдержки образцы охлаждали в печи.

Микроструктуру литых и термообработанных образцов изучали на световом (СМ) и электронном сканирующем (СЭМ) микроскопах: AxioObserverMAT и TESCANVEGA 3, соответственно. Микроскоп TESCAN укомплектован энергодисперсионной приставкой-микроанализатором INCA SDD X-MAX производства Oxford Instruments и программным обеспечением INCA Energy для проведения микрорентгеноспектрального анализа (МРСА).

Таблица 1

Номинальные и фактические составы экспериментальных сплавов

Сплав	Al	Nb	Mo	Cr	Zr	Al	Nb	Mo	Cr	Zr
	Атомные %					% по массе				
TNM	43	4	1	–	–	28,15	9,02	2,33	–	–
	42,99	4,52	1,07	–	–	27,99	10,12	2,48	–	–
TNM+	43	4	1	1	–	28,12	9,01	2,33	1,26	–
	42,98	4,56	1,01	0,83	–	27,96	10,22	2,33	1,04	–
TNM++	43	4	1	1	1	27,83	8,92	2,30	1,25	2,18
	43,01	4,31	1,02	0,90	0,92	27,76	9,57	2,33	1,11	2,11

Расчет фазового состава проводили в программе Thermo-Calc (версия TCW5) с использованием базы данных TTTIAL1: ThermotechTiAl-basedAlloysDatabase. Данная база содержит сведения о 13 химических элементах и предназначена для расчета многокомпонентных гамма-сплавов.

Результаты и их обсуждение

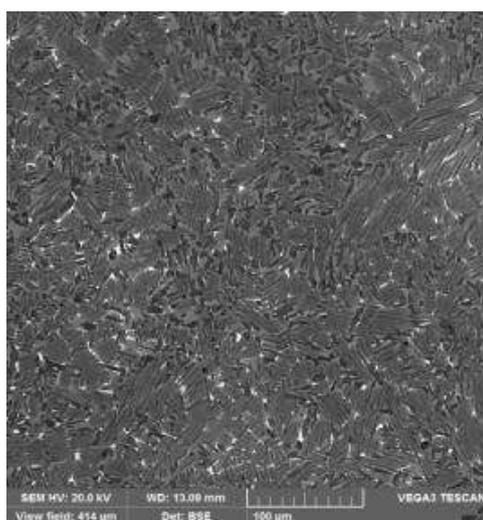
На первом этапе был рассчитан фазовый состав сплавов при возможных температурах ГИП-обработки: 1100, 1250 и 1400°C (табл. 2).

Объемная доля фаз (Q_M) в сплавах при возможных температурах отжига

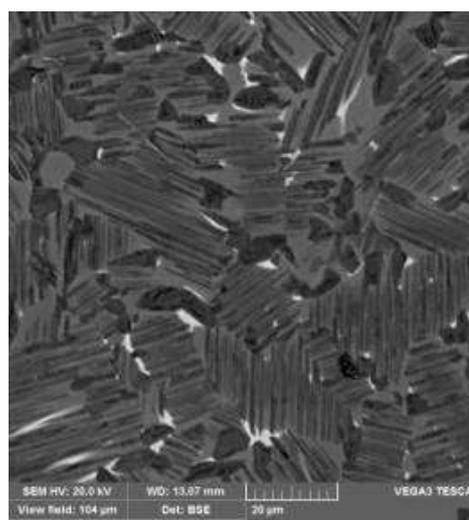
Т, °С	Фаза	Объемная доля фаз (Q_M , масс. %) сплавов при соответствующей температуре		
		TNM	TNM+	TNM++
1400	α	35,87	19,5	7,83
	β	64,13	80,5	92,17
	γ	0	0	0
1250	α	87,84	73,3	61,94
	β	12,16	25,2	32,98
	γ	0	1,5	5,08
1100	α	40,39	24,5	17,64
	β	18,89	33,9	39,99
	γ	40,71	41,6	42,37

Как можно видеть из табл. 2, добавление к базовому сплаву TNM хрома как отдельно, так и совместно с цирконием приводит к снижению доли α -фазы и напротив, увеличению количества β -фазы. Таким образом, можно сделать вывод о бета стабилизирующем эффекте этих добавок в γ -сплавах. С точки зрения температуры для термической обработки, включая ГИП, наиболее целесообразной представляется температура 1250°С для всех сплавов. При этой температуре доля α -фазы, которая определяет конечный уровень свойств γ -сплавов за счет формирующихся при эвтектоидном распаде пластинчатых колоний α_2/γ , максимальна. При этом наличие второй фазы обеспечивает ограничение роста кристаллов α -фазы при высокотемпературной выдержке.

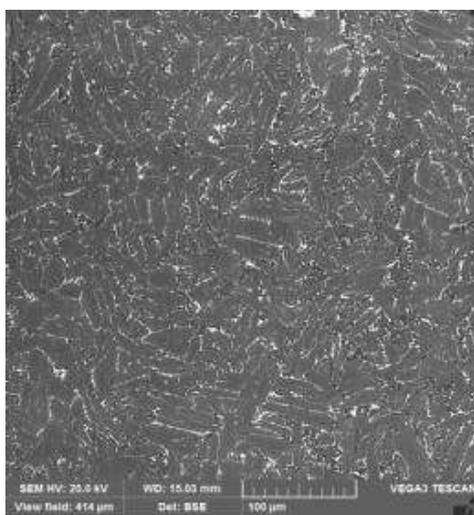
Микроструктура исследуемых сплавов после отжига в вакууме при 1250°С представлена на рис. 1. Основной структурной составляющей в них являются колонии, состоящие из пластин интерметаллидных фаз γ и α_2 , которые сформировались в результате эвтектоидного распада фазы α . По границам этих колоний выявляются частицы, которые с учетом результатов МРСА, могут быть идентифицированы как фазы β (светлые) и γ (темные). В целом также можно отметить, что качественно, предсказанная расчетом тенденция в изменении в соотношении фаз при легировании базового сплава выполняется. Следует отметить, что экспериментальные результаты не в полной мере отражают состояние сплава при температуре отжига, поскольку в процессе охлаждения с печью в той или иной мере протекают диффузионные процессы.



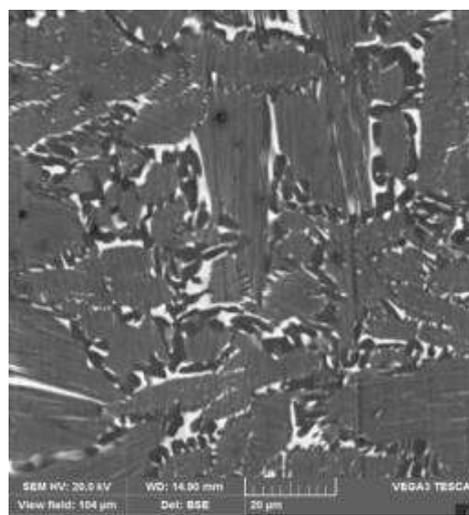
а



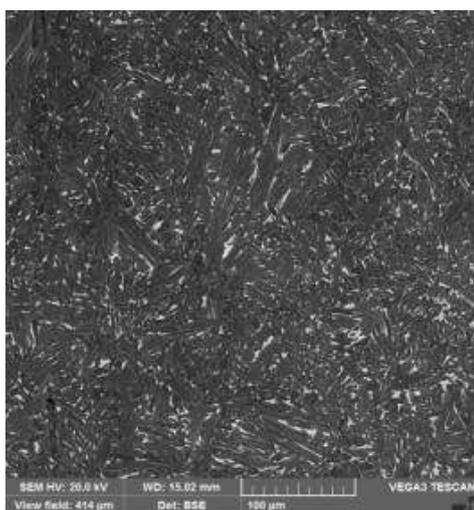
б



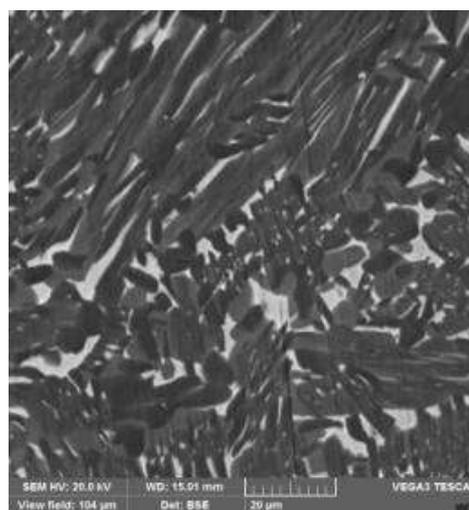
в



г



д



е

Рис. 1 – Микроструктура сплавов после отжига при 1250 °С: а, б) TNM; в, г) TNM+; д, е) TNM++

Далее сплавы были подвергнуты ГИП-обработке при температуре 1250°C, избыточном давлении 150 МПа и выдержке 3 ч. Полученные в результате микроstructures представлены на рис. 2.

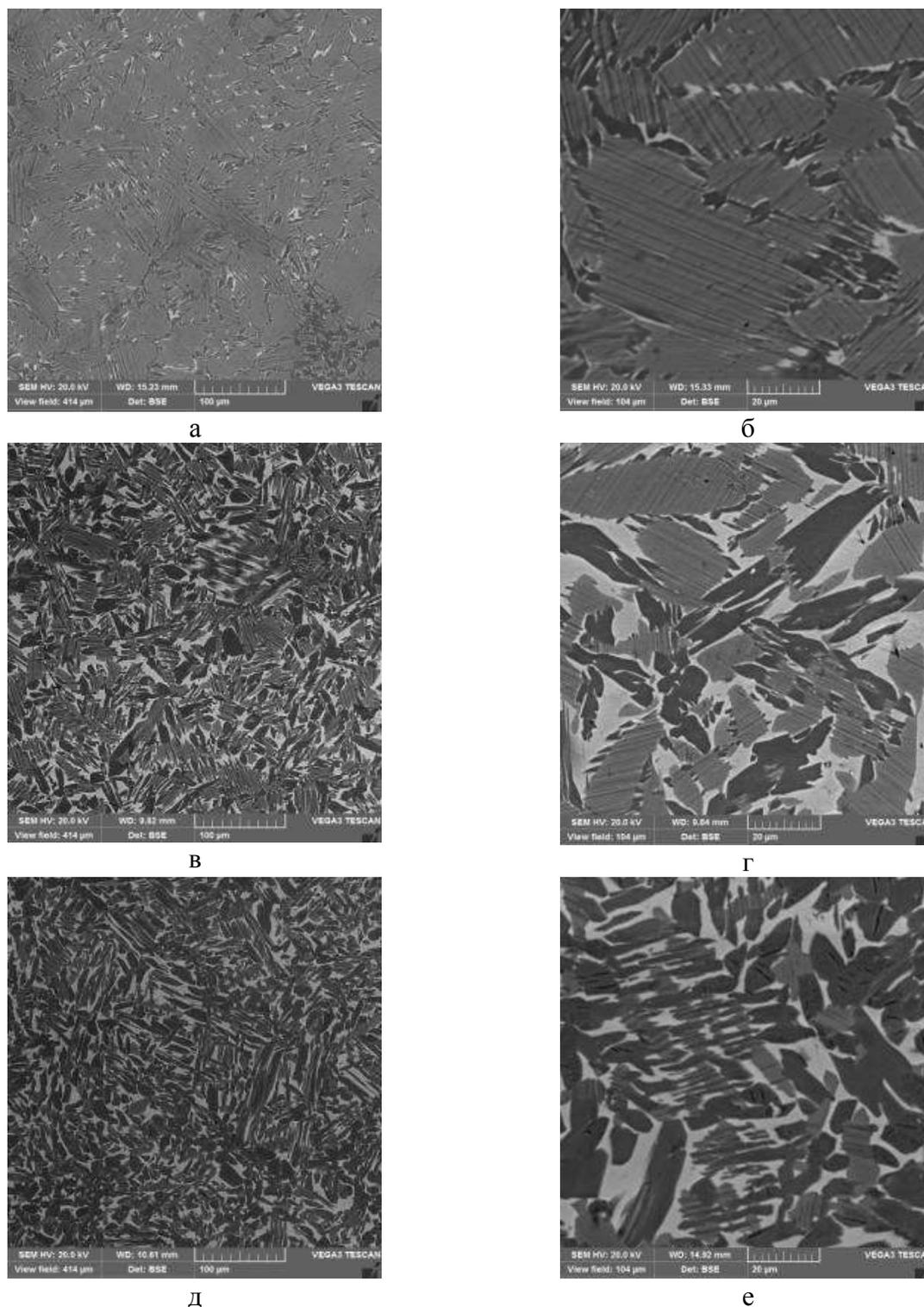


Рис. 2 – Микроstructure сплавов после ГИП при 1250 °С и 150 МПа: а, б) TNM; в, г) TNM+; д, е) TNM++;

Из рис. 2 можно видеть, что структура сплавов после обработки становится грубее, что хорошо заметно по увеличению толщины эвтектоидных пластин, а также в целом размеров колоний. Вторым существенным отличием является значительное уменьшение после ГИП объемной доли эвтектоидных колоний (исходной α -фазы). При этом напротив, доля γ -фазы возрастает в несколько раз. Изменения соотношения фаз после высокотемпературного отжига при избыточном гидростатическом давлении может быть объяснено разницей в атомных объемах фаз, находящихся в равновесии при температуре изотермической выдержки. Термодинамически выгоднее нахождение при избыточном давлении фазы с меньшим атомным объемом. В работе [23] была проведена оценка атомных объемов фаз. По представленным данным, в сплаве близкого химического состава, именно γ -фаза обладает наименьшим атомным объемом, в то время как α -фаза напротив наибольшим. Таким образом, с использованием данных по атомным объемам возможно качественно предсказать направление изменения соотношения фаз находящихся в равновесии при температуре изотермической выдержки в процессе ГИП-обработки при избыточном давлении.

Выводы

1. С использованием программы Thermo-Calc, при возможных температурах ГИП-обработки, был рассчитан фазовый состав γ -сплавов, следующего химического состава: TNM: ат. %: 43,00 Al, 4,52 Nb, 1,07 Mo; TNM+: ат. %: 43,00 Al, 4,56 Nb, 1,01 Mo, 0,83 Cr; TNM++: ат. %: 43,00 Al, 4,31 Nb, 1,02 Mo, 0,90 Cr, 0,92 Zr. По результатам расчетов температура 1250°C была выбрана в качестве перспективной для проведения ГИП-обработки.

2. Исследования в сканирующем электронном микроскопе микроструктуры сплавов после вакуумного отжига при 1250°C показали, что основной структурной составляющей являются эвтектоидные колонии,

состоящие из пластин интерметаллидных фаз γ и α_2 , по границам которых выявляются частицы β - и γ -фаз.

3. После ГИП-обработки при температуре 1250°C и избыточном гидростатическом давлении 170 МПа структура сплавов становится более грубой, что выражается в увеличении размеров эвтектоидных колоний, при этом толщина отдельных эвтектоидных пластин γ и α_2 также увеличивается. Кроме огрубления структуры было установлено, что ГИП-обработка приводит к значимому изменению в соотношении фаз по сравнению с отжигом в вакууме при той же температуре. В частности существенно повышается количество γ -фазы, при этом количество α -фазы уменьшается.

Литература

1. Appel F., Paul J. D. H., Oehring M. Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology. — Weinheim : Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, 2011. — 745 p.
2. Ильин А. А., Колачев Б. А., Польшкин И. С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства : справочник. — М. : ВИЛС-МАТИ, 2009. — 520 с.
3. Xinhua Wu. Review of alloy and process development of TiAl alloys // Intermetallics. 2006. Vol. 14, No. 10/11. P. 1114–1122.
4. Hu D., Wu X., Loretto M. H. Advances in optimization of mechanical properties in cast TiAl alloys // Intermetallics. 2005. Vol. 13, No. 9. P. 914–919.
5. Hao Y. L., Yang R., Cui Y. Y., Li D. The influence of alloying on the $\alpha_2/(\alpha_2 + \gamma)/\gamma$ phase boundaries in TiAl based systems // Acta materialia. 2000. Vol. 48, No. 6. P. 1313–1324.
6. Kainuma R., Fujita Y., Mitsui H., Ohnuma I., Ishida K. Phase equilibria among α (hcp), β (bcc) and γ (L1₀) phases in Ti – Al base ternary alloys // Intermetallics. 2000. Vol. 8, No. 8. P. 855–867.

7. Huang Z. W., Voice W., Bowen P. Thermal exposure induced $\alpha_2 + \gamma \rightarrow B2(\omega)$ and $\alpha_2 \rightarrow B2(\omega)$ phase transformations in a high Nb fully lamellar TiAl alloy // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 48, No. 1. P. 79–84.

8. Wang J. N., Xie K. Grain size refinement of a TiAl alloy by rapid heat treatment // *Scripta Materialia*. 2000. Vol. 43. P. 441–446.

9. Kuang J. P., Harding R. A., Campbell J. The effects of HIP pore closure and age hardening on primary creep and tensile property variations in a TiAl XD™ alloy with 0.1 wt. % carbon // *Materials Science and Engineering: A*. 2002. Vol. 31. P. 329–331.

10. Huang A., Hu D., Loretto M. H., Mei J., Wu X. The influence of pressure on solid-state transformations in Ti – 46Al – 8Nb // *Scripta Materialia*. 2007. Vol. 56. P. 253–256

11. Simpkins R. J., Rourke M. P., Bieler T. A., McQuay P. A. The effect of HIP pore closure and age hardening on primary creep and tensile property variations in a TiAl XD alloy with 0.1 wt. % carbon // *Materials Science Engineering: A*. 2007. Vol. 463. P. 208–215.

12. Guther V., Rothe C., Winter S., Clemens H. Metallurgy, microstructure and properties of intermetallic TiAl ingots // *Berg and Huttenmannische Monatshefte*. 2010. Vol. 155. P. 325–329.

13. Clemens H., Wallgram W., Kremmer S., Guther V., Otto A., Bartels A. Design of novel β -solidifying TiAl alloys with adjustable $\beta/B2$ -phase fraction and excellent hot-workability // *Advanced Engineering Materials*. 2008. Vol. 10. P. 707–713.

14. Clemens H., Mayer S. Design, processing, microstructure, properties, and applications of advanced intermetallic TiAl alloys // *Advanced Engineering Materials*. 2013. Vol. 15. P. 191–215.

15. Clemens H., Chladil H.F., Wallgram W., Zickler G.A., Gerling R., Liss K.D., Kremmer S., Guther V., Smarsly W. In and ex situ investigations of the β -

phase in a Nb and Mo containing γ -TiAl based alloy // *Intermetallics*. 2008. Vol. 16. P. 827–833.

16. Ding Hongsheng, Nie Ge, Chen Ruirun, et al. Influence of oxygen on microstructure and mechanical properties of directionally solidified Ti – 47Al – 2Cr – 2Nb alloy // *Mater. Des.* 2012. Vol. 41. P. 108–113.

17. Kartavykh A.V., Asnis E.A., Piskun N.V., Statkevich I.I., Gorshenkov M.V., Korotitskiy A.V. A promising microstructure/deformability adjustment of β -stabilized γ -TiAl intermetallics // *Mater. Lett.* 2016. Vol. 162. P. 180–184.

18. Huang Z.W. Thermal stability of Ti – 44Al – 4Nb – 4Zr – 0.2Si–1B alloy // *Intermetallics*. 2013. Vol. 42. P. 170–179.

19. Jiang H., Hu D., Wu X. Thermal stability of the omega phase in Zr-containing TiAl alloys // *J. Alloys Comp.* 2009. Vol. 475. P. 134–138.

20. Lee D. B., Woo S. W. High temperature oxidation of Ti – 47%Al – 1.7%W – 3.7%Zr alloys // *Intermetallics*. 2005. Vol. 13. P. 169–177.

21. ГОСТ 2999–75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. — Введ. 1976–07–01.

22. Akopyan T. K., Padalko A. G., Belov N. A. Influence of hot isostatic pressing on the structure and properties of an innovative low-alloy high-strength aluminum cast alloy based on the Al–Zn–Mg–Cu–Ni–Fe system // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2015. Vol. 11. P. 937–942.

23. N. A. Belov, T.K. Akopyan, V.D. Belov, J.S. Gershman, M.V. Gorshenkov, The effect of Cr and Zr on the structure and phase composition of TNM gamma titanium aluminide alloy. *Intermetallics* 84 (2017) 121-129.

УДК 669.715'24

Влияние термической обработки на структурно-фазовое состояние интерметаллидного никелевого сплава

Аргинбаева Э.Г.¹, к.т.н.; Базылева О.А.¹, к.т.н.; Карачевцев Ф.Н.¹, к.х.н.; Назаркин Р.М.¹; Шестаков А.В.¹

elargin@mail.ru; intermetallidbaz@gmail.com; kara4ev@mail.ru;
nazarkinrm@viam.ru; santella@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Доклад отражает проведенные в рамках гранта РФФИ (проект 16-38-00260) исследования монокристаллических образцов с кристаллографической ориентацией (КГО) [111] интерметаллидного сплава марки ВИН4 после термической обработки при температурах, близких к солвус (T_{np}). Установлено, что исследованные режимы термической обработки повлияли на структурно-фазовые параметры сплава и, соответственно, на результаты и стабильность испытаний на длительную прочность.

Ключевые слова:

интерметаллид, монокристалл, термическая обработка, жаропрочность, структура, фаза, кристаллическая решетка, период кристаллической решетки, мисфит γ/γ'

Введение

Авиация – одна из самых наукоемких отраслей промышленности. Современные крылатые машины оснащены мощнейшими газотурбинными двигателями, способными поднять в воздух до 120 т. Технические характеристики двигателя определяет комплекс мер, в том числе конструктивные особенности и материалы. Развитие авиационного материаловедения позволяет конструкторам претворять в жизнь самые смелые фантазии. Конечно, это влечет повышенные требования по ряду параметров материала – рабочая температура, прочность, выносливость, жаропрочность, технологичность.

Одними из самых горячих в прямом и переносном смысле, зон двигателя являются камера сгорания и турбина высокого давления. Для деталей этих узлов применяют жаропрочные никелевые, а для перспективных двигателей – интерметаллидные никелевые сплавы, способные работать при температурах до 1200°С. Эти материалы определяют максимальную температуру «рабочего тела» двигателя, а значит, и его ресурс работы, мощность и удельный вес.

Основой интерметаллидных никелевых сплавов является соединение на основе алюминиды никеля Ni_3Al . Как все интерметаллиды, Ni_3Al – хрупкий. Комплексное легирование тугоплавкими химическими элементами, например, такими, как хром, вольфрам, молибден и рений, а также математическое моделирование химического и фазового состава позволяют сделать Ni_3Al более технологичным, конструкционным. Предпринятые меры позволяют изготавливать из интерметаллидных никелевых сплавов детали сложной формы.

ФГУП «ВИАМ» уже около 40 лет развивает и успешно реализует направление разработки и исследований интерметаллидных никелевых сплавов. Марка «ВКНА» известна не только в нашей стране, но и за ее пределами. Такие сплавы, как ВКНА-1В, ВКНА-4У, ВКНА-25 знакомы

многим конструкторам и исследователям. Развитие исследований в области интерметаллидных никелевых привело к появлению линейки новых сплавов марки «ВИН», паспортизованных с монокристаллической структурой. Эти сплавы обладают более высокими значениями жаропрочности при температурах 1100–1200°C. Так, например, сплав ВИН2 разработан для применения в качестве рабочих лопаток, имеет высокую жаропрочность при температуре испытаний 1100°C на базе 1000 ч. Сплавы ВИН3 и ВИН4, обладающие стойкостью к термической усталости, рекомендуются для охлаждаемых сопловых лопаток перспективных газотурбинных двигателей.

Достижение характеристик жаропрочных сплавов возможно посредством легирования, а также варьируя технологические параметры его направленной кристаллизации и термической обработки. В последнее время, как и для жаропрочных никелевых сплавов, исследования воздействия внешних факторов на макро- и микроструктуру дополняется исследованиями «тонкой структуры» – структурно-фазового состояния.

Первые жаропрочные интерметаллидные сплавы серии ВКНА, такие, как ВКНА-1В и ВКНА-4У, имеют достаточно простую систему легирования и содержат Cr, Mo и W, отливаются как с равноосной поликристаллической, направленно закристаллизованной дендритной и монокристаллической структурой. Как правило, эти сплавы не подвергаются специальной высокотемпературной структурообразующей термической обработке, в отличие от жаропрочных никелевых сплавов. Разработаны режимы термической обработки для снятия напряжений с поверхностного состояния. Повышение жаропрочности интерметаллидных сплавов следующего поколения серии ВИН (ВИН1, ВИН2, ВИН3, ВИН4) за счет упрочнения твердого раствора никеля (γ -фаза) такими тугоплавкими химическими элементами, как рений и тантал, повлияло на фазовый состав и структурно-фазовые параметры сплавов. Вследствие этого встал вопрос о проведении

термической обработки как обязательной ступени технологического процесса при изготовлении полуфабрикатов [1–6].

В представленном докладе авторы демонстрируют исследования режимов термической обработки на сплав марки и ВИН4 [6-8].

Материалы и методы

Объектами исследований были монокристаллические образцы с кристаллографической ориентацией (КГО) [111] интерметаллидного сплава ВИН4. Сплавы выплавлены на опытно-промышленной установке VIM-50 (Германия) вакуумным индукционным методом. Монокристаллы методом LMC (liquid metal cooling) на отечественной серийной установке типа УВНС-5 (с шлюзовой камерой, жидкометаллический охладитель – алюминий) [9–11].

Химический состав сплавов рассчитали по методу компенсации дисбаланса легирования, предложенному Г.И. Морозовой [12]. Согласно методу, сплавы, имеющие показатель дисбаланса легирования в пределах $-0,02 \leq \Delta E < 0,02$, сбалансированы и имеют низкую склонность к выделению топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз.

Определение критических температур исследуемых сплавов – солидус (T_S) и ликвидус (T_L) проводили методом дифференциального термического анализа (ДТА) на калориметре DSC 404 F1 Pegasus.

Исследования структурные проводили методом растровой микроскопии на электронном микроскопе JSM-840 (Япония). Расшифровку фаз проводили методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре D/Max-2500. Периоды решеток γ' и γ -фаз и их количество определяли при комнатной температуре дифрактометрическим методом на установке ДРОН-3М с использованием компьютерной программы «Outset».

Размерное несоответствие периодов кристаллических решеток γ' и γ -фаз (D) рассчитывали по формуле Вульфа-Брэгга $D = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma}$, где

a_γ – период решетки γ -фазы, $a_{\gamma'}$ – период решетки γ' -фазы [13,14].

Испытания на длительную прочность проводили по методике согласно ГОСТ 10145-81 [15].

Результаты исследований

В пределах паспортных интервалов легирования, рассчитан состав исследуемого интерметаллидного сплава ВИН4. Так, что показатели дисбаланса легирования ΔE для сплава составлял 0,008. Согласно теории сбалансированности, сплавы фазовостабильны и пригодны к проведению дальнейших исследований.

Определены критические температуры интерметаллидного сплава: солидус ВИН4 составляет 1310°C ; ликвидус – 1384°C ; солвус (температура полного растворения γ' -фазы, $T_{\text{пр}} = 1270^\circ\text{C}$). Если сравнить со критическими точками сплава ВИН1 ($T_s=1344^\circ\text{C}$, $T_L=1380^\circ\text{C}$, $T_{\text{пр}}=1260^\circ\text{C}$) близкого по составу к ВИН4, отметим, что увеличение суммарного содержания тугоплавких легирующих элементов – в составе сплава ВИН4, кроме вольфрама, молибдена и рения, присутствует тантал, способствовало росту интервала кристаллизации: 74°C для ВИН4 и 36°C для ВИН1. Увеличение содержание γ' -образующего элемента – тантала привело к росту температуры полного растворения.

Основываясь на ранее проведенных при разработке сплава ВИН4 исследованиях, была подобран первый режим термической обработки [6]. Монокристаллы [111] интерметаллидного рений-содержащего сплава ВИН4 прошли термическую обработку по следующим режимам:

1. гомогенизирующий отжиг при температуре ($T_{\text{пр}} - (10 \div 20)^\circ\text{C}$) в течение 5 ч;
2. гомогенизирующий отжиг при температуре ($T_{\text{пр}} + (0 \div 10)^\circ\text{C}$) в течение 5 ч;
3. гомогенизирующий отжиг при температуре ($T_{\text{пр}} + (20 \div 30)^\circ\text{C}$) в течение 5 ч;

4. закалка с ($T_{пр} - (10 \div 20)$)°C после выдержки в течение 5 ч; старение при 850 °C в течение 5 ч.

Результаты рентгеноструктурного анализа обработанных образцов сплава (Таблица 1). Показано, что с ростом температуры термической обработки наблюдается и рост мисфита γ/γ' .

Таблица 1

Показатели структурно-фазового состояния интерметаллидного сплава ВИН4

Состояние сплава	Период кристаллической решетки a, нм		Мисфит γ/γ' , %	Объемное содержание, %	
	γ' -фазы	γ -фазы		γ -фазы	γ' -фазы
литое	0,3578	0,3589	0,35	8,0	92,0
после термической обработки №1	0,3579	0,3596	0,47	6,9	93,1
после термической обработки № 2	0,358	0,36	0,56	6,8	93,2
после термической обработки № 3	0,3578	0,36	0,61	5,6	94,4
после термической обработки №4	0,3584	0,3605	0,6	5,1	94,9

Исследования структурно-фазовых параметров сплава ВИН4 после термической обработки по трем режимам подтвердили общую тенденцию взаимозависимости увеличения мисфита γ/γ' и долговечности никелевых сплавов (Таблица 2).

Таблица 2

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

Состояние сплава	Время до разрушения, ч
литое	<u>120; 133</u> 127
после термической обработки №1	<u>157; 171; 225</u> 184
после термической обработки № 2	<u>203; 169; 205</u> 192
после термической обработки № 3	<u>146; 182; 187</u> 172
после термической обработки №4	<u>98; 134,6; 143,6</u> 125,4

Согласно результатам испытаний, максимального значения времени до разрушения были достигнуты на образцах после термической обработки

по режимам №№ 1 и 2 с относительно невысоким разбросом.

Мы провели микроструктурные исследования образцов. Показано, что имеет место образование тугоплавких фаз с повышенным содержанием молибдена, хрома, рения. Ввиду ускоренного охлаждения, наиболее ярко они проявились после обработки по режиму №4 (Рисунок 1).

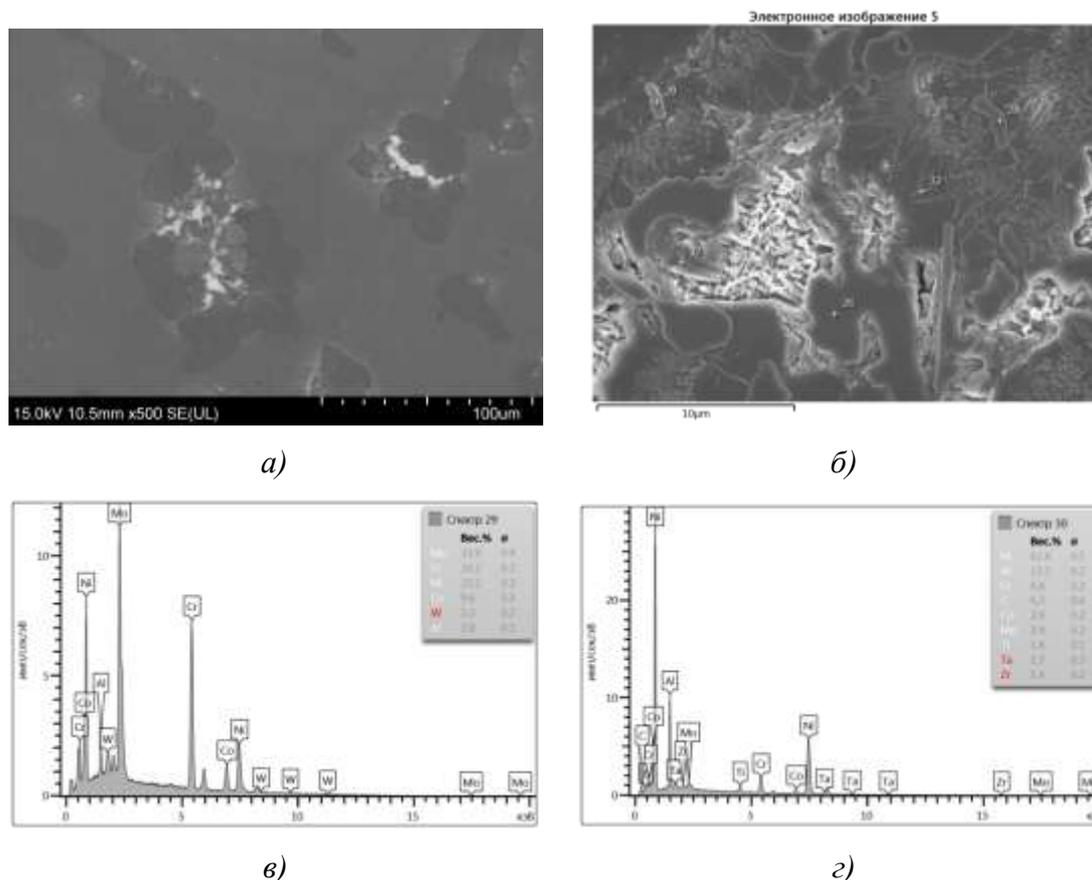


Рис. 1 – Микроструктура межфазных областей и локальный химический анализ спектров образца сплава ВИН4 после термической обработки по режиму №4

Согласно результатам исследований, спектры 26, 28 и 29 – γ_k -фаза с повышенным содержанием молибдена и хрома; 27, 30 и 31 – фаза типа β (легированный NiAl).

Как правило, выделение γ_k -фазы в незначительных объемах способствует упрочнению интерметаллидных сплавов. Однако, неравномерный характер образований с разным химическим составом, продемонстрированный на рисунке 1, дает основание полагать, что

произошло обеднение γ – твердого раствора.

Образцы после испытаний были исследованы для определения структурно-фазовых параметров. Установлено, что вне зависимости от режима, что значения мисфита γ/γ' образцов сплава ВИН4 после термической обработки, находятся в одном диапазоне со значениями мисфита в резьбовой части образца. При этом мисфит γ/γ' в рабочей части образца на 15–20% меньше, чем в головке. Ввиду того, что в рабочей части образца помимо термических напряжений на сплав оказывают влияние повышенные напряжения от приложенной нагрузки, диффузионные процессы протекают активнее, чем в головке образца. Металлографические исследования это подтверждает (Рисунки 2, 3).

Микроструктура образца после термической обработки и испытаний приведена на рисунках 2 и 3. Область спектра 54 – γ' -фаза в межосном пространстве, 55 – ось дендрита, которую пересекают пластины фазы, обогащенной тугоплавкими элементами Re, Mo и W.

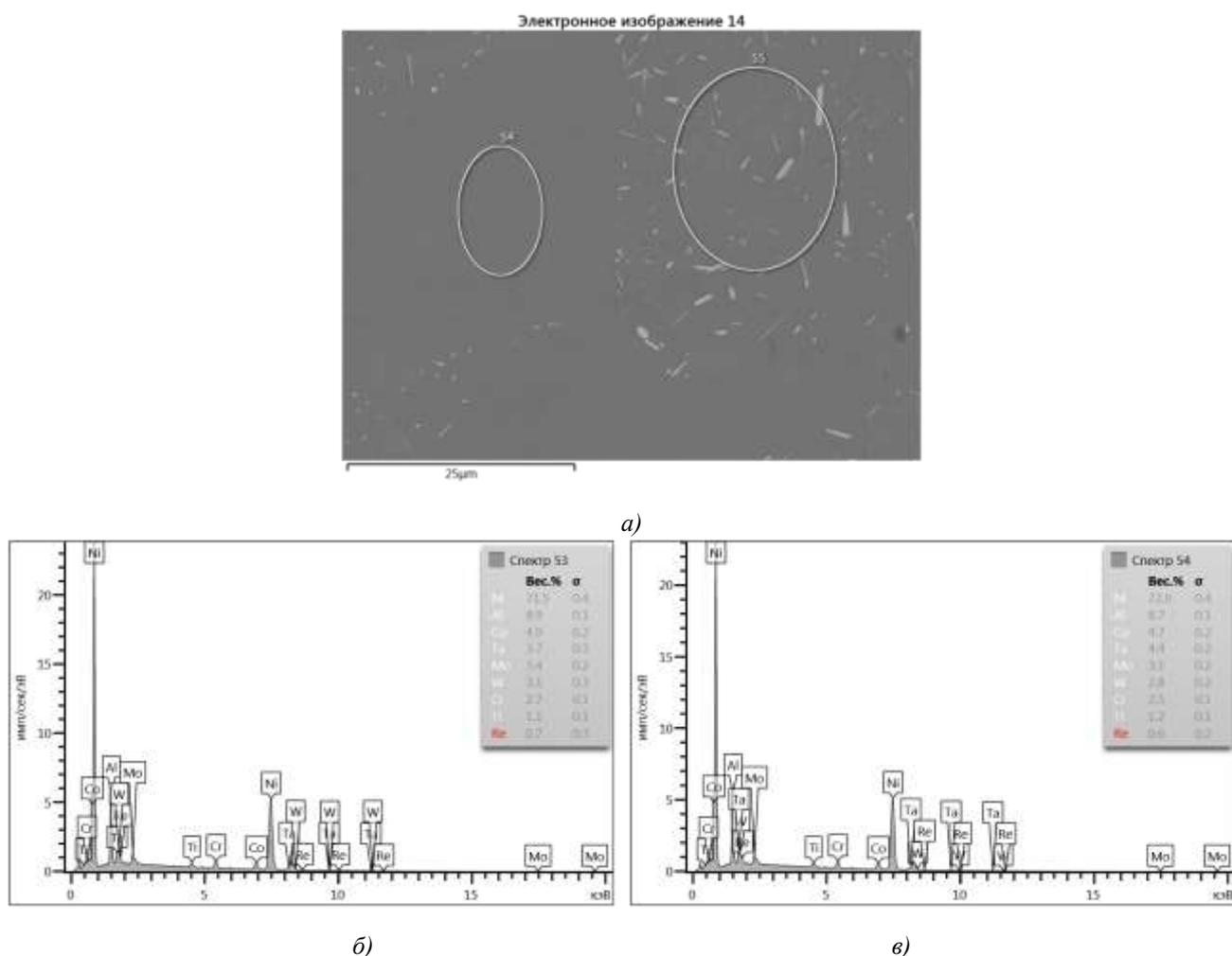


Рис. 2 – Локальный химический анализ образца сплава ВИН4 после термической обработки по режиму №3 и испытаний на длительную прочность

Структура, представленная на рисунке 3, позволит более подробно проанализировать частицы с тугоплавкими элементами. Области спектров 50 и 51 демонстрируют фазы, содержащие тугоплавкие легирующие элементы Re, Mo и W, которые выделяются в осях дендритов γ/γ' .

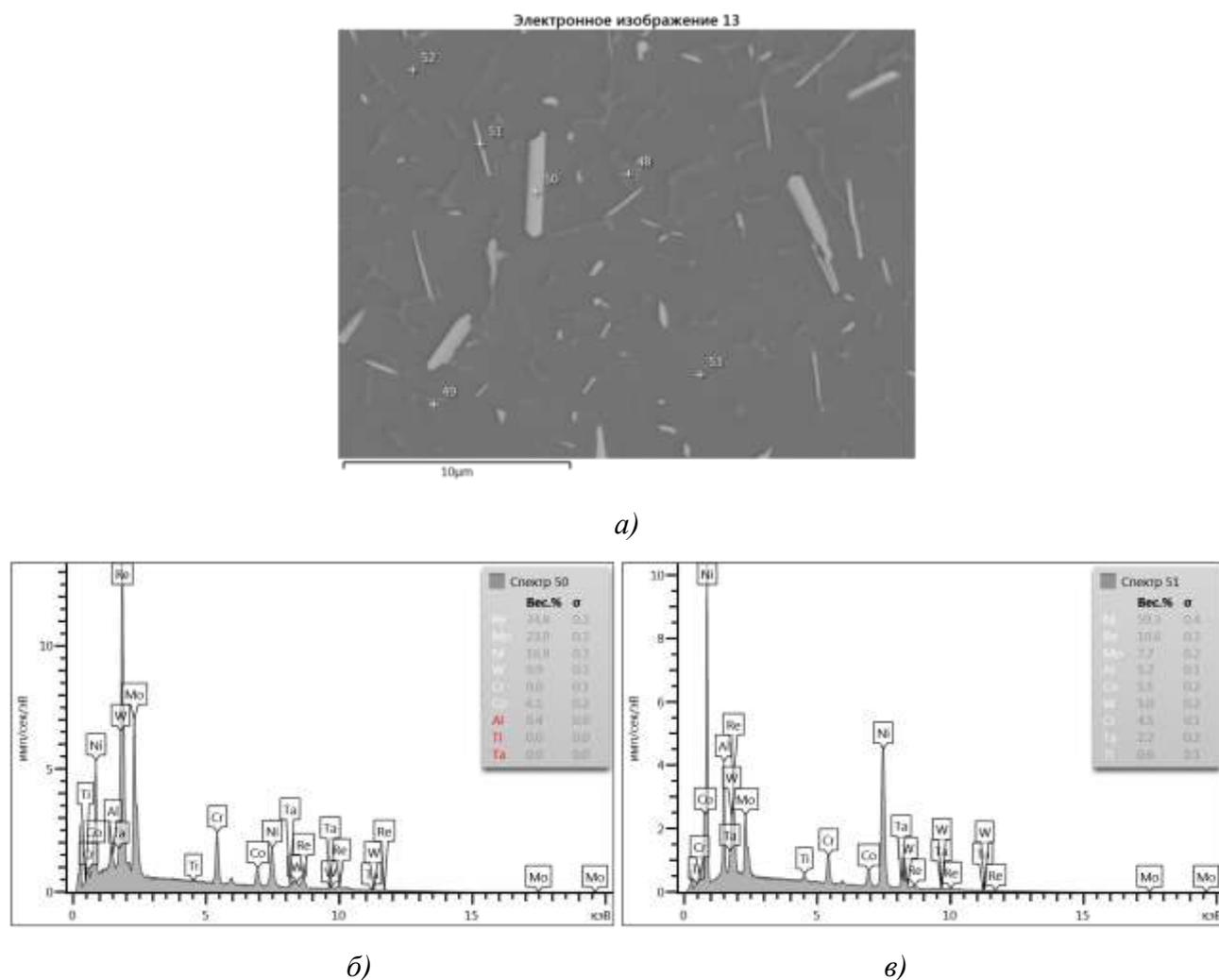


Рис. 3 – Локальный химический анализ образца сплава ВИН4 после термической обработки №3 и испытаний на длительную прочность

Обсуждение и заключения

Сопоставление проведенных исследований дает основания говорить о том, что легированный рением и танталом интерметаллидный сплав ВИН4 чувствителен к температурно-временным параметрам термической обработки, а также скорости охлаждения. Так, закалка с температуры ($T_{пр} \pm 20^\circ\text{C}$), привела к перераспределению элементов и образованию неравномерно распределенных фаз типа γ_k в нескольких модификациях, обедняя твердый раствор γ -фазы. Отжиг в интервале ($T_{пр} \pm 20^\circ\text{C}$) в течение 5 ч позволил повысить мисфит γ/γ' и время до разрушения при испытаниях на длительную прочность при 1100°C , обеспечив незначительный разброс в результатах.

Таким образом, поставлены вопросы к следующему витку изысканий режима термической обработки интерметаллидных сплавов, содержащих тяжелые тугоплавкие элементы, благотворно влияющего на структурно-фазовый состав и, следовательно, на свойства.

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. Унчикова М.В., Костенко Ю.В., Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г. Влияние термической обработки на структуру и свойства интерметаллидного монокристаллического сплава на основе Ni_3Al // Заготовительные производства в машиностроении. 2015. № 10. С.35–38.
2. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 57–60.
3. 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. С. 112–122.
4. Базылева О. А., Аргинбаева Э. Г. Влияние термической обработки на структуру и жаропрочность ренийсодержащего интерметаллидного сплава на основе никеля // Авиационные материалы и технологии. 2014. № 2. С. 21–26.
5. Каблов Е.Н., Ломберг Б.С., Бунтушкин В.П., Голубовский Е.Р., Мубояджян С.А. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al – перспективный

материал для лопаток турбин // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2002. № 7. С.16–19.

6. 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. С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

7. Влияние легирования, технологий литья и термической обработки на структуру и свойства интерметаллидных сплавов на основе никеля [Текст]: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.16.01 / Э.Г. Аргинбаева. - М., 2014. - 26 с.

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. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al : пат. №2434068 Рос. Федерация; опубл. 20.11.2011. Бюл. 2011. №32 (Каблов Е.Н.)

10. Горюнов А.В., Ригин В.Е. Современная технология получения литейных жаропрочных никелевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №2. С. 3–7.

11. 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>. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-1-1

12. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // *МиТОМ*. 2012. №12. С. 52–58.

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 29.08.2017).

14. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. и др. Размерное несоответствие кристаллических решеток γ и γ' -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах // Авиационные материалы и технологии. Вып. «Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД». 2004. С. 48-57.

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>. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-12-12.

УДК 624.042

Инженерная методика расчета внутренних напряжений в жаростойких ионно-плазменных конденсированных покрытиях на сплаве ЖС6У

Артеменко Н.И.¹; Симонов В.Н.¹, д.т.н.

¹МГТУ им. Н.Э. Баумана

Аннотация:

Предложена инженерная методика оценки величины и характера внутренних напряжений в жаростойких конденсированных ионно-плазменных покрытиях

Ключевые слова:

внутренние напряжения, покрытие, теория Линдемана, выбор покрытий, предельно допустимые деформации

Введение

В современном авиадвигателестроении все большее внимание уделяется проблеме продления ресурса деталей, увеличению срока службы, повышению надежности и долговечности. Одним из актуальных вопросов является увеличение ресурса деталей авиационной техники при уменьшении их стоимости. С этой целью используются различные защитные и упрочняющие покрытия. Они позволяют продлить ресурс деталей авиационной техники [1–4].

При защите деталей, подверженных высокотемпературному окислению, используют жаростойкие покрытия. Существуют различные методы нанесения жаростойких покрытий: атмосферно-плазменный, электронно-

лучевой, ионно-плазменный методы, различные виды наплавки (газопламенная, лазерная) и др. Особое место занимает ионно-плазменный метод нанесения покрытий. В ВИАМе разработан оригинальный метод получения ионно-плазменных покрытий – ВПТВЭ (вакуумно-плазменная технология высоких энергий). Полученные покрытия отличаются высокой адгезией, хорошим качеством поверхности, низкой пористостью, высокими эксплуатационными характеристиками [5–14].

При нанесении ионно-плазменных покрытий материал катода испаряется вакуумной дугой и конденсируется на поверхности деталей, образуя плотное, практически беспористое, покрытие. Однако полученные покрытия после нанесения не всегда обладают высокой адгезией к материалу подложки. Основной вклад в разрушение покрытия вносят внутренние напряжения. В настоящей работе рассматривается метод оценки внутренних напряжений в однослойных ионно-плазменных жаростойких конденсированных покрытиях для предотвращения разрушения покрытия за счет внутренних напряжений еще на стадии выбора материала жаростойкого покрытия [15, 16].

Природа внутренних напряжений

В процессе нанесения покрытий ионно-плазменным методом в вакуумной камере покрытие конденсируется из двухфазного потока плазмы на материал детали. В первом приближении можно считать, что природой возникновения внутренних напряжений в покрытии является разница в термических коэффициентах линейного расширения (ТКЛР) материалов подложки и покрытия. При нанесении жаростойких покрытий на подложку (детали) из сплава ЖС6У температура подложки составляет около 700°С [9]. В процессе нанесения конденсированное покрытие и материал подложки находятся в ненапряженном состоянии. По окончании процесса нанесения покрытия и при охлаждении композиции материал-покрытие до комнатной

температуры происходит уменьшение размеров детали и покрытия по линейному закону, образуется размерное несоответствие покрытия и подложки. На рис. 1 рассмотрен простейший одномерный случай.

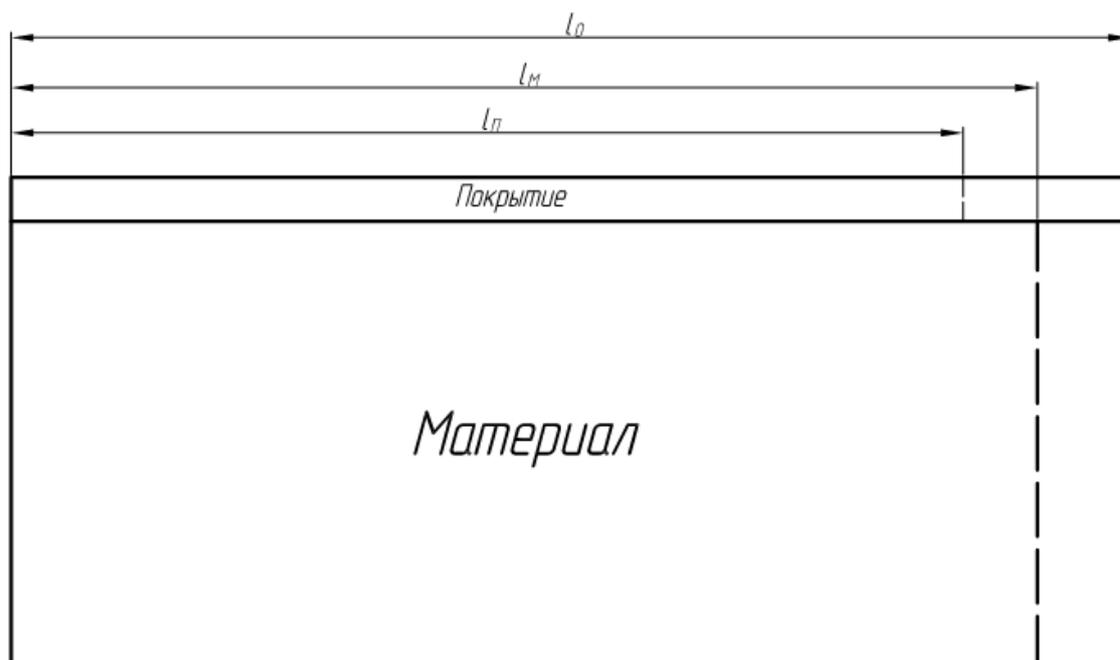


Рис. 1 – Схема изменения размеров композиции материал-покрытие при охлаждении до комнатной температуры для случая $\alpha_P > \alpha_M$

На рис. 1 l_0 – линейный размер покрытия и подложки при температуре напыления;

l_M – линейный размер образца подложки после охлаждения без учета покрытия;

l_P – линейный размер покрытия после охлаждения без учета связи его с подложкой.

Изменения линейных размеров материала и покрытия описываются следующими формулами:

$$l_P = l_0(1 - \sigma_P \Delta T),$$

$$l_M = l_0(1 - \sigma_M \Delta T),$$

где $\alpha_{П,М}$ – ТКЛР покрытия и материала подложки соответственно, $1/К$; ΔT – разность температуры подложки при напылении и комнатной температуры, К.

В первом приближении считаем, что толщины покрытия и основного материала несоизмеримы. Принимая, что основной материал является абсолютно жестким, а адгезия покрытия с подложкой весьма прочная (>100 МПа), то покрытие претерпевает деформации для достижения размера l_M . Следовательно, в покрытии возникают внутренние напряжения, а ее деформация определяется следующим образом:

$$\varepsilon = \frac{l_M - l_P}{l_P} = \frac{1 - \alpha_M \Delta T}{1 - \alpha_P \Delta T} - 1.$$

Теория Линдемана

В физике твердых тел существует эмпирическая теория, связывающая прочность межатомных связей с температурой плавления. Более всего это теория известна как правило Линдемана: произведение температуры плавления вещества и его термического коэффициента линейного расширения является величиной постоянной для большой группы веществ, иначе говоря $T_{пл} * \alpha = const$. Однако в действительности зависимость температуры плавления от $1/\alpha$ является линейной функцией. [17] В таблице 1 указаны ТКЛР, температуры плавления и величина, обратная ТКЛР для некоторых чистых веществ и соединений. На рис. 2 установлена аппроксимирующая зависимость $T_{пл}(1/\alpha)$.

Таблица 1

Вещество	$\alpha \cdot 10^6, 1/K$	$1/\alpha, K$	$T_{пл}, K$
Cd [18]	30	33333,33	594
Pb[18]	28	35714,29	600
Mg[18]	25	40000	923
Al[18]	22,2	45045,05	933
Ba[18]	20,6	48543,69	1002
Ca[18]	22,3	44843,05	1112
Ag[18]	19,5	51282,05	1235
Au[18]	14,2	70422,54	1337
Mn[18]	22	45454,55	1517
Be[18]	11,5	86956,52	1551
Gd[18]	9	111111,1	1586
Ni[18]	13	76923,08	1726
Co [18]	12	83333,33	1768
Fe [18]	12	83333,33	1812
Pd [18]	11,8	84745,76	1827
Pt [18]	9	111111,1	2041
Zr [18]	6,8	147058,8	2125
Cr [18]	6,8	147058,8	2130
V [18]	8	125000	2160
Cr ₃ C ₂ [19]	11,7	85470,09	2168
Rh [18]	8	125000	2239
Ru [18]	9,1	109890,1	2334
Hf [18]	5,8	172413,8	2506
Ir [18]	6,4	156250	2739
Nb [18]	7	142857,1	2741
Mo [18]	5	200000	2890
WC [19]	4,6	217391,3	3058
TiN [19]	4,5	222222,2	3223
ZrN [19]	5,6	178571,4	3253
HfN [19]	5,5	181818,2	3273
Ta [18]	5,4	185185,2	3290
Re [18]	5,2	192307,7	3459
TiC [19]	4,4	227272,7	3530
W [18]	4,3	232558,1	3695
ZrC [19]	4,2	238095,2	3803
NbC [19]	3,9	256410,3	3886
HfC [19]	3,7	270270,3	4163
TaC [19]	3,6	277777,8	4258

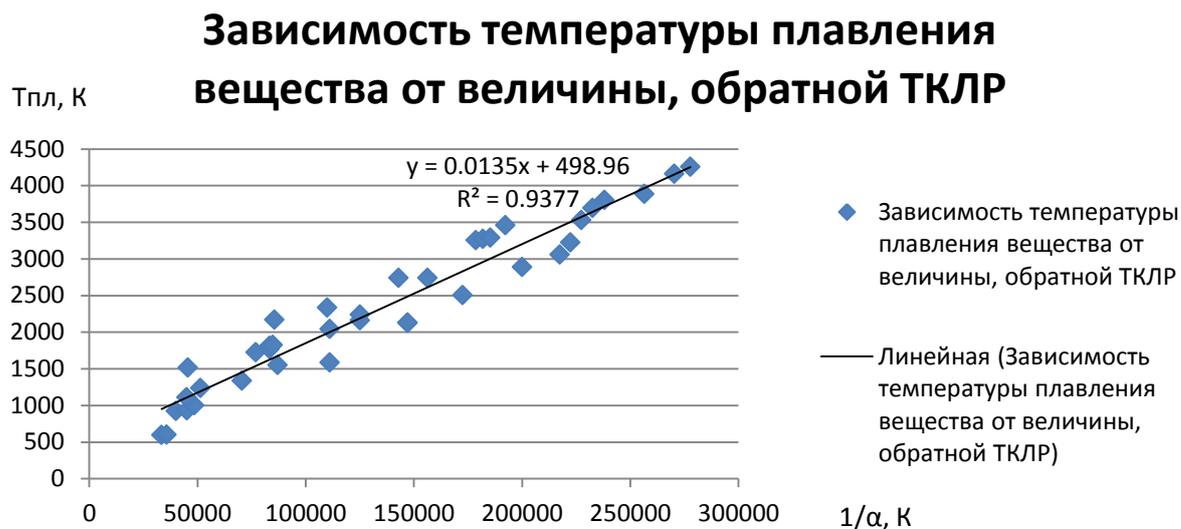


Рис. 2 – Зависимость температуры плавления вещества от величины, обратной ТКЛР

Выражение $T_{пл} = \frac{0,0135}{\alpha} + 500$ получено путем аппроксимации массива точек $T(1/\alpha)$ с величиной достоверности аппроксимации $R=0,938$, и достаточно точно, с погрешностью не более 15%, описывает зависимость температуры плавления материала от термического коэффициента линейного расширения в диапазоне температур плавления 1000-5000 К. Таким образом термический коэффициент линейного расширения для любого конденсированного вещества в рамках данной задачи может быть выражен через температуру плавления:

$$\alpha = \frac{0,0135}{T_{пл} - 500}.$$

Определение деформаций в покрытии

С учетом вышеизложенного деформация покрытия рассчитывается

$$\varepsilon = \frac{1 - \frac{0,0135\Delta T}{T_M - 500}}{1 - \frac{0,0135\Delta T}{T_{II} - 500}} - 1,$$

где $T_{II,M}$ – температуры плавления покрытия и материала соответственно, К.

Тогда:

$$\begin{aligned}\varepsilon &= \frac{1 - \frac{0,0135\Delta T}{T_M - 500}}{1 - \frac{0,0135\Delta T}{T_{II} - 500}} - 1 = \frac{T_{II} - 500 (T_M - 500 - 0,0135\Delta T)}{T_M - 500 (T_{II} - 500 - 0,0135\Delta T)} - 1 = \\ &= \frac{(T_M - T_{II})}{(T_M - 500)(T_{II} - 500 - 0,0135\Delta T)} \cdot 0,0135\Delta T.\end{aligned}\quad (1)$$

Величина ΔT обычно для нанесения покрытия на сплав ЖС6У составляет 700°C , соответственно $0,0135 \cdot \Delta T = 9,45$ К. Очевидно, что знаменатель в выражении является положительной величиной, поэтому для определения знака внутренних напряжений достаточно сравнить температуры плавления материалов покрытия и основы. При $T_M > T_{II}$ в покрытии растягивающие внутренние напряжения, $T_M < T_{II}$ сжимающие.

Величина внутренних напряжений должна быть такая, чтобы не вызывать в материале покрытия пластического течения, т.к. накопление пластических деформаций в покрытиях ведет к их ускоренному разрушению. Также некоторые жаростойкие покрытия являются хрупкими за счет высокого содержания β -фазы NiAl, поэтому пластическое течение в них вообще недопустимо. В связи с этим следует ограничить деформацию материала покрытия $-0,002 < \varepsilon_{\text{покр.}} < 0,002$, где 0,002 – условная деформация начала текучести ($\sigma_{0,2}$ – предел текучести).[20]

$$\left| \frac{(T_M - T_{II})}{(T_M - 500)(T_{II} - 500 - 0,0135\Delta T)} \cdot 0,0135\Delta T \right| \leq 0,002.\quad (2)$$

Данное выражение не поддается упрощению, поэтому решение было получено численными методами (таблица 2).

Таблица 2

T_M, K	Нижний предел T_{II}, K $\epsilon_{покр.} < 0,002$	Верхний предел T_{II}, K $\epsilon_{покр.} > 0,002$
1000	953	1058
1100	1033	1186
1200	1111	1320
1300	1185	1461
1400	1258	1610
1500	1327	1766
1600	1394	1931
1700	1459	2105
1800	1522	2290
1900	1582	2485
2000	1641	2693
2100	1698	2914
2200	1753	3150
2300	1806	3402
2400	1858	3672
2500	1908	3961
2600	1957	4272
2700	2004	4609
2800	2050	4972
2900	2095	5368
3000	2138	5798

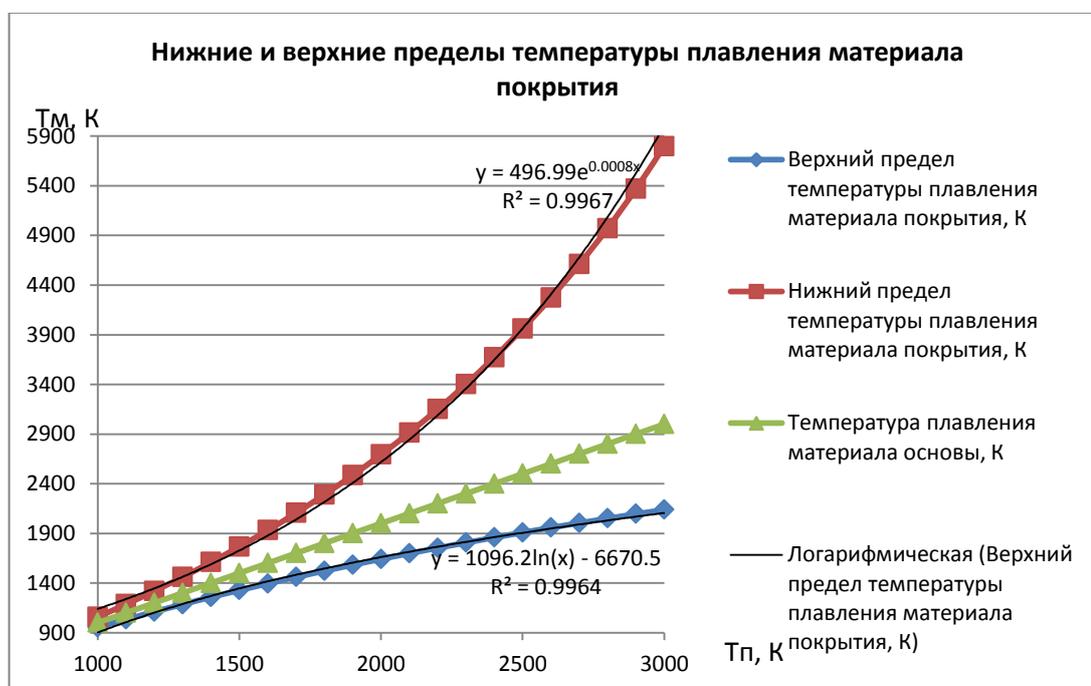


Рис. 3 – Нижние и верхние пределы температуры плавления материала покрытия

При выборе жаростойкого покрытия следует руководствоваться данными на рис. 3. Температура плавления выбранного покрытия должна лежать между нижним и верхним пределом температуры плавления материала покрытия для обеспечения деформаций в покрытии менее допустимого значения.

Зависимость $T_{II}=496,99\exp(0,0008T_M)$ достаточно точно описывает верхний предел температуры плавления материала покрытия, при котором внутренние напряжения в покрытии являются сжимающими, и величина деформации $\varepsilon_{покр.}>-0,002$.

Зависимость $T_{II}=1096,2\ln(T_M)-6670,5$ достаточно точно описывает нижний предел температуры плавления материала покрытия, при котором внутренние напряжения в покрытии являются растягивающими, и величина деформации $\varepsilon_{покр.}<0,002$.

Влияние толщины покрытия на величину внутренних напряжений

Ранее было сделано допущение, что материал подложки является абсолютно жестким и толщины покрытия и материала несоизмеримы и внутренние напряжения в покрытии составляло $\sigma_{II}=\varepsilon_{покр.}E_{II}$, а в материале внутренние напряжения составляли $\sigma_M=0$. В реальности при возникновении в покрытии после напыления, например, растягивающих напряжений, происходит сжатие композиции материал-покрытие в соответствии с условием совместности деформаций $\varepsilon_{II}=\varepsilon_M$:

$$\frac{\sigma_1}{E_{II}} = \frac{\sigma_M}{E_M}, \quad (3)$$

где σ_1 – напряжение, которое дополнительно возникло в покрытии при достижении заданной деформации ε_{II} ;

σ_M – напряжение, возникшее в материале при достижении заданной деформации ε_M ;

$E_{II,M}$ – модули упругости первого рода покрытия и материала соответственно.

По закону сохранения энергии сумма работ, затрачиваемых на деформирование покрытия и основного материала в состоянии равновесия равна нулю, тогда:

$$(\sigma_{II} + \sigma_1)h_{II}S_{IIМ} (1 + \varepsilon_{II}) + \sigma_M h_M S_{IIМ} (1 + \varepsilon_M) = 0,$$

где $\sigma_{II} + \sigma_1 = \sigma_{внутр}$ – внутренние напряжения в покрытии в состоянии статического равновесия;

$h_{II,М}$ – толщины покрытия и материала соответственно;

$S_{IIМ}$ – площадь контакта покрытия и основы.

С учетом условия совместности деформаций получаем:

$$(\sigma_{II} + \sigma_1)h_{II} = -\sigma_M h_M,$$

$$\sigma_M = -\frac{(\sigma_{II} + \sigma_1)h_{II}}{h_M}.$$

Подставляя в выражение (1) получается:

$$\frac{\sigma_1}{E_{II}} = -\frac{(\sigma_{II} + \sigma_1)h_{II}}{h_M E_M},$$

$$\sigma_1 = -\frac{\sigma_{II} h_{II} E_{II}}{h_M E_M + h_{II} E_{II}}.$$

Таким образом, можно найти внутренние напряжения, возникающие в покрытии, с учетом взаимодействия с основным материалом:

$$\sigma_{внутр} = \sigma_{II} + \sigma_1 = \sigma_{II} - \frac{\sigma_{II} h_{II} E_{II}}{h_M E_M + h_{II} E_{II}},$$

$$\sigma_{внутр} = \sigma_{II} \frac{1}{1 + \frac{E_{II} h_{II}}{E_M h_M}}. \quad (4)$$

Из уравнения (4) видно, что основной вклад в динамику функции внутренних напряжений вносит отношение $\frac{h_{II}}{h_M}$, так как отношение модулей

упругости является величиной порядка единицы. Общий вид единичной

функции $\tilde{\sigma}_{\text{внутр}}(h_{\text{П}}, h_{\text{М}}) = \frac{1}{1 + \frac{h_{\text{П}}}{h_{\text{М}}}}$ представлен на рис. 4:

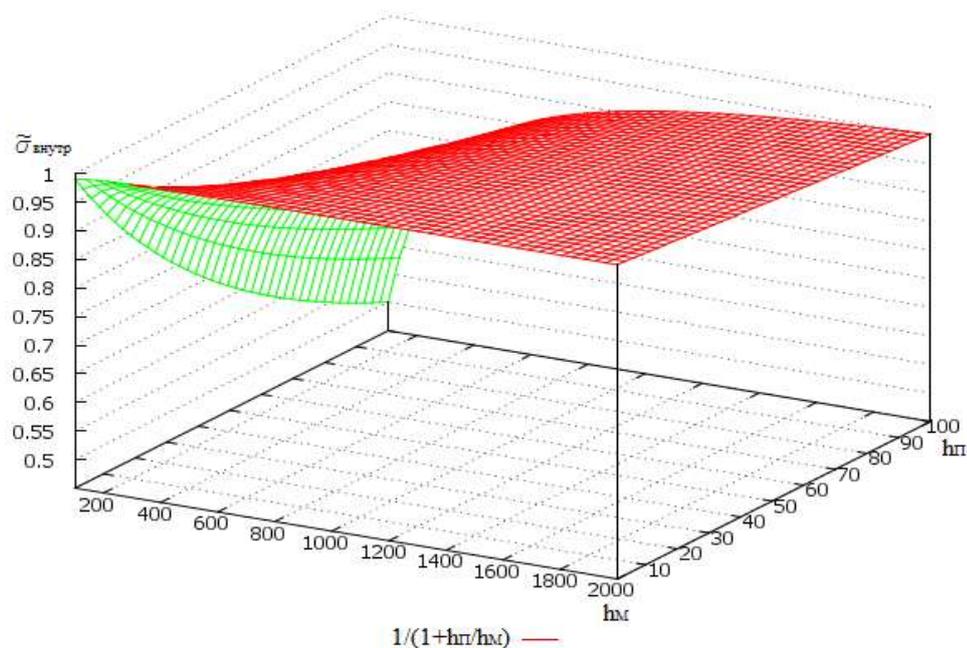


Рис. 4 – Вид единичной функции внутренних напряжений в покрытии

Из графика на рисунке 4 видно, что внутренние напряжения в тонких покрытиях (1–20 мкм) при толщине образца более 1000 мкм практически не отличаются от внутренних напряжений, возникающих в покрытии без учета взаимодействия с материалом образца. В то же время в толстых покрытиях (50–100 мкм) влияние толщины образца на величину внутренних напряжений существенно: при толщине образца в 1000 мкм напряжения ниже на 5–10%, чем в случае с тонким покрытием.

Таким образом, конечный вид зависимости внутренних напряжений от температур плавления материала и покрытия с учетом взаимодействия покрытия и основы будет:

$$\sigma_{\text{внутр}} = \frac{(T_{\text{М}} - T_{\text{П}})}{(T_{\text{М}} - 500)(T_{\text{П}} - 500 - 0,0135\Delta T)} \frac{0,0135\Delta T}{1 + \frac{E_{\text{П}}}{E_{\text{М}}} \frac{h_{\text{П}}}{h_{\text{М}}}} \cdot \frac{E_{\text{П}}}{E_{\text{М}}} \quad (5)$$

Изменение внутренних напряжений в покрытии в процессе эксплуатации

В рамках данной задачи был определен механизм возникновения внутренних напряжений: при нанесении конденсированного покрытия при некоторой температуре T_H внутренние напряжения в покрытии отсутствуют. При охлаждении образца до температуры T_0 из-за разницы термических коэффициентов линейного расширения возникают внутренние напряжения в покрытии, величина которых определяется формулой (5), из которой видно, что величина внутренних напряжений в покрытии при прочих равных условиях зависит от величины $\Delta T = T_H - T_0$.

Температура эксплуатации многих деталей с жаростойкими покрытиями превышает комнатную температуру, в таком случае, величина ΔT будет определяться как:

$$\Delta T = T_H - T_{\text{ЭКСП}},$$

где $T_{\text{ЭКСП}}$ – температура эксплуатации.

В таком случае формула (5) приобретает вид:

$$\sigma_{\text{внутр}} = \frac{(T_M - T_{II})}{(T_M - 500)} \frac{0,0135(T_H - T_{\text{ЭКСП}})}{(T_{II} - 500 - 0,0135(T_H - T_{\text{ЭКСП}}))} \frac{E_{II}}{1 + \frac{E_{II} h_{II}}{E_M h_M}}. \quad (6)$$

Очевидно, что все величины в уравнении (6) являются постоянными для конкретной пары материал-покрытие, кроме температуры эксплуатации, тогда график функции $\sigma_{\text{внутр}}(T_{\text{ЭКСП}})$ будет иметь вид (рис. 5):

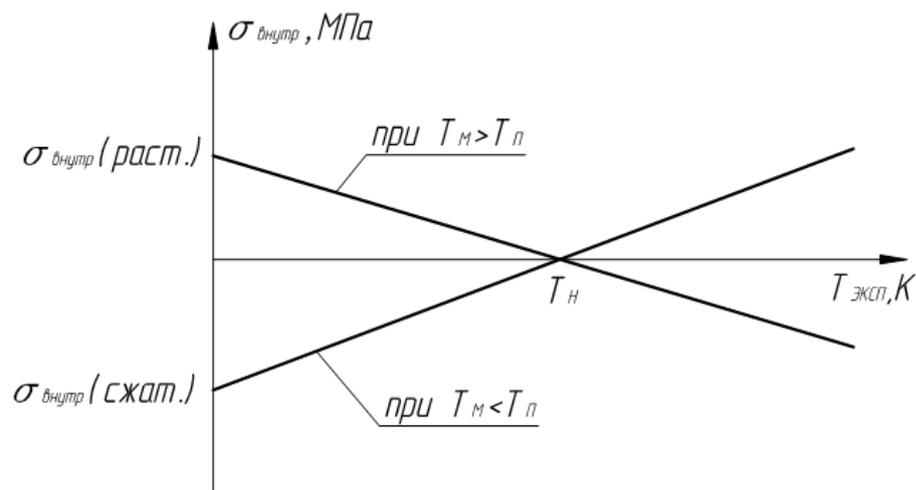


Рис. 5 – Зависимость внутренних напряжений в покрытии от температуры эксплуатации

Из графика на рис. 5 очевидно, что в покрытиях, в которых при комнатной температуре внутренние напряжения являются напряжениями растяжения, при температуре эксплуатации выше температуры напыления внутренние напряжения становятся напряжениями сжатия. Также очевидно и обратное: в покрытиях, в которых при комнатной температуре внутренние напряжения являются напряжениями сжатия, при температуре эксплуатации выше температуры напыления внутренние напряжения становятся напряжениями растяжения.

Примеры применения

При защите деталей ГТД из сплава ЖС6У от высокотемпературного окисления используются сплавы типа СДП-1, СДП-2 и конденсационно-диффузионное покрытие типа СДП-2+ВСДП-11, которое при должной термической обработке образует покрытие, практически полностью состоящее из β -фазы NiAl, что придает ей максимальную жаростойкость. Температуры плавления и модули упругости сплавов представлены в табл. 3 [16].

Таблица 3

Температуры плавления и модули упругости сплавов.

Сплав	Температура плавления, К	Модуль упругости, МПа
ЖС6У	1623	229100
СДП-1	1653	136900
СДП-2	1683	159300
СДП-2+ВСДП-11 (β-фаза NiAl)	1921	154800

Нижний и верхний пределы температуры плавления материала покрытия для сплава ЖС6У рассчитывается как:

$$T_{\text{Пниж}} = 1096,2 \ln(1623) - 6670,5 = 1433\text{K},$$

$$T_{\text{Пвер}} = 496,99 \exp(0,0008 \cdot 1623) = 1821\text{K}.$$

Очевидно, что температура плавления покрытий из СДП-1 и СДП-2 принадлежат диапазону $[T_{\text{Пниж}}, T_{\text{Пвер}}]$, следовательно эти покрытия могут быть использованы в качестве жаростойких для сплава ЖС6У. Покрытие из моноалюминида никеля не входит в указанный диапазон, однако это связано с недостаточной точностью аппроксимации массива точек на графике на рис.

3. При решении неравенства (2) численными методами получается:

$$T_{\text{Пниж}} = 1409\text{K}; T_{\text{Пвер}} = 1970\text{K}.$$

Следовательно, покрытие из моноалюминида никеля также подходит для использования в качестве жаростойкого покрытия для сплава ЖС6У.

Относительные деформации, возникающие в покрытии, рассчитываются по формуле 1, а величина внутренних напряжений рассчитываются по закону Гука (табл. 4):

Таблица 4

Относительные деформации в покрытии и внутренние напряжения

Сплав	Относительные деформации	Внутренние напряжения при 20°C, МПа
СДП-1	$-2,2 \cdot 10^{-4}$	-30,2
СДП-2	$-4,302 \cdot 10^{-4}$	-68,5
СДП-2+ВСДП-11 (β-фаза NiAl)	$-1,78 \cdot 10^{-3}$	-275,0

Из таблицы 4 видно, что внутренние напряжения в этих покрытиях при комнатной температуре имеют отрицательный знак.

Заключение

1. Предложена инженерная методика оценки величины и характера внутренних напряжений в жаростойких конденсированных ионно-плазменных покрытиях после напыления, которая дает возможность определить возможность нанесения определенного типа жаростойкого покрытия еще на стадии выбора материала.

2. Выявлена зависимость термического коэффициента линейного расширения от температуры плавления материала (это следует из правила Линдемана).

3. Показано, что сжимающие внутренние напряжения в покрытии образуются в том случае, когда температура плавления материала покрытия выше температуры плавления материала основы.

4. Показано, что растягивающие внутренние напряжения в покрытии образуются в том случае, когда температура плавления материала покрытия ниже температуры плавления материала основы.

5. Выявлена зависимость относительной деформации материала покрытия от температур плавления материалов покрытия и основы.

6. Выявлены зависимости верхнего и нижнего пределов температур плавления материала покрытия от температуры плавления материала основы, при которых в покрытии возникают внутренние напряжения, не приводящие к пластическому течению материала покрытия (в пределах упругости).

7. Показано влияние толщины покрытия на величину внутренних напряжений. Показано, что тонкие покрытия менее чувствительны к изменению внутренних напряжений при взаимодействии с материалом основы.

8. Установлена зависимость внутренних напряжений от температуры эксплуатации. Показано, что в покрытиях, в которых при комнатной

температуре внутренние напряжения являются напряжениями растяжения (сжатия), при температуре эксплуатации выше температуры напыления внутренние напряжения становятся напряжениями сжатия (растяжения).

Литература

1. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 36–52.
2. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 57–60.
3. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Жаростойкие и теплозащитные покрытия для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 60–70.
4. Мубояджян С.А., Александров Д.А., Горлов Д.С., Егорова Л.П., Булавинцева Е.Е. Защитные и упрочняющие ионно-плазменные покрытия для лопаток и других ответственных деталей компрессора ГТД //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 71–80.
5. Мубояджян С.А. Особенности осаждения потока многокомпонентной плазмы вакуумно-дугового разряда, содержащего микрокапли испаряемого материала //Металлы. 2008. №2. С. 20–34.
6. Матвеев П.В., Будиновский С.А., Мубояджян С.А., Косьмин А.А. Защитные жаростойкие покрытия для сплавов на основе интерметаллидов никеля //Авиационные материалы и технологии. 2013. №2. С. 12–15.
7. Мубояджян С.А., Александров Д.А., Горлов Д.С. Нанослойные упрочняющие покрытия для защиты стальных и титановых лопаток компрессора ГТД //Авиационные материалы и технологии. 2011. №3. С. 3–8.

8. Будиновский С.А., Мубояджян С.А., Гаямов А.М., Степанова С.В. Ионно-плазменные жаростойкие покрытия с композиционным барьерным слоем для защиты от окисления сплава ЖС36ВИ //МиТОМ. 2011. №1. С. 34–40.

9. Гаямов А.М. Жаростойкое покрытие с композиционным барьерным слоем для защиты внешней поверхности рабочих лопаток ГТД из ренийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов /В сб. материалов XI Российской ежегодной конф. молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». М.: ИМЕТ РАН. 2012. С. 473–475.

10. Мубояджян С.А., Будиновский С.А., Гаямов А.М., Матвеев П.В. Высокотемпературные жаростойкие покрытия и жаростойкие слои для теплозащитных покрытий //Авиационные материалы и технологии. 2013. №1. С. 17–20.

11. Способ обработки поверхности металлического изделия: пат. 2368701 Рос. Федерация; опубл. 27.09.2009.

12. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Теплозащитные покрытия для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД //Металлы. 2012. №1. С. 5–13.

13. Способ нанесения комбинированного жаростойкого покрытия: пат. 2402633 Рос. Федерация; 31.03.2009.

14. Будиновский С.А., Мубояджян С.А., Гаямов А.М., Косьмин А.А. Жаростойкие ионно-плазменные покрытия для лопаток турбин из никелевых сплавов, легированных рением //МиТОМ. 2008. №6. С. 31–36.

15. Будиновский С.А., Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Применение аналитической модели определения упругих напряжений в многослойной системе при решении задач по созданию высокотемпературных жаростойких покрытий для рабочих лопаток авиационных турбин //Вестник МГТУ им.

Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №2.
С. 26–37.

16. Будиновский С.А. Применение аналитической модели определения упругих механических и термических напряжений в многослойной системе в решении задач по созданию жаростойких алюминидных покрытий //Упрочняющие технологии и покрытия. 2013. №3. С. 3–11.

17. Lindemann F.A. The calculation of molecular vibration frequencies// Phis. Z. – 1911 – V. 11. – P. 609-619.

18. Самсонов Г.В. Свойства элементов. Часть 1. Физические свойства. Справочник. - 2-е изд. - М.: Металлургия, 1976. - 600 с.

УДК 665.1

Современные тенденции развития технологии изготовления модельных композиций для литья жаропрочных сплавов

Асланян И.Р.¹, д.т.н.; Оспенникова О.Г.¹, к.т.н.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В работе рассмотрены направления развития технологии изготовления модельных композиций для литья по выплавляемым моделям жаропрочных сплавов. Рассмотрены современные модельные композиции и требования, предъявляемые к ним. Представлены классификации модельных композиций отечественные и зарубежные. Рассмотрены свойства модельных композиций и их влияние на качество составов. Приведен анализ причин появления брака при изготовлении моделей. Показано, что разрабатываемые модельные композиции должны быть конкурентоспособными, высококачественными материалами при сохранении невысокой стоимости.

Ключевые слова:

лопатки газотурбинных двигателей, литье по выплавляемым моделям, модельные композиции

Современные составы модельных композиций

Современные составы модельных композиций (МК) для литья по выплавляемым моделям являются сложными соединениями, содержащими в различных вариациях многочисленные компоненты: натуральные продукты

(природные воска), продукты переработки природного сырья (нефть, торф, каменный или бурый уголь, сланцы и т.д.), натуральные и синтетические смолы, органические наполнители. Широкая номенклатура разрабатываемых составов модельных композиций для литья по выплавляемым моделям обусловлена предъявляемыми к их свойствам требованиями. Свойства и качество модельной композиции являются факторами, определяющими в основном геометрическую точность отливки и качество ее поверхности. Такие основные параметры технологического процесса изготовления лопаток ГТД с высокоэффективным охлаждением, как стабильность геометрических размеров, класс чистоты наружной поверхности пера лопатки и т.д., напрямую зависят от физико-механических характеристик и технологических свойств модельных композиций (температура каплепадения, теплоустойчивость, вязкость, прочность и т.д.).

Часть компонентов модельных композиций, в частности некоторые смолы и наполнители, является алифатическими углеводородами, структура которых состоит из алкановых цепочек. Другая часть содержит нафтеновые и ароматические кольца (ароматические соединения). Чем короче цепочка, тем более низкой точкой плавления и низкой твердостью характеризуется компонент. С увеличением длины цепочки твердость и температура плавления смолы увеличиваются. Кроме того, длина цепочки влияет на вязкость и растворимость компонентов модельных композиций. Современные модельные композиции для литья по выплавляемым моделям представляют собой составы с большим количеством компонентов с различной длиной цепей, приводящим к физическим свойствам, отличным от других веществ. Модельные композиции не плавятся сразу при нагревании, как другие однородные химические соединения, а проходят через промежуточные состояния: вязкое, пластичное и вязко-пластичное. При дальнейшем повышении температуры модельные композиции приобретают свойства ньютоновской жидкости. При этом необходимо отметить, что

модельные композиции с наполнителем по своей сути ньютоновскими жидкостями не являются. Эти свойства наблюдаются, когда компоненты с короткими цепочками уже расплавились, тогда как компоненты с длинными цепочками еще остаются в твердом состоянии. При последующем увеличении температуры все компоненты модельных композиций переходят в жидкое состояние. Состав и структура компонентов модельных композиций также определяют ее усадку. По сравнению с металлами модельные композиции характеризуются более высокой усадкой.

Таким образом, модельные композиции характеризуются разнородностью свойств, связанных с увеличением числа компонентов в их составе, что требует более тщательного изучения в первую очередь свойств модельных композиций в целом. Последовательный подбор компонентов и их соотношения в составе композиции приводит к увеличению времени исследований и не гарантирует положительного результата по достижению требуемого уровня физико-механических и технологических свойств модельной композиции в целом.

Классификация модельных композиций

Как в отечественной, так и в зарубежной литературе можно найти различные классификации составов модельных композиций по тем или иным признакам.

Анализ существующих композиций для литья по выплавляемым моделям в зависимости от природы и способов получения компонентов, входящих в их состав, позволяет выделить четыре основных типа модельных композиций, получивших наибольшее распространение в отечественном машиностроении [1]:

1. Композиции на основе натуральных (природных восков) и продуктов переработки природного сырья (нефть, торф, каменный или бурый уголь, сланцы и т.д.).

Данный тип композиций, типичными представителями которого являются модельные композиции Р-3, ВИАМ-102 и ЗГВ-101, в настоящее время является наиболее распространенным ввиду своей универсальности, хотя постепенно он утрачивает свое промышленное значение из-за отсутствия некоторых видов природного сырья. К примеру, прекращение производства торфяного воска привело к прекращению выпуска модельной композиции ВИАМ-102.

2. Ко второму типу модельных композиций следует отнести композиции первого типа, модифицированные отдельными компонентами органического синтеза, такими как синтетические воски, сополимеры и др. Типичным представителем данного типа модельных композиций является масса МВС-3А, в состав которой входит полиэтиленовый воск. Однако указанная композиция применяется для изготовления деталей с пониженными требованиями к качеству получаемых отливок или для изготовления литниковых систем.

3. К третьему типу модельных композиций относятся составы, на основе продуктов органического синтеза (синтетические воски, сополимеры, полимеры, полимерные смолы и другие олигомеры). Эти композиции по своей природе представляют собой низкотемпературные термопласты, которые коренным образом отличаются от привычных восковых композиций. К указанному типу модельных композиций относятся в основном импортные модельные массы известных фирм Kind Collins (США), Besy Handels GmbH (Германия) и др., которые удовлетворяют требованиям современных высоких технологий.

4. Четвертая группа модельных композиций – водорастворимые модельные массы на основе карбамида, азотных и азотнокислых солей щелочных металлов (нитратов и нитритов калия и натрия), гидратированных сернокислых солей (алюмоамонийных квасцов, сернокислого алюминия), поливинилового спирта и других плавящихся, пластифицирующихся или

разлагающихся при сравнительно невысоких температурах (до 300°C) веществ, обладающих свойством хорошо растворяться в воде.

За рубежом модельные композиции разделяют на МК для восковых моделей, регенерируемые, водорастворимые и специальные модельные композиции.

Модельные композиции для восковых моделей в свою очередь подразделяют на ненаполненные, вспенивающиеся и с наполнителем. Составы без наполнителей являются сложными соединениями восков и смолы. В качестве наполнителей применяются порошкообразные инертные материалы органического происхождения, нерастворимые в воскоподобной части модельной композиции, характеризующиеся высокой структурной стабильностью и низкой зольностью. Материалы наполнителя должны характеризоваться мелкой дисперсностью для обеспечения гладкой поверхности без включений при затвердевании и обладать удельной плотностью близкой к плотности воска для обеспечения однородного состава смеси при расплавлении.

Регенерируемые модельные составы пригодны для многоразового использования для производства выплавляемых моделей отливок и литниково-питающих систем, поскольку не содержат твердых наполнителей, характеризуются высокой адгезией к любым типам известных огнеупорных суспензий и обеспечивают получение выплавляемых моделей с глянцевой поверхностью.

Водорастворимые модельные составы обладают достаточной теплоустойчивостью, имеют малую линейную усадку, сравнительно высокую температуру плавления и большую объемную массу.

Специальные модельные составы разрабатываются и используются в специальных целях при ремонте, восстановлении и других видах работ.

Свойства модельных композиций и их влияние на качество составов

Как было отмечено ранее, современные составы модельных композиций для литья по выплавляемым моделям являются сложными соединениями, содержащими в различных вариациях многочисленные компоненты. Каждый компонент включен в состав смеси для обеспечения конечного уровня свойств композиции в целом. Отметим основные свойства модельных композиций, определяющих качество состава в целом и, следовательно, качество модели [1].

1. Усадка модельных композиций при затвердевании моделей и их расширение при нагревании должны быть минимальными и стабильными (не более 0,7%), одни из наиболее важных свойств модельной композиции, определяющие точность геометрических размеров отливки.

2. Температура плавления модельных композиций должна быть в пределах 80–140°C для повышения технологичности изготовления моделей и облегчения удаления модельного состава из полости керамической формы. Температуры плавления и затвердевания, а также вязкость модельной композиции определяют температуру запрессовки модельного состава и, соответственно, определяют параметры прессового оборудования (температуру запрессовки, давление и т.д.).

3. Текучесть модельных композиций в расплавленном и пастообразном состоянии должна быть удовлетворительной для облегчения изготовления моделей и удаления составов из полости керамических форм.

4. Плотность модельных композиций должна быть менее 1,0 г/см³ для обеспечения возможности регенерации модельных составов (удаления остаточной влаги после вытопки модельной массы из полости формы), а также для облегчения работы с крупными блоками.

5. Время затвердевания модельной композиции должно быть минимальным, то есть состав должен обладать высокой теплопроводностью и узким температурным интервалом затвердевания.

6. Модельные композиции должны точно воспроизводить конфигурацию рабочей полости пресс-формы и ее поверхность, не приликая к ней. Модель должна обладать глянцевой поверхностью.

7. Модельные композиции должны быть инертными к материалам керамической формы (алюмосиликаты, Al_2O_3 , $3Al_2O_3SiO_2$, смеси кремнийорганических полимеров, включая кремнезоли, гидролизованные растворы этилсиликатов с добавками соляной кислоты и др.).

8. Модельные композиции должны обладать высокой прочностью и теплоустойчивостью не менее $40^{\circ}C$, т.к. после затвердевания модель не должна деформироваться на всех последующих операциях технологического процесса литья по выплавляемым моделям.

9. Модельные композиции должны хорошо смачиваться керамической суспензией при изготовлении оболочек.

10. Модельные композиции должны обладать минимальной (близкой к нулю) зольностью, обычно рекомендуемой не более 0,05% из-за неблагоприятного воздействия пепла на окружающую среду.

Также, модельные композиции должны обладать определенным сроком годности от момента изготовления смеси до изготовления отливки в целом с полным сохранением заявленных свойств и иметь сертификат соответствия на безопасность продукции.

Изготовление моделей и анализ причин появления брака при их изготовлении

Основные случаи отбраковки моделей отливок при запрессовке, а также причины их возникновения рассмотрены ниже.

1. Неудовлетворительная текучесть может быть вызвана:

– холодной оснасткой;

- не достаточно разогретой массой;
- неправильно подобранным давлением запрессовки;
- конструктивными причинами (запрессовкой толстых частей отливки через тонкие).

2. Захваченные пузырьки воздуха в составе смеси могут появляться:

- при перегретой модельной массе, что может вызвать турбулентность смеси при запрессовке;
- при слишком высокой скорости запрессовки смеси воздух не успевает удалиться из полости пресс-формы;
- из пресс-машины при запрессовке вместе с модельной композицией;
- при корректировке положения керамического стержня в пресс-форме.

3. Линии текучести могут появляться на моделях при попадании излишков смазки из полости пресс-формы при запрессовке смеси.

4. Незаполнение модели может быть вызвано:

- недостаточно разогретой модельной массой;
- недостаточным давлением при запрессовке.

Приведенный далеко не полный перечень проблем, которые могут возникать при изготовлении моделей, показывает важность отработки технологического процесса для получения годных отливок.

Взгляд на возможные будущие тенденции развития модельных композиций

Развитие литейного производства определяет повышенные требования к свойствам и качеству модельных композиций. Модельные композиции должны быть конкурентоспособными, высококачественными материалами при сохранении невысокой стоимости. Однако необходимо понимать, что повышение свойств модельной композиции напрямую зависит от введения дополнительных компонентов, что скажется на ее стоимости и ужесточения контроля качества модельной композиции в целом.

Изготовление качественных моделей определяется как свойствами модельной композиции (температура каплепадения, прочность, зольность, теплоустойчивость, пенетрация), так и технологическими параметрами запрессовки. В настоящее время при производстве моделей отливок предприятия контролируют следующие параметры технологического процесса: температура смеси в камере пресс-машины, температура запрессовки, давление запрессовки, температура оснастки, время запрессовки, время выдержки модели др. При внедрении новых модельных композиций необходима отработка технологического процесса изготовления моделей, что потребует дополнительных временных затрат.

Таким образом, разработка системы предварительного контроля, позволяющая оценить технологические свойства модельной композиции на этапе опробования и сократить время отработки технологических режимов запрессовки при внедрении новых модельных составов, является актуальной в настоящее время. Не всегда свойства модельной композиции могут дать литейным предприятиям полную картину того, как поведет себя состав при изготовлении моделей.

В литературе время от времени появляются публикации о необходимости разработки альтернативных воскоподобных материалов. Необходимо отметить, что сдерживающим фактором разрабатываемых материалов всегда будет являться экономический фактор. Разрабатываемые модельные композиции должны быть высококачественными материалами при сохранении невысокой стоимости.

В связи с высокой востребованностью отливок, получаемых методом литья по выплавляемым моделям, промышленное производство конкурентоспособных отечественных модельных композиций будет востребовано. Разработка новых отечественных модельных композиций, не уступающих по качеству зарубежным составам должна вестись с учетом

достижений и совместного развития металлургической, химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей отраслей промышленности.

Литература

1. Оспенникова О.Г. Модельные композиции на основе синтетических материалов для литья по выплавляемым моделям деталей ГТД: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2000. 32 с.

УДК 621.74:669.018.44:669.24

Сплав ВЖЛ21 – новый литейный жаропрочный сплав последнего поколения с поликристаллической структурой и технология изготовления из него рабочих лопаток

Петрушин Н.В., Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н.

admin@viam.ru

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В результате компьютерного конструирования и комплексных экспериментальных исследований разработан состав высокотехнологичного литейного жаропрочного сплава на никелевой основе ВЖЛ21 с интерметаллидно-карбидным упрочнением, обладающего после термической обработки высоким комплексом служебных свойств. Сплав предназначен для изготовления лопаток и других деталей с поликристаллической структурой газовых турбин авиационных двигателей и энергетических установок.

Ключевые слова:

жаропрочный сплав низкой плотности с поликристаллической структурой, детали ГТД и ГТУ (энергетическая установка)

Введение

Одними из наиболее ответственных деталей газовой турбины ГТД и ГТУ являются рабочие и сопловые лопатки, которые изготавливают из литейных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС). Именно они определяют

максимальную температуру рабочего газа на входе в турбину и, следовательно, удельную мощность, экономичность и ресурс ГТД и ГТУ. В современных газовых турбинах широко используются турбинные лопатки с поликристаллической равноосной структурой из ЖНС ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У. Эти сплавы имеют многокомпонентную систему легирования, реализующую дисперсионное упрочнение γ -матрицы (твердый раствор на основе Ni) микрочастицами γ' -фазы на основе интерметаллического соединения Ni_3Al в количестве 54-64% (об.) и карбидными частицами типа MC (M: Ti, Nb). Их межзеренные границы упрочняются частично карбидами MC, а главным образом путем микролегирования бором и цирконием. Некоторые свойства сплавов ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства литейных жаропрочных сплавов с равноосной структурой

Сплав	d , г/см ³	Механические свойства при растяжении (20°C)			σ_{100}^{900} , МПа
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	
ВЖЛ12У	7,93	850	1000	10	300
ЖС6К	8,16	895	1000	8	315
ЖС6У	8,4	932	1030	5	350

Примечание: d – плотность сплава; $\sigma_{0,2}$ – предел текучести; σ_B – предел прочности; δ – относительное удлинение; σ_{100}^{900} – предел длительной прочности при 900°C на базе 100 ч.

Наиболее жаропрочным из указанных сплавов является сплав ЖС6У. Однако недостаточно высокие характеристики пластичности сплава (см. табл. 1) в основном обусловлены «шрифтовой» морфологией MC-карбидов, образующихся при температурах на 30-40°C ниже температуры ликвидуса сплава и располагающихся в междендритных участках в виде сетки. В связи с этим повышение характеристик пластичности при сохранении или увеличении удельной жаропрочности относится к приоритетным направлениям развития литейных ЖНС равноосной кристаллизации.

В докладе будут представлены экспериментальные результаты исследований нового литейного жаропрочного сплава на никелевой основе ВЖЛ21, а также его литейных технологических свойств при изготовлении

отливок конкретных деталей в условиях, приближенных к условиям машиностроительного предприятия [1].

Методика проведения исследований

Поиск композиции нового сплава проводился на базе никелевой системы Ni – Al – Cr – Mo – Co – W – Ta – Ti – C – B – Zr – La с поликристаллической равноосной структурой с γ' -интерметаллидным и MC-карбидным упрочнением с помощью метода компьютерного конструирования [2, 3]. Основными параметрами, закладываемыми в расчет химического состава сплава, были выбраны следующие:

- γ/γ' -мисфит (параметр размерного несоответствия периодов кристаллических решеток γ - и γ' -фаз $\Delta a = (a_\gamma - a_{\gamma'})/a_\gamma$, здесь a_γ и $a_{\gamma'}$ - периоды фаз) более 0,15%;

- температура полного растворения γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе 1240 – 1250 °С;

- температура плавления неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ более 1260 – 1270 °С;

- температура ликвидуса T_L менее 1350– 1360 °С;

- объемное содержание γ' -фазы и неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ в сплаве соответственно более 60% и менее 10%;

- удельная длительная прочность при температуре 1000°С на базе 100 ч y_{100}^{1000}/d более 21,5 – 22,5 МПа/Г·см⁻³;

- приемлемая фазовая стабильность сплава.

Достижение указанных значений характеристик, определяющих высокую температурную работоспособность и сопротивление ползучести литейных ЖНС, осуществляли на основе принципов сбалансированного легирования [2]. К ним относятся следующие:

- объемное содержание высокодисперсных (0,3-0,5 мкм) микрочастиц γ' -фазы кубовидной формы для упрочнения матричного γ -твердого раствора должно быть максимальным (60-70%);

- объемное содержание неравновесных фаз эвтектического (перитектического) происхождения – для уменьшения микропористости оно должно быть минимальным;
- температура полного растворения γ' -фазы в γ -твердом растворе (γ' -солвус) $T_{п.р}$ должна быть максимальной – с повышением $T_{п.р}$, возрастает высокотемпературная длительная прочность;
- температура солидуса T_S : если легирование повышает солидус, то диффузионная подвижность атомов в таком сплаве будет ниже;
- γ/γ' -мисфит – для достижения высокого сопротивления ползучести величины периодов кристаллических решёток γ -твердого раствора и γ' -фазы должны быть максимальными, а период решётки γ -твердого раствора должен быть больше, чем у γ' -фазы;
- температура плавления неравновесных фаз эвтектического (перитектического) происхождения $T_{эвт}$ – для увеличения «окна» термообработки она должна быть максимальной;
- температурный интервала кристаллизации – для уменьшения объемной доли литейных микропор он должен быть минимальным;
- сведение к минимуму сбалансированного суммарного содержания тяжелых тугоплавких (W, Ta, Mo) металлов и повышение содержания легких γ' -образующих (Al, Ti) металлов для уменьшения плотности сплава;
- исключение из системы легирования Nb, Hf для уменьшения объемного содержания неравновесных фаз эвтектического (перитектического) происхождения, и, снижающего сопротивление окислению;
- увеличение содержания Cr, микролегирование La для повышения жаростойкости;
- легирование C и микролегирование B и Zr для упрочнения границ зерен и фаз.

Здесь следует отметить, что при стремлении к достижению высоких значений $T_{п.р}$, $T_{эвт}$ и T_S необходимо обеспечить приемлемое «окно термообработки» – $(T_{эвт} - T_{п.р})$ и максимальную температуру начала образования MC-карбидов – $T_{МС}$ (карбидный ликвидус), чтобы соответственно исключить риск оплавления при гомогенизирующем отжиге формирование карбидных частиц в благоприятной форме. Указанные температуры фазовых превращений $T_{п.р}$, $T_{эвт}$, T_S и $T_{МС}$ рассчитывали по регрессионным моделям [2].

Алгоритм поиска композиции конструируемого сплава состоял в следующем. В выбранной системе легирования концентрации компонентов задавали в соответствии с матрицей плана полного факторного эксперимента (ПФЭ) типа 2^n+1 , где $n = 7$ – количество переменных факторов. В качестве переменных факторов (легирующие элементы) были выбраны Al, Cr, Co, Ti, Ta, W и Mo. Концентрации других компонентов выбранной системы легирования C, Zr и La оставались постоянными и составляли соответственно (% масс.) 0,12, 0,04 и 0,02%. Далее в компьютерном эксперименте проводили оценку сбалансированности химического состава всех 2^n+1 вариантов сплава, которую определяли параметром ΔE [4]:

$$\Delta E = E_{\text{сплав}} - E_0 \text{ при } E_0 = 0,036A_{\text{сплав}} + 6,28 \quad (1)$$

где $E_{\text{сплав}} = \sum_{i=1}^n E_i C_i$; $A_{\text{сплав}} = \sum_{i=1}^n A_i C_i$; A_i , E_i и C_i – соответственно атомная масса, количество валентных электронов и атомная доля i элемента в сплаве, n – число компонентов, включая основу сплава. Значения E для элемента i приведены в табл. 2.

В настоящей работе химический состав сплава считали сбалансированным, если для него выполнялось условие $\Delta E \geq 0$.

Для оценки склонности составов всех 2^n+1 вариантов сплава разрабатываемого сплава к фазовой нестабильности в работе также использовали известный расчетный метод NEW PHACOMP (*Мd*) [5].

Для выбранных фазово-стабильных композиций рассчитывали физико-химические, структурно-фазовые и механические характеристики. С этой целью использовали регрессионные модели, полученные в [2] методом регрессионного анализа.

Выбранная композиция сплава была выплавлена в вакуумной индукционной печи. Затем после повторного вакуумного переплава из сплава отливали цилиндрические заготовки образцов (прутки диаметром 15 мм и длиной 70 мм) с поликристаллической равноосной структурой, которые подвергали термической обработке, включающей отжиг при температуре γ' -солвус и двухступенчатое старение при температурах в интервале ($T_{н.р}$ - $T_{п.р}$) (здесь $T_{н.р}$ – температура начала растворения γ' -фазы).

Температуры фазовых превращений ($T_{п.р}$, $T_{п.р}$, $T_{эвт}$, T_S , T_{MC} , T_L) сплава определяли методом дифференциального термического анализа (ДТА) на установке HDSC PT1750. Образцы диаметром 4 мм и длиной 2 мм нагревали с постоянной скоростью 10 °С/мин в атмосфере гелия. Погрешность определения температур солидуса и ликвидуса составила ± 5 °С.

Микроструктурные исследования проводили на сканирующем электронном микроскопе JSM-840, локальный химический и фазовый состав сплава определяли количественным методом микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) на приборе Superprobe-733. режиме, более светлыми выглядят области, средняя атомная масса которых больше.

Мисфит γ/γ' исследовали при комнатной температуре методом дифрактометрии аппарате ДРОН-3 с компьютерной обработкой по программе “Outset” суммарного γ/γ' рефлекса (222), полученного в рентгеновском Fe-K α -излучении.

Испытания образцов (длина рабочей части 25 мм, диаметр 5 мм) для определения механических свойств при комнатной температуре при растяжении и длительной прочности при температурах 900 и 1000 °С в диапазоне долговечности до 1000 ч в воздушной атмосфере без защитного

покрытия проводили стандартным методом. Обработка результатов испытаний на длительную прочность осуществлялась по уравнению температурно-силовой зависимости времени до разрушения τ :

$$\tau = \xi T^m \sigma^{-n} \exp\left(\frac{U_0 - \eta\sigma}{RT}\right) \quad (2)$$

где T – температура; σ - напряжение; ξ , m , n , U_0 , η - коэффициенты, определяемые по результатам испытаний; R – универсальная газовая постоянная.

При разработке нового сплава были исследованы основные технологические свойства: свободная объемная и линейные усадки, жидкотекучесть.

Величину свободной линейной усадки сплава определяли в условиях незатрудненного затвердевания и свободной кристаллизации образцов-свидетелей при заливке керамической формы, величину свободной объемной усадки сплава – в условиях непитаемой отливки образцов-свидетелей при заливке керамической формы.

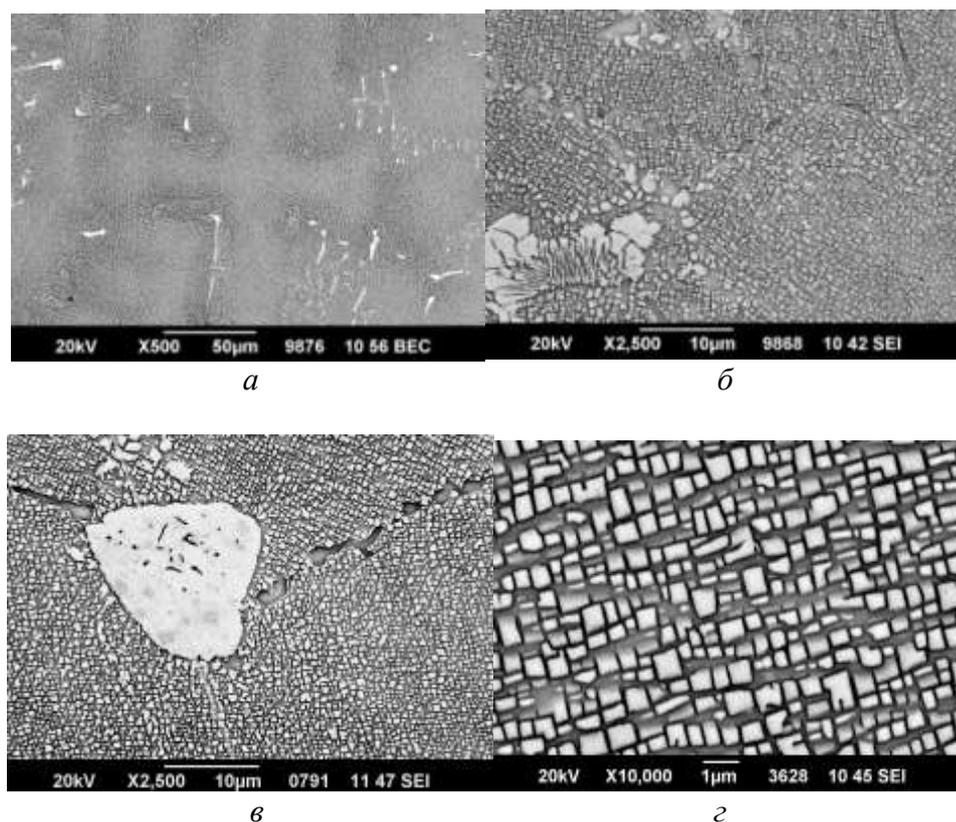
Оценка жидкотекучести сплава проводилась путем определения высоты подъема потока заливаемого сплава в зависимости от диаметра прутка при заливке многомерной вертикальной пробы Чикеля-Нехендзи. Заливка пробы проводилась при температуре расплава, равной 1520°C, при этом температура формы составляла 950°C; выбранные диаметры прутка – 3, 4, 5 мм.

Результаты исследований и их обсуждение

На основе расчетов была определена композиция, обеспечивающая в своей системе легирования заданные условия конструирования для большинства оптимизирующих параметров и характеристик сплава. Выбранная композиция сплава (далее сплав ВЖЛ21), содержащая, % (масс.): 5,4% Al; 2,5% Ta, 3,8% Mo%, а также Cr, Co, W, Ti, C, B, Zr и La имела расчетные значения длительной прочности при температуре 1000°C на базе 100 ч $y_{100}^{1000} = 180,8$ МПа, плотности $d = 8,169$ г/см³, γ' -солвуса $T_{п.р} = 1254$ °C,

температуры плавления неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ $T_{\text{эвт}} = 1266^\circ\text{C}$, температуры начала образования MC-карбидов $T_{\text{MC}} = 1317^\circ\text{C}$, температуры ликвидуса $T_{\text{L}} = 1341^\circ\text{C}$, γ/γ' -мисфита $\Delta a = 0,18\%$, объемного содержания γ' -фазы и неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ в сплаве составили соответственно 61,6% и 7,8%, параметров $\Delta E = 0,003$ и $(Md)_{\gamma} = 0,931$.

Микроструктура и фазовый состав. После литья отливки сплава имели типичную поликристаллическую равноосную структуру дендритно-ячеистого строения в которой первично кристаллизующей фазой является γ -твердый раствор в виде дендритов (рис. 1). В междендритных участках и по межзеренным границам наблюдали частицы пластинчатой и округлой формы, которые по данным микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) идентифицировали как выделения карбидной фаз типа MC на основе (Ta, Ti)C (см. табл. 3) Также в междендритных участках обнаружены выделения эвтектической (перитектической) γ' -фазы в количестве $\sim 6\%$ по объему. Микрочастицы основной упрочняющей γ' -фазы, образовавшиеся при охлаждении в процессе распада матричного γ -твердого раствора, в дендритах и междендритных участках имеют различную форму и размеры, в последних они в 1,5 - 2 раза крупнее, чем в осях дендритов.



а – дендритная микроструктура, карбиды МС в междендритных участках;
б, в – эвтектика (перитектика) $\gamma+\gamma'$, карбиды МС по границам зерен;
г – микрочастицы γ' -фазы в объеме γ -зерна

Рис. 1. - Микроструктура жаропрочного сплава ВЖЛ21 после литья (*а, б*) и термической обработки (*в, г*)

По данным МРСА в результате микроликвации легирующих элементов вольфрам обогащает дендриты, а титан и молибден междендритные области сплава (см. табл. 2). Остальные легирующие элементы – алюминий, кобальт, хром и тантал – слабо ликвируют в процессе равноосной кристаллизации сплава ВЖЛ21.

Таблица 2
 Локальный химический и фазовый состав жаропрочного сплава ВЖЛ21 после литья

Место анализа	Содержание легирующих элементов (ЛЭ), % масс.							
	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Ta	W
Ось дендрита первого порядка	5,4	2,7	7,8	10,0	65,0	3,3	2,6	3,5
Междендритный участок	5,5	4,4	8,9	10,1	61,8	4,5	2,8	2,5
Эвтектическая (перитектическая) γ' -фаза	6,2	6,1	5,5	8,4	66,6	2,6	3,5	1,3
Карбид МС	0	23,6	2,0	1,3	7,6	13,6	40,1	8,1

После термической обработки сплава концентрации легирующих элементов в дендритах и междендритных участках практически полностью выровнялись. Распределение микрочастиц γ' -фазы в γ -матрице дендритов и междендритных областей приобретает псевдорегулярный характер, средний размер частиц составляет $\sim 0,5$ мкм, а огранка частиц становится близкой к кубической (рис. 1 г). Доля выделений эвтектической (перитектической) γ' -фазы в результате частичного растворения при гомогенизирующем отжиге уменьшается до 4%. Карбидная фаза не претерпела существенных изменений, при этом карбидов типа M_6C в процессе гомогенизации в структуре сплава не обнаружено.

Полученные результаты рентгеновской дифрактометрии (разложение суммарного $(\gamma+\gamma')$ -рефлекса на фазовые γ' - и γ -синглеты с компьютерной обработкой по программе «Outset») показали, что исследуемый сплав имеет достаточно высокие значения периодов кристаллических решеток γ -твердого раствора, γ' -фазы и γ/γ' -мисфит в литом состоянии ($a_{\gamma'}=0,3585$ нм, $a_{\gamma}=0,3581$ нм, $\Delta a=0,13$ %) и после термической обработки ($a_{\gamma'}=0,3586$ нм, $a_{\gamma}=0,358$ нм, $\Delta a=0,16$ %). Количество γ' -фазы в термообработанном сплаве, рассчитанное по формуле $V_{\gamma'} = I_{\gamma'} / (I_{\gamma'} + I_{\gamma})$ [17] (здесь $I_{\gamma'}$ и I_{γ} – соответственно рентгеновская интенсивность γ' - и γ - фаз), составило 60% (об.) [1].

Температуры фазовых превращений. Рассмотренное строение сплава ВЖЛ21 после литья предопределяет последовательность протекания при нагреве основных фазовых превращений: растворение дисперсной γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе дендритов и междендритных участков, плавление неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ и карбидной эвтектики $\gamma+M_6C$ в междендритных участках и γ -твердого раствора дендритов. Все эти превращения протекают непрерывно в широком интервале температур.

Анализ данных ДТА, полученных при нагреве и охлаждении с постоянной скоростью 10 °С/мин (табл. 3), в сопоставлении с результатами

исследования микроструктуры и фазового состава позволяет представить следующим образом формирование литой структуры сплава ВЖЛ21. При охлаждении от температуры начала кристаллизации $T_{кр}=1334^{\circ}\text{C}$ сначала из расплава в относительно небольшом интервале температур ($\sim 20^{\circ}\text{C}$) кристаллизуется первичный γ -твердый раствор в виде дендритов. При дальнейшем охлаждении при температуре 1303°C в расплаве междендритных областей начинают образовываться карбиды MC по эвтектической реакции $L \rightarrow \gamma + \text{MC}$. Заканчивается кристаллизация сплава выделением неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma + \gamma'$ при температуре 1263°C . Распад пересыщенного γ -твердого раствора сплава с образованием дисперсных микрочастиц γ' -фазы начинается с γ -раствора междендритных участков при охлаждении с температуры 1246°C .

Таблица 3.

Температуры фазовых превращений в литейных жаропрочных сплавах

Сплав	$T_{п.р}$	$T_{эвт}$	T_S	T_L	$T_{кр}$	$\Delta T_{кр}$	T_{MC}
	°C						
ВЖЛ21	1259	1270	1286	1349	1334	64	1303
ВЖЛ12У	1229	1256	1273	1333	1322	68	1320
ЖС6К	1230	1257	1257	1364	1346	89	1322
ЖС6У	1234	1249	1276	1360	1345	96	1324

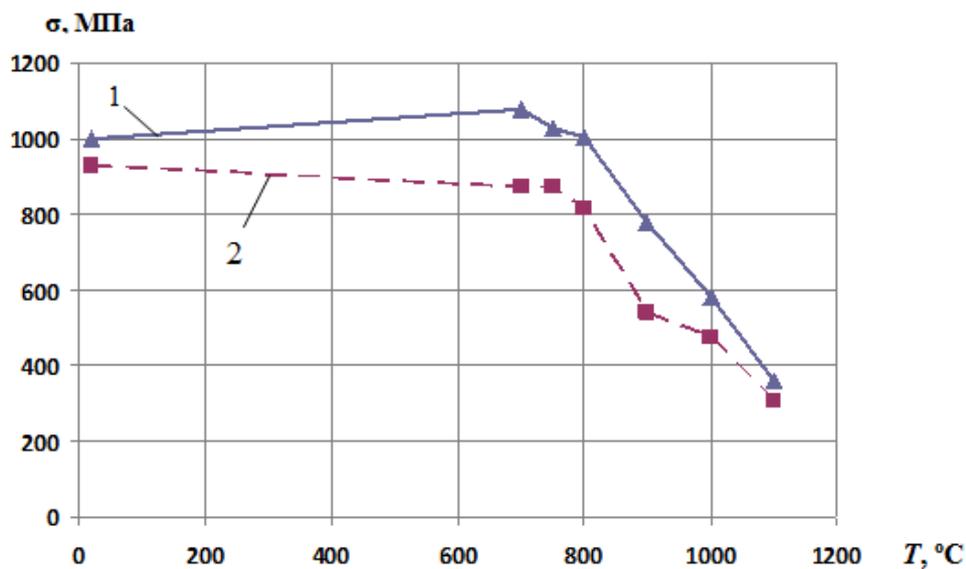
О б о з н а ч е н и я: $T_{п.р}$ – температура полного растворения γ' -фазы в матричном γ -растворе; $T_{эвт}$ – температура плавления неравновесных выделений эвтектики (перитектики) $\gamma + \gamma'$; T_S – температура солидуса; T_L – температура ликвидуса; $T_{кр}$ – температура начала кристаллизации сплава; $\Delta T_{кр}$ – температурный интервал кристаллизации ($\Delta T_{кр} = T_{кр} - T_{эвт}$); T_{MC} – температура начала образования MC-карбидов.

При нагреве литого сплава ВЖЛ21 растворение γ' -фазы в матричном γ -растворе дендритов начинается при температуре 850°C и заканчивается в γ -растворе междендритных участков при температуре 1259°C . Плавление сплава начинается с плавления неравновесных выделений эвтектики (перитектики) $\gamma + \gamma'$ при температуре 1270°C и последующего плавления междендритных участков в составе карбидной эвтектики $\gamma + \text{MC}$ при температуре 1286°C , которая в этом случае является температурой солидуса сплава T_S . Заканчивается плавление сплава при температуре 1349°C (температура ликвидуса T_L). Указанные экспериментальные значения температур фазовых превращений в сконструированном сплаве ВЖЛ21

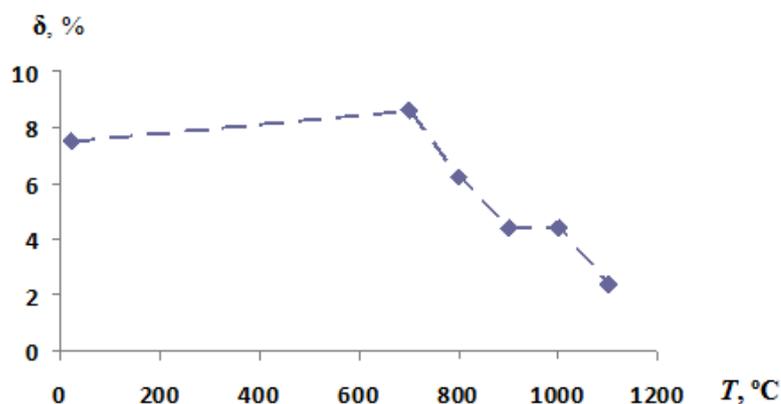
приведены в табл. 4. Там же для сравнения представлены данные по этим же характеристикам для серийных литейных жаропрочных сплавов с равноосной структурой ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У [7].

Механические свойства. На рис. 2 представлены механические свойства при растяжении в интервале температур 20-1100 °С термически обработанных образцов сконструированного сплава ВЖЛ21. Видно, что в интервале 20-800°С сплав ВЖЛ21 имеет слабую температурную зависимость предела прочности σ_b и предела текучести $\sigma_{0,2}$. При дальнейшем повышении температуры наблюдается уменьшение этих характеристик прочности до значений при температур 1100°С соответственно $\sigma_b = 360$ МПа и $\sigma_{0,2} = 305$ МПа.

При достаточно высокой прочности сплав ВЖЛ21 имеет в интервале температур 20-700°С повышенную пластичность, характеризуемую относительным удлинением при растяжении, что, по-видимому, объясняется благоприятной формой частиц карбидной фазы и их распределением не только в объеме зерен, но по межзеренным границам (см. рис. 1). С повышением температуры от 800 до 1100°С пластичность понижается от 8 до 2,5% при температуре 1100°С. Подобный «провал» пластичности при повышенных температурах типичен для всех литейных ЖНС с поликристаллической структурой равноосной кристаллизации с той лишь разницей, что величина минимальной пластичности различна для сплавов различных систем легирования.



a



б

a – предел прочности $\sigma_{\text{в}}$ (1), предел текучести $\sigma_{0,2}$ (2);
б – относительное удлинение

Рис. 2. - Температурные зависимости характеристик прочности при растяжении жаропрочного сплава ВЖЛ21.

С использованием уравнения (2) были рассчитаны средние значения пределов длительной прочности сплава ВЖЛ21 при температурах 800, 900, 1000 и 1050 °С на базах 100, 500 и 1000 ч. Полученные значения этих характеристик приведены в табл. 4. Их анализ показывает, что сплав ВЖЛ21 обладает достаточно высокой жаропрочностью в интервале температур 800-1050 °С. По параметру удельной длительной прочности (y_{ϕ}^T/d) этот сплав

значительно превосходит известные серийные аналоги ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У (см. табл. 1).

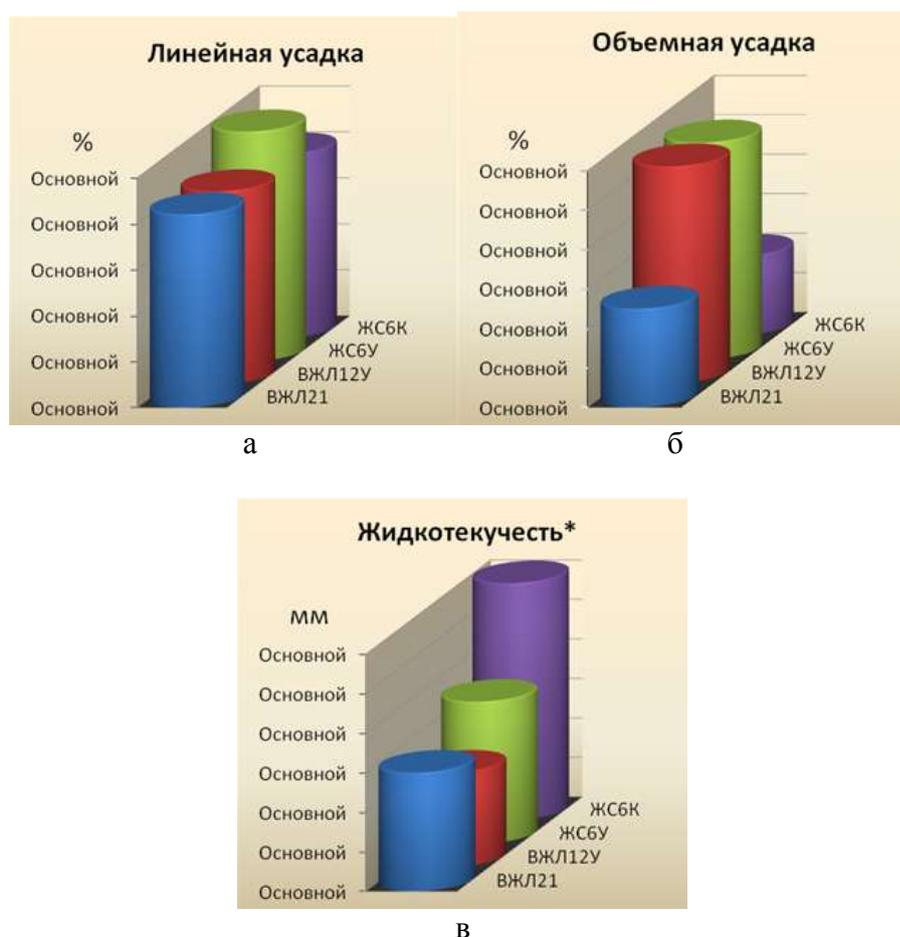
Таблица 4.

Длительная прочность литейного жаропрочного сплава ВЖЛ21

Т, °С	σ_{100}	σ_{500}	σ_{1000}
	МПа		
800	590	515	480
900	350	270	240
1000	180	130	110
1050	590	515	480

Следует отметить, что избыточных фаз в структуре разрушенных образцов сплава после испытаний при температуре 1000 °С длительностью до 1000 ч методом МРСА не обнаружено, в том числе ТПУ фаз, приводящих к снижению прочностных свойств. Таким образом, сплав ВЖЛ21 обладает достаточно высокой фазовой стабильностью.

Технологические свойства. Хорошо известно, что параметрами, определяющими кинетику кристаллизации отливок, являются температуры ликвидуса, солидуса, а также абсолютная величина температурного интервала кристаллизации. Анализируя полученные данные по этим параметрам (см. табл. 3), очевидно, что у нового сплава ВЖЛ21, несмотря на усложнение его химического состава и рост жаропрочности, не произошло расширение температурного интервала кристаллизации по сравнению с серийными литейными сплавами-аналогами. Следовательно, технологические свойства (свободная линейная и объемная усадки, жидкотекучесть) указанных сплавов должны быть соизмеримыми, что было подтверждено полученными в настоящей работе экспериментальными результатами, которые представлены на рис. 3.



a – линейная усадка; *б* – объемная усадка; *в* – жидкотекучесть
*при $T_{зал}=1520^{\circ}\text{C}$, $T_{формы}=950^{\circ}\text{C}$, $d_{прутка}=3$ мм

Рис. 3. - Технологические свойства литейных жаропрочных сплавов равноосной кристаллизации.

Используя полученные для сплава ВЖЛ121 данные по температурам солидуса, ликвидуса и технологическим свойствам на промышленной вакуумно-индукционной установке для равноосной кристаллизации УППФ-У осуществлена отработка технологических параметров литья (температуры нагрева керамических форм, высокотемпературной обработки расплава и заливки), обеспечивающие получение плотных, с минимальными допусками на механическую обработку отливок с регламентированной макроструктурой. Заливку сплава ВЖЛ121 производили в керамические формы, изготовленные по серийным технологиям, действующим на предприятиях авиационной отрасли. Фотографии некоторых полученных отливок приведены на рис. 4.



а, б – деталь типа «крыльчатка»;

в, г, д, ж, з – рабочие лопатки;

е, и – макроструктура отливок рабочих лопаток после травления (керамическая форма с модификатором)

Рис. 4 - Отливки с поликристаллической структурой равноосной кристаллизации из жаропрочного сплава ВЖЛ21.

Выводы

1. На основе расчетов фазового состава, температур солвуса γ' , солидуса и ликвидуса, параметров кристаллических решеток γ' - и γ - фаз, плотности, параметров фазовой стабильности (ΔE , $(Md)_{\gamma}$) литейных жаропрочных никелевых сплавов сконструирован новый жаропрочный сплав низкой плотности ВЖЛ21 для производства тва турбинных лопаток с поликристаллической равноосной структурой. Для снижения плотности и улучшения фазовой стабильности суммарное содержание тяжелых тугоплавких (W, Ta, Mo) металлов было сведено к минимуму, а содержания легких γ' -образующих (Al, Ti) металлов повышено.

2. Экспериментально определены физико-химические и структурно-фазовые характеристики, кратковременные механические свойства в интервале температур 20-1100 °С и длительная прочность при температурах 800, 900, 1000 и 1050°С в диапазоне долговечности до 1000 ч нового сплава ВЖЛ21 ($d=8,105$ г/см³).

3. Температурные зависимости характеристик прочности и пластичности при растяжении сплава ВЖЛ21 в интервале 20-1100 °С являются типичными для литейных никелевых сплавов с поликристаллической равноосной структурой. Установлено, что повышенная пластичность в интервале температур 20-800 °С сплава ВЖЛ21 обусловлена благоприятной формой частиц карбидной фазы и их распределением не только в объеме зерен, но по межзеренным границам.

4. По параметру удельной длительной прочности (y_{100}^{1000}/d) сплав ВЖЛ21 значительно превосходит известные серийные аналоги ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У.

5. Исследование технологических свойств выявило, что разработанный в ФГУП «ВИАМ» новый, последнего поколения, литейный жаропрочный никелевый сплав ВЖЛ21 с поликристаллической структурой, имеющий повышенные характеристики жаропрочности и пластичности, по

своим литейным технологическим свойствам не уступает серийным отечественным сплавам равноосной кристаллизации ВЖЛ12У, ЖС6К и ЖС6У.

6. Технологическое опробование нового сплава ВЖЛ21 показало, что сплав может быть использован для изготовления отливок деталей авиационного двигателя нового поколения, работающих длительно при температурах до 1050°C.

Литература

1. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н. Литейный жаропрочный сплав нового поколения вжл21 с поликристаллической структурой //Литейщик России. 2014. №4. С 40-46.

2. Каблов Е. Н., Петрушин Н. В.. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов /В сб.: Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С.56–78.

3. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Висик Е.М., Рассохина Л.И. Жаропрочные никелевые сплавы низкой плотности. High-Temperature Nickel Alloys of Low Density //Литейное производство. 2012. № 6. С. 5-11.

4. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов //Металловедение и термическая обработка металлов. 2012. № 12 (690). С. 52-56.

5. Morinaga M., Yukawa N., Adachi H. and Ezaki H. New PHACOMP and its application to alloy design //In: Superalloys 1984. M. Gell et al. (Eds.). Warrendalle, PA: Metallurgical Society of AIME. 1984. P. 523-532.

6. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение. 1998. 462 с.

7. Петрушин Н.В., Сорокина Л.П., Жуков С.Н. Структурные особенности деформирования и разрушения монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов при циклическом нагружении //Металловедение и термическая обработка металлов. 1995.№ 6, С. 2-5.

УДК 669.715'24

Аспекты развития литейных никелевых и интерметаллидных сплавов. Технология изготовления деталей ГТД

Бакрадзе М.М.¹, к.т.н.; Петрушин Н.В.¹, д.т.н.; Сидоров В.В.¹, д.т.н.;
Аргинбаева Э.Г.¹, к.т.н., Овсебян С.В.¹, к.т.н.

elargin@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Представлена история развития и перспективы литейных жаропрочных никелевых сплавов. Описана система конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов.

Ключевые слова:

направленная кристаллизация, жаропрочный сплав, интерметаллидный сплав

Материалы и глубокая переработка сырья – один из приоритетов модернизации экономики и технологического развития России. С целью разработки и внедрения в промышленность материалов нового поколения в соответствии с приоритетными направлениями и критическими технологиями развития науки и техники в Российской Федерации во ФГУП «ВИАМ» разработаны «Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», в рамках которых

реализуются комплексные научные направления: «Монокристаллические, жаропрочные суперсплавы, естественные композиты», «Интерметаллидные материалы» [1, 2].

Повышение температуры «рабочего тела» и коэффициента полезного действия газотурбинного двигателя (ГТД) стало возможным благодаря развитию материалов для деталей горячего тракта. Для изготовления ответственных деталей ГТД, в том числе, наиболее теплонагруженных – лопаток турбины, соплового аппарата, используются литейные жаропрочные никелевые и интерметаллидные сплавы.

У истоков создания отечественных литейных никелевых сплавов стояли работавшие в ВИАМ выдающиеся ученые-материаловеды С.Т. Кишкин, Н.Ф. Лашко, К.Я. Шпунт, С.З. Бокштейн.

Академик С.Т. Кишкин первым выдвинул гетерофазную теорию жаропрочности. На основании данных фазового анализа им было обосновано, что жаропрочность никелевых сплавов определяется, как твердым раствором на основе никеля, так и частицами γ' -фазы - интерметаллидного соединения на основе Ni_3Al . Исследователями под руководством С.Т. Кишкина было установлено, что дисперсные выделения γ' -фазы замедляют движение дислокаций, а также зарождение и развитие трещин. Было показано, что сопротивление сплава ползучести определяют границы зерен. Высокий уровень свойств жаропрочных никелевых сплавов был обеспечен за счет легирования алюминием, титаном, тугоплавкими элементами: хромом, вольфрамом, молибденом, танталом, ниобием, а также кобальтом.

Еще в конце 40-х начале 50-х годов прошлого века в ВИАМ было показано, что наибольшую перспективу повышения длительной прочности турбинных рабочих лопаток открывает применение не деформируемых, а литейных жаропрочных никелевых сплавов. Основоположниками создания и применения таких сплавов для изготовления рабочих лопаток ГТД методом

равноосного литья являются С.Т. Кишкин и Н.Д. Кузнецов. Советский Союз первым вступил на путь создания и применения высокожаропрочных литейных никелевых сплавов, возможности которых ещё далеко не исчерпаны.

Необходимость повышения механических свойств и надежности материалов нового класса стимулировало развитие технологии вакуумной выплавки, появление способов рафинирования расплава для устранения вредных примесей, а также новые решения в области оборудования для изготовления сплавов высокого качества и отливок деталей сложной конфигурации. В стенах ВИАМ были изготовлены первые установки для точного литья лопаток.

Задачи повышения характеристик турбинных лопаток ГТД способствовали развитию жаропрочных литейных никелевых сплавов.

Жаропрочные литейные никелевые сплавы это сложные многокомпонентные гетерофазные системы, уровень жаропрочности и высокая термическая стабильность которых определяются рядом термодинамических (энергия межфазных границ, растворимость легирующих элементов в фазовых составляющих, температурная область существования фаз), кинетических (диффузионная подвижность компонентов) и структурных факторов (внутренние поверхности раздела) [3,4].

Комплексные исследования методами электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии позволило выявить взаимозависимость между прочностными характеристиками и структурно-фазовыми параметрами, такими как периоды кристаллических решеток γ - и γ' -фаз. их размерное несоответствие $\Delta = (a_{\gamma} - a_{\gamma'}) / a_{\gamma}$ и также объемное содержание. (А.И. Ковалев, М.Б. Бронфин, А.И. Самойлов, Н.В. Петрушин) [5, 6].

Учеными ВИАМ (С.Т. Кишкин, Г.И. Морозова) было установлены критерии стабильности фазового состава сплавов через параметр ΔE :

$$\Delta E = \sum E_i \cdot C_i - (0,036 \cdot \sum A_i \cdot C_i + 6,28) \quad (1)$$

$$-0,02 < \Delta E \leq 0,04 \quad (2)$$

$$8,25 < \bar{E} \leq 8,37 \quad (3)$$

где C_i – концентрация i -го компонента, A_i – атомная масса i компонента, E_i – число валентных электронов, \bar{E} – среднее значение электронной концентрации композиции сплава, ΔE – величина, определяющая дисбаланс легирования [7].

Литейные жаропрочные никелевые сплавы, разработанные в середине прошлого века: ЖСЗДК, ЖС6, ЖС6У, ЖС6К, ВЖЛ12У, ВЖЛ12Э с поликристаллической равноосной структурой до сих пор находят применение в ГТД.

Переход к направленно закристаллизованной и монокристаллической структуре отливок дал возможность повысить характеристики прочности и жаропрочности сплавов. Отсутствие в монокристаллах высокоугловых границ привело к исключению из сплавов элементов, упрочняющих границы зерен: С, В, Zr.

Необходимость в более эффективном теплоотводе при литье лопаток привела к созданию процесса направленной кристаллизации (НК) с жидкометаллическим охлаждением (ЖМО), при котором керамическую форму с расплавом перемещают из зоны нагрева и одновременно погружают в ванну с расплавом алюминия или олова. Использование ЖМО существенно повышает скорость теплоотвода: отливка охлаждается в 3-4 раза эффективнее, чем при конвективном и радиационном охлаждении поверхности формы. Технология с использованием ЖМО – расплава алюминия – нашла применение в России при получении рабочих лопаток ГТД на установках типа УВНК-8П и ВИП-НК, где температурный градиент на фронте кристаллизации (G) составляет 50-60 °С/см против 20 °С/см по технологии НК, используемой зарубежом (метод Бриджмена).

Исследования по совершенствованию процесса НК жаропрочных сплавов, оптимизации конструкции теплового узла с использованием ЖМО – расплава олова, проведенные в ФГУП «ВИАМ» под руководством Е.Н. Каблова и Ю.А. Бондаренко, позволили разработать научные основы процесса высокоградиентной направленной кристаллизации (ВГНК) жаропрочных сплавов. Были созданы лабораторные установки УВНЭС-3, УВНЭС-4 с температурным градиентом на фронте роста $G \geq 200$ °С/см. Эти принципы были реализованы при разработке установок с компьютеризированной системой управления процессом: УВНК-8П, УВНК-9А, УВНЭС-4, УВНС-5, УВНС-6 (рисунок 1). Сегодня, установки УВНК-9А и типа УВНС-5 поставляются на моторостроительные предприятия, как в пределах РФ, так и за рубеж (Индия, Китай) [1, 2, 8].



Рисунок 1 – УВНС-6 – промышленная высокоградиентная установка (градиент до 200 °С/см) для литья деталей длиной до 300 мм с монокристаллической структурой

Для литья сложнопрофильных деталей ГТД из жаропрочных никелевых сплавов во ФГУП «ВИАМ» разработаны модельные массы: ВИАМ МК-1, ВИАМ МК-2, ВИАМ МК-Л.

Дальнейший рост жаропрочности литейных никелевых сплавов связан с применением в качестве основных легирующих легирующих элементов рения и рутения.

При оптимизации существующих и разработке новых сплавов используется метод компьютерного конструирования. Он позволяет

существенно снизить объем материальных затрат за счет сокращения в разы количества необходимых для изучения плавов, а также затрат на их экспериментальные исследования. Это особенно важно для сплавов содержащих дорогостоящие рений и рутений.

Система компьютерного конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов основана на регрессионных уравнениях типа «состав-свойство». По заданному химическому составу сплава рассчитывается его фазовый состав (объемная доля упрочняющей γ' -фазы и ее температурная зависимость, составы γ' - и γ -фаз, коэффициенты распределения легирующих элементов между γ' - и γ -фазами, объемная доля неравновесной эвтектической γ' -фазы), физико-химические свойства (температуры растворения γ' -фазы, солидус, ликвидус, плотность, теплоемкость, коэффициенты теплового линейного расширения), структурно-фазовые характеристики (периоды кристаллических решеток γ' - и γ -фаз, γ/γ' -мисфит), характеристики длительной прочности. Прогнозирование фазовой нестабильности жаропрочного сплава осуществляется при помощи расчетных методов баланса легирования ΔE , PHACOMP Nv, New PHACOMP Md, Solubility Index, и др. Во ФГУП «ВИАМ» (Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин) с помощью метода компьютерного конструирования были усовершенствованы широко применяемые в промышленности литейные жаропрочные сплавы марок ЖС32 (ЖС32У), ЖС6У (ЖС6УМ), ВЖЛ12Э (ВЖЛ20) и разработаны новые поликристаллические и монокристаллические жаропрочные сплавы марок ВЖЛ21, ВЖЛ22, ВЖМ1, ВЖМ4, ВЖМ6, ВЖМ8, ВИНЗ. Сплавы имеют ряд существенных преимуществ перед своими серийными аналогами, прежде всего по характеристикам жаропрочности и температурной работоспособности.

Литейные жаропрочные сплавы ВЖЛ21 (не содержит рений и рутений, плотность 8,105 г/см³) и ВЖЛ22 (0,2 % масс. Re, плотность 8,595 г/см³) имеют высокие характеристики фазовой стабильности, прочности (предел

текучести $\sigma_{0,2} = 920-930$ МПа, предел прочности $\sigma_B = 1040-1060$ МПа при 20 °С) пластичности ($\delta = 7-9\%$ при 20 °С) и удельной жаропрочности. монокристаллические жаропрочные сплавы ВЖМ4 и ВЖМ8, содержание Re (6 % масс.) и Ru (4 и 6 % масс.) имеют высокие характеристики длительной прочности. Температурная работоспособность сплавов на 50-80°С выше, чем жаропрочного сплава ЖС32, который используется в промышленности для изготовления монокристаллических лопаток турбин авиационных двигателей [9-11] (рисунок 2).

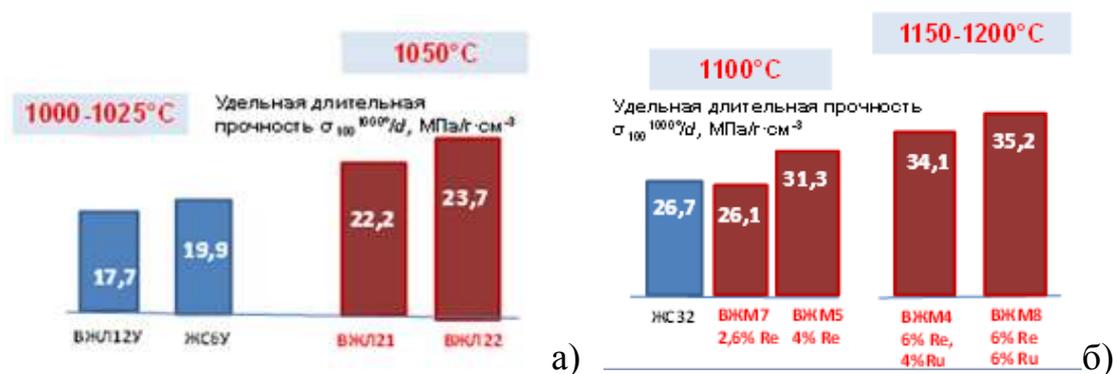


Рисунок 2 – Сравнительные значения удельной жаропрочности $\sigma_{100}^{1000/d}$ жаропрочных никелевых сплавов с поликристаллической равноосной (а) и монокристаллической структурой

Созданные за последние 10 лет сплавы марок ВЖМ4, ВЖМ5, ВЖМ7, ВЖЛ21 включены в спецификацию перспективного вертолетного двигателя, двигателей ПД-14, ПС90-А2, ГТД военного применения (Рисунок 3).

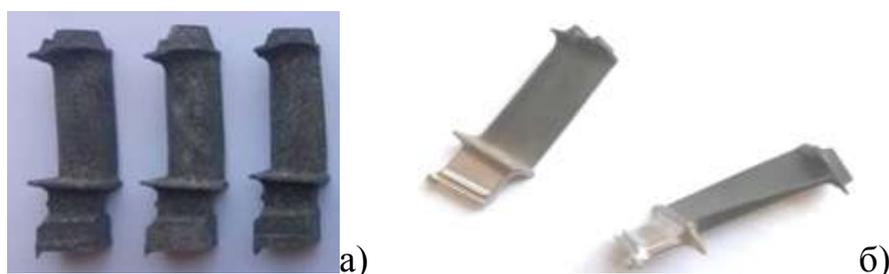


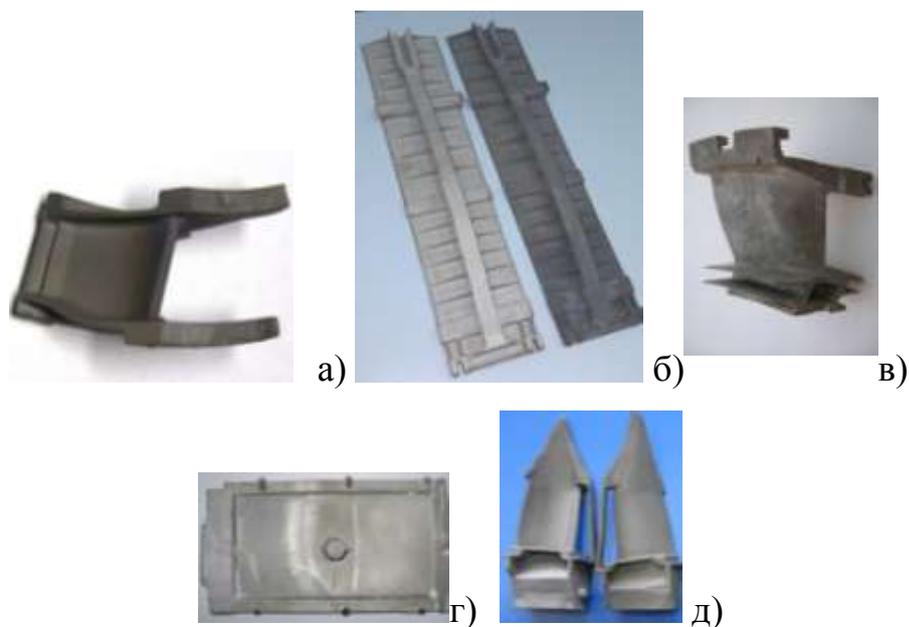
Рисунок 3 – Рабочие лопатки 2-ой ступени из сплава ВЖЛ21 (а) и неохлаждаемые рабочие лопатки 1-ой ступени из сплава ВЖМ7 перспективного вертолетного двигателя

Значительный рост жаропрочности литейных никелевых сплавов при легировании танталом, рением, рутением, к сожалению, снижает их

жаростойкость Во ФГУП «ВИАМ» этот вопрос решается комплексно. В процессе разработки новых сплавов всегда разрабатываются технологии и оборудование для нанесения защитных и функциональных покрытий. Под руководством Мубояджяна С.А. разработана серия промышленных установок типа МАП и литых трубных катодов типа СДП и ВСДП для нанесения ионно-плазменных покрытий для защиты ЖС лопаток турбины ГТД от газовой коррозии при температурах 950-1200°C и сульфидно-оксидной коррозии при температурах 750-950°C. Разработан ряд ионно-плазменных установок для выполнения перспективных задач, таких как: опытная установка МАП-Р - для обработки цельных рабочих колес типа «блинк», «блиск» диаметром до 1000 мм; установка МАП-3, оснащенная ионным имплантером - для осуществления комбинированного осаждения покрытий из металлической плазмы с ионной имплантацией. С целью обеспечения технологической независимости России в ВИАМ разработан новый технологический процесс магнетронного плазмохимического среднечастотного осаждения керамических слоев теплозащитных покрытий, обеспечивающий высокую воспроизводимость состава шихтовых материалов в керамических слоях даже при нанесении многокомпонентных керамик нового поколения. Разработано принципиально новое опытно-производственное оборудование для его осуществления – установки УОКС-2 и УОКС-3, которые обладают рядом уникальных возможностей и позволяют снизить в 10-15 раз энергозатраты по сравнению с широко распространенной технологией электронно-лучевого нанесения покрытий [12].

Параллельно с развитием жаропрочных литейных никелевых сплавов, в ВИАМ активно шло создание интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni_3Al – сплавы марок ВКНА (ВИН). Имея достаточно простую систему легирования $Ni-Al-W-Mo-Cr-Ti$ при минимальном суммарном содержании тугоплавких легирующих элементов (7,5 % масс.) эти сплавы имеют пониженную плотность ($\sim 8 \text{ г/см}^3$) и весьма высокие рабочие

температуры, достигающие 1200 °С при длительной работе и с кратковременными забросами 1250 °С. В настоящее время сплав марки ВКНА-1В применяется для высокотемпературных деталей, работающих в условиях высоких термических напряжений таких, как тонкостенных сегментов жаровой трубы камеры сгорания перспективного ГТД. Сплав ВКНА-1ВР внесен в техническую документацию двигателя ПД-14 для сопловых лопаток турбины высокого давления. Сплав марки ВКНА-4У успешно опробован для рабочих лопаток турбины двигателя ТВД-20, а сплав марки ВКНА-25 - для рабочих лопаток блиска перспективного вертолетного двигателя [13, 14] (Рисунок 4).



а) сопловая лопатка из сплава ВИНЗ; б) створки из сплава ВКНА-4УР_{мод.}; в) сопловая лопатка 2 ступени ТВД из сплава ВКНА-1ВР (двигатель ПД-14); г) сегмент камеры сгорания из интерметаллидного сплава ВКНА-1В; б) рабочие лопатки из сплава ВКНА-25.

Рисунок 4 – отливки деталей ГТД из интерметаллидных никелевых сплавов

Свойства литейных жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Механические свойства монокристаллических интерметаллидных никелевых сплавов

Сплав	Плотность, г/см ³	Кратковременная прочность при 20°C			Длительная прочность, σ_{1000} , МПа			Стоимость, относительная единица
		σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	900°C	1100°C	1200°C	
Монокристаллические								
ВКНА-1В [111]	7,94	1325	610	14	285*	75*	30*	1,3
ВКНА-4У [111]	7,91	1340	680	16	180	60	28	1,3
ВКНА-25 [111]	8,05	1120	880	17	285	80	25	2,0
ВИН2 [111]	8,1	1540	705	15	275	80	30	2,5
ВИН3 [001]	8,2	810	555	23,5	225*	60*	35*	2,0
ВИН4 [001]	8,13	1335	700	17	150	35	20	2,0

* база испытаний 500 ч.

Таблица 2

Механические свойства жаропрочных никелевых сплавов

Сплав	Плотность, г/см ³	Кратковременная прочность при 20°C			Длительная прочность, σ_{1000} , МПа			Стоимость, относительная единица
		σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	900°C	1000°C	1100°C	
Монокристаллические [001]								
ВЖЛ20	8,04	1130	950	7,5	235	115	-	1,17
ЖС40	8,84	1150	900	9	310	160	78	2,29
ЖС32	8,80	1200	855	16	325	155	70	6,73
ЖС32У	8,87	1175	930	15,5	350	160	75	7,07
ВЖМ5У	8,80	1050	1020	14,5	380	185	100	6,56
ВЖМ7	8,39	1040	820	22	290	140	80	4,28
ВЖМ4	8,87	1220	865	20	410	200	120	15,99
ВЖМ8	9,08	1365	940	13,5	400	200	140	20,59

Сплав	Плотность, г/см ³	Кратковременная прочность при 20°С			Длительная прочность, σ_{1000} , МПа			Стоимость, относительная единица
		σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	900°С	1000°С	1100°С	
Поликристаллические								
ЖС6У	8,42	1030	930	3	245	100	-	1
ВЖЛ21	8,11	1000	930	7,5	240	110	-	1,21

Во ФГУП «ВИАМ» создаются также и коррозионностойкие жаропрочные никелевые сплавы для литья лопаток газотурбинных установок и ГТД морской авиации. В 2016 г. разработаны сплавы марок ВЖЛ738М, ВЖЛ23 и ВЖМ9, превосходящие отечественные и зарубежные сплавы аналогичного назначения по ряду характеристик жаропрочности (таблица 3), а также сплавы ВЖЛ718 и ВЖЛ738, не уступающие по свойствам сплавам-аналогам Inconel 718 (литой) и Inconel 738LC.

Таблица 3

Свойства литейных жаропрочных никелевых коррозионностойких сплавов

Марка сплава	Структура	$T_{\text{раб}}$, °С	σ_{100}^{900} , МПа	σ_{1000}^{900} , МПа	σ_{1000}^{1000} , МПа	σ_{1000}^{1000} , МПа	Особенности легирования (% масс.)	
							Al/Ti	Cr
ЧС-70	Равноосная поликристаллическая	850	245	-	-	-	0,61	16,8
ЧС-88		850	274	-	-	-	0,72	15,8
ВЖЛ23		900	300	190	-	-	0,85	12,4
ЦНК-8М	Монокристаллическая [001]	1000	335	235	-	-	0,89	12,5
ВЖЛ738М		1000	305	275*	160**	-	1,0	16,5
ВЖМ9 (1,3 % Re)		1000	350	280	200	140	1,0	12,5
Условия коррозионной стойкости сплава							0,7-1,0	≥ 12

Примечание: свойства сплава ВЖЛ738М приведены для температуры испытания 870°С* и 980°С**

Перспективное направление дальнейшего развития жаропрочных никелевых сплавов - естественно-композиционные эвтектические материалы структурного типа γ/γ' -MeC серии ВКЛС (Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Бондаренко Ю.А.). В основе этих сплавов лежит эвтектическая система Ni-NbC. Для обеспечения формирования композиционной структуры при изготовлении полуфабрикатов из них применяют направленную кристаллизацию в условиях плоского фронта с повышенным температурным градиентом ($G > 150$ °C/см) и невысокой скоростью кристаллизации ($R < 10$ мм/ч) (Рисунок 5).

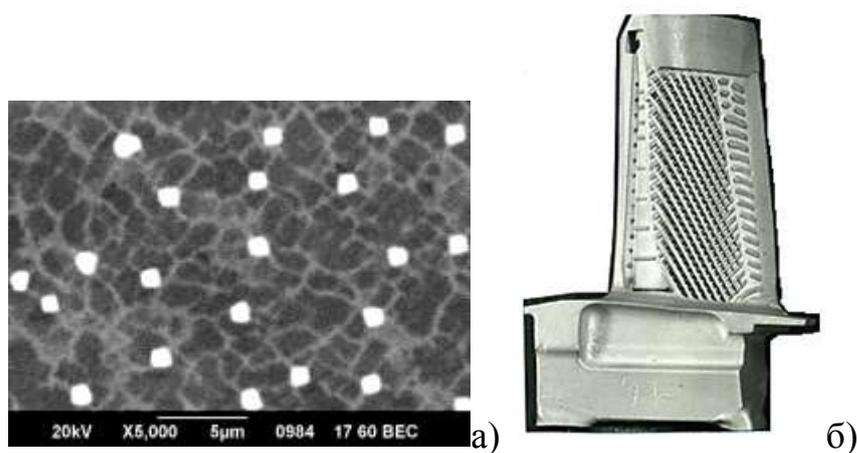


Рисунок 5 – Микроструктура (а) и рабочая охлаждаемая лопатка 1 ступени ТВД сплава ВКЛС-20Р (б)

Непрерывные волокна карбидов обеспечивают эффективное упрочнение γ/γ' -матрицы и работоспособность материалов при температурах выше, чем рабочая температура литейных никелевых сплавов. Сплавы серии ВКЛС обладают высокими значениями жаропрочности, их недостатком является низкая скорость получения заготовок [15].

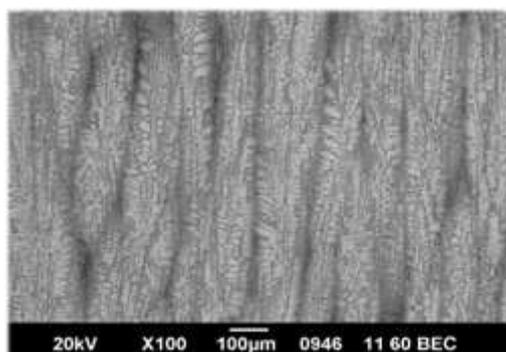
Наиболее интересными естественно-композиционными материалами являются сплавы, у которых матрица из тугоплавкого элемента упрочняется силицидами. Благодаря низкой плотности подобные материалы имеют высокую удельную прочность и жаропрочность. Наиболее перспективной системой для создания таких материалов на сегодняшний день является

эвтектика Nb-Si. Создание такого материала позволит решить вопрос применения неохлаждаемых деталей при температурах до 1350°C, а их низкая плотность (~7 г/см³) показывает значительное превосходство над монокристаллическими жаропрочными никелевыми сплавами IV-V поколений [16 – 18]. (таблица 4). В настоящее время осуществляются исследования и разработка (Светлова И.Л. и Бондаренко Ю.А.) композиции и технологии получения лопаток для перспективного двигателя ПД-35 из материала системы Nb-Si (Рисунок 6).

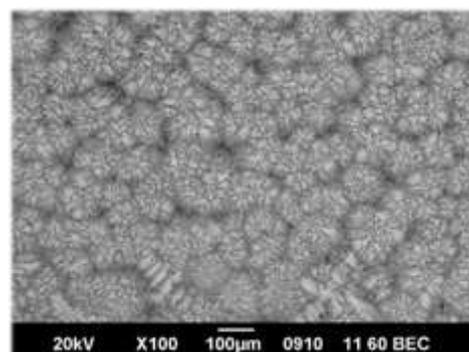
Таблица 4

Сравнительные значения характеристик прочности сплавов

Сплав		Эксплуатационные характеристики			
		Т раб., °С	σ _в , МПа	d, г/см ³	Примечание
Композит Nb-Si с направленной структурой	с покрытием	1200	544	7,5	Испытания на воздухе
	без покрытия	1350	246	7,5	Испытания в вакууме
ВИН3		1200	260	8,2	Испытания на воздухе
ВИН4		1200	275	8,13	
ВЖМ8		1200	260	9,1	



а)



б)

Рисунок 6 – Структура естественно-композиционного материала Nb-Si в продольном (а) и поперечном (б) сечениях

Сегодня во ФГУП «ВИАМ» разработана и используется технология выплавки литейных жаропрочных сплавов, в том числе коррозионностойких, которая обеспечивает такие показатели материала, как стабильность химического состава в максимально узких интервалах легирования;

ультранизкое содержание вредных примесей углерода, серы и газов (кислорода и азота), примесей цветных металлов (свинца, висмута, серебра, теллура, таллия и др.), неметаллических включений; плотное, с минимальным количеством усадочных дефектов, строение литых прутковых заготовок, их высокий выход годного.

Литейные жаропрочные сплавы и технологии, разработанные во ФГУП «ВИАМ», по качеству не уступают зарубежным аналогам, производимым ведущими мировыми фирмами «Cannon Muskegon», «Rolls Royce» и др., и находятся на уровне требований мировых стандартов.

Технология вакуумной выплавки сплавов позволяет использовать до 100% отходов литейного и собственного производства и получать сплавы, полностью отвечающие по чистоте и свойствам требованиям действующих ТУ. Это позволяет создать замкнутый цикл возврата дорогих и дефицитных легирующих металлов в производство, обеспечить их экономию и снизить стоимость сплавов на 30-50% без ухудшения качества. Разработанная технология по производству литейных жаропрочных сплавов реализована на созданном во ФГУП «ВИАМ» производственном участке, оснащённом самым современным плавильным, аналитическим и испытательным оборудованием. На участке работают промышленные вакуумные индукционные печи последнего поколения ALD (Германия) VIM 50 с емкостью тигля 350 кг и VIM 150 с емкостью тиглей 650 и 1000 кг. Годовой выпуск готовой продукции в виде шлифованных литых прутковых заготовок диаметром 65 и 90 мм может быть увеличен до 400 т/год. На данном участке выплавляют как серийные сплавы ЖС6К, ЖС6У, ЖС32, ЖС26, ВЖЛ12У, ВХ4Л, ЖСКС-1, ЖСКС-2 и др., так и сплавы нового поколения ВЖМ4, ВЖМ5, ВКНА-1В, ВКНА-1ВР, ВКНА 25, ВЖМ7, ВЖМ8, ВЖЛ 21, ВИН 3, ВИН 4 и др. Серийное производство сплавов осуществляется по технологическим инструкциям, согласованным с военной приемкой

института. Производство сертифицировано комиссией Межгосударственного Авиационного комитета [19].

Параллельно с традиционными технологиями ведутся работы и в области получения литейных материалов методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Проведенные за последние 4 года исследования (Евгенов А.Г.) показывают большой потенциал применения аддитивных технологий для получения деталей из литейных сплавов. Высокие скорости кристаллизации в процессе лазерного синтеза, специфические условия теплоотвода приводят к формированию острой текстуры, обеспечивающей получение высоких механических и усталостных характеристик в направлении, нормальном к плоскости платформы построения. По прочностным характеристикам синтезированные сплавы на 15-20%, а по пластическим в 2-3 раза превосходят свои литые аналоги (таблица 5).

Таблица 5

Свойства синтезированных образцов из жаропрочных сплавов при 20°C

Марка сплава / направление вырезки образцов	Метод производства и обработки	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
ВЖЛ12У / Z	СЛС + ГИП+ТО	1255-1300	750-755	29-30	24-25
ВЖЛ12У / ХУ		1190-1230	775-785	16-17	13-15
ВЖЛ12У / по ТУ	Литье	830	-	5,0	7,0
ЖС6К / Z	СЛС + ГИП + ТО	1080-1180	850-865	7.6-10.5	8.6-9.0
ЖС6К / ХУ		970-1040	835-860	3,5-6	4,2-6,6
ЖС6К / по ТУ	Литье + ТО	930	825	1,5	-

Предел выносливости синтезированного материала на 20-25% выше предела выносливости литого сплава. Проблемой, решением которой

занимается институт в настоящее время, остается обеспечение достаточной длительной прочности мелкозернистого синтезированного материала [20].

Подводя итог, отметим, что неразрывная цепочка «состав-технология-свойства» является принципом, которым руководствуются ученые ВИАМ на протяжении 85 лет его существования. Тесное сотрудничество конструкторов и материаловедов, технологов, металлургов и литейщиков, химиков и исследователей позволяет нам достигать высоких результатов в создании материаловедческого научно-технического задела в обеспечение создания перспективных двигателей авиационной техники.

Литература:

1. 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. С. 3-33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. 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.
3. История авиационного материаловедения: ВИАМ – 75 лет поиска, творчества, открытий / под общ. ред. Каблова Е.Н.; ФГУП «Всероссийский институт авиационных материалов». – М.: Наука. 2007. – С 38-55.
4. 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды. «ВИАМ» 1932 – 2007. Юбилейный научно-технический сборник / под общ. ред. Каблова Е.Н.; ФГУП «Всероссийский институт авиационных материалов». – М.: ВИАМ. 2007. – С 27 – 43.
5. Самойлов А.И., Назаркин Р.М., Петрушин Н.В., Моисеева Н.С. Мисфит как характеристика уровня межфазных напряжений в

монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах // Металлы. 2011. №3. С. 71–77.

6. 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 25.09.2017).

7. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // МиТОМ. 2012. №12. С. 52–58.

8. Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин, М.Б. Бронфин, А.А. Алексеев Особенности монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением // Металлы. 2006 г. №5. С. 24-29.

9. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Развитие технологии кристаллизации литейных высокожаропрочных сплавов с переменным управляемым температурным градиентом // Авиационные материалы и технологии: юбил. науч.-техн. сб (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии») / под. общ. ред. Е.Н. Каблова. – М.: ВИАМ, 2017. С. 24 – 39. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38)

10. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 72-103. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103)

11. Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Висик Е.М., Голынец С.А. Разработка монокристаллического жаропрочного никелевого сплава V поколения // Металлы. 2017. № 6. С. 38-51.

12. Мубояджян С.А., Будиновский С.А. Ионно-плазменная технология: перспективные процессы, покрытия, оборудование // Авиационные материалы и технологии: юбил. науч.-техн. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии») / под. общ. ред. Е.Н.

Каблова. – М.: ВИАМ, 2017. С.39-54. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-39-54](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-39-54)

13. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Высокотемпературные интерметаллидные сплавы для деталей ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2013. № 3. С.26-31.

14. Базылева О.А., Оспенникова О.Г., Аргинбаева Э.Г., Летникова Е.Ю., Шестаков А.В. Тенденции развития интерметаллидных сплавов на основе никеля // Авиационные материалы и технологии: юбил. науч.-техн. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии») / под. общ. ред. Е.Н. Каблова. – М.: ВИАМ, 2017. С. 104–115. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115)

15. Е.Б. Качанов, Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов Жаропрочные эвтектические сплавы с карбидно-интерметаллидным упрочнением // Металловедение и термическая обработка металлов. 1995. №4. С. 24-29.

16. Светлов И.Л., Нейман А.В. Влияние температурно-скоростных параметров направленной кристаллизации на формирование структуры жаропрочных материалов // Металлы. 2017. № 2. С. 70-75.

17. Светлов И.Л., Карпов М.И., Нейман А.В., Строганова Т.С. температурная зависимость предела прочности in-situ композитов многокомпонентной системы Nb–Si–X (X = Ti, Hf, W, Cr, Al, Mo) // Деформация и разрушение материалов. 2017. № 10. С. 17-22.

18. Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Карпов М.И., Нейман А.В., Мин П.Г., Карачевцев Ф.Н. Высокотемпературные композиты на основе системы Nb—Si, армированные силицидами ниобия // Материаловедение. 2017. №2. С. 24-32.

19. Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технология и оборудование / под. общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2016. – 368 с.: ил.

20. Неруш С.В., Евгенов А.Г., Ермолаев А.С., Рогалев А.М.

Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава на никелевой основе для лазерной LMD наплавки //Вопросы материаловедения. 2013. №4(76). С. 98–107.

УДК 669.018.44

Направленная кристаллизация, структура и свойства естественного композита на основе эвтектики Nb-Si на рабочие температуры до 1350°C для лопаток ГТД

Бондаренко Ю.А., д.т.н., Колодяжный М.Ю., Ечин А.Б., к.т.н.

admin@viam.ru

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Исследованы структура и свойства ниобий-кремниевого композита, полученного при направленной кристаллизации в жидкометаллическом охладителе (метод ЛМС). Рассмотрена естественно-композиционная микроструктура слитка после направленной кристаллизации, проведен анализ состава фаз композита Nb-Si, определен уровень кратковременной прочности при 20, 1200 и 1350 °C и длительной прочности при 1200 °C.

Ключевые слова:

направленная кристаллизация; жаропрочный эвтектический сплав; структура эвтектического композита; силицид ниобия; твердый раствор ниобия; кратковременная прочность; длительная прочность

Развитие авиационного двигателестроения неразрывно связано с разработкой и внедрением в производство новых жаропрочных материалов для деталей горячего тракта газотурбинных двигателей (ГТД), а также

совершенствованием существующих и созданием новых технологических процессов их получения. Это в первую очередь относится к жаропрочным материалам, предназначенным для изготовления рабочих и сопловых лопаток ГТД, т.к. их жаропрочные свойства во многом определяют температуру газа на входе в газовую турбину и, соответственно, основные характеристики турбины: мощность, ресурс, экологичность, расход топлива и др.

В последние десятилетия рост рабочих температур в современных ГТД достиг ~ 1900 К, и он достигался за счёт усложнения легирования никелевых жаропрочных сплавов, в том числе дорогостоящими Re, Ru, созданием технологии монокристаллического литья, совершенствованием системы охлаждения лопаток, применением термобарьерных защитных покрытий.

Однако, рабочая температура современных никелевых жаропрочных сплавов достигла предела (1100-1150°C), т.к. она уже соответствует 80-85°C от их температуры плавления ($\sim 1350^\circ\text{C}$), при плотности новейших сплавов 9,0-9,2 г/см³.

Создание авиационных газотурбинных двигателей следующих поколений предполагает повысить температуру газа перед турбиной до 2100-2400 К, уменьшить их удельный вес более чем в 1,5 раза, сократить расход топлива на 15-30%, улучшить и другие характеристики. Поэтому в последние годы разработчики материалов стали уделять больше внимания созданию новых жаропрочных сплавов на основе тугоплавких металлов, в частности, на основе ниобия, который имеет высокую температуру плавления (2468°C), относительно низкую плотность (8,56 г/см³), он пластичен и может быть рассмотрен в качестве материала деталей перспективных высокотемпературных газовых турбин следующего поколения.

Исследования, ведущиеся за рубежом (в США, Англии, Германии, Франции, Австрии, Швейцарии, Канаде, Японии, Китае), а также в России, позволили установить, что перспективным материалом в качестве основы для

создания высокотемпературных материалов жаропрочных сплавов могут быть естественные композиты на основе эвтектики системы Nb-Si с температурой плавления 1920°C. В результате исследований в качестве базовой композиции был выбран сплав на ниобиевой основе, легированный Si, Cr, Ti, Hf, Al... с температурой плавления $T_S \sim 1600^\circ\text{C}$, плотностью $\gamma = 6,8-7,4 \text{ г/см}^3$. (В США ему присвоили название MASK.)

Композиционную структуру (структуру естественного in-situ композита) получали при направленной кристаллизации в условиях высокого температурного градиента на фронте роста, поэтому за рубежом использовались методы зонной плавки с индукционным и дуговым, электронно-лучевым нагревом, выращиванием из расплава по методу Чохральского, с использованием «холодного тигля». Перечисленные методы направленной кристаллизации позволяют получать лишь цилиндрические заготовки небольшого размера. Однако, как правило, лопатки ГТД имеют сложную геометрическую форму, часто с внутренней полостью системы охлаждения, в промышленности их получают в керамических формах, изготовленных методом точного литья (по выплавляемым моделям).

В этой связи для осуществления процесса направленной кристаллизации при получении заготовок образцов и лопаток ГТД из естественного композита на основе эвтектического сплава системы Nb-Si в ФГУП «ВИАМ» была создана высокотемпературная установка направленной кристаллизации УВНЭС-4 с двухзонным нагревателем, ванной с жидкометаллическим охладителем и компьютерной системой управления основными параметрами технологического процесса (контроль вакуума, температуры в печи подогрева форм, температуры жидкометаллического охладителя, скорости кристаллизации и др. параметров).

Выплавку шихтовой заготовки эвтектического композита на основе ниобия, содержащего Si, Cr, Hf, Ti, Al, Mo, W осуществляли в дуговой печи с расходуемым электродом. Направленную кристаллизацию заготовок

образцов и лопаток проводили в керамических тиглях и формах, изготовленных из высокотемпературной керамики на основе окиси иттрия, при температурах в печи подогрева форм 1800-1850°C, скорость кристаллизации 2-8 мм/мин.

Условия направленной кристаллизации, температурный градиент на фронте роста оценивались с помощью термопар, установленных на поверхности формы. Анализ кривых распределения температуры, полученных в процессе направленной кристаллизации, позволил определить значения температурного градиента, при котором происходит формирование композиционной структуры, $G=90-100^\circ\text{C}/\text{см}$. (Для формирования направленной дендритной структуры в никелевых жаропрочных сплавах достаточно $G\geq 10^\circ\text{C}/\text{см}$).

Исследование структуры полученных заготовок $\varnothing 20$ мм, высотой $L=160$ мм показал, что в начале кристаллизации в стартовой зоне (30-40 мм) отсутствуют условия совместного (парного) роста эвтектических фаз, в структуре наблюдаются выделения дендритов произвольной ориентации. Затем формируется структура в виде эвтектических колоний, ориентированных в направлении кристаллизации, внутри эвтектических колоний она состоит из чередующихся параллельных ячеистых прослоек твердого раствора ниобия и пластин силицидной фазы. В конце кристаллизации (верх слитка) формируется структура в виде эвтектических колоний со значительной разориентацией в направлении роста, с выделениями не эвтектических фаз (включений).

Детальное исследование композиционной структуры методами оптической, электронной микроскопии показало ориентацию колоний в направлении кристаллизации, внутри колоний ячеистые прослойки (более светлые) как бы оплетают пластины силицидной фазы. Исследование состава фаз композита методами микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) показало, что ячеистые прослойки твердого раствора ниобия в большей

степени обогащены хромом, пластины силицидной фазы – титаном и гафнием. Рентгеновский анализ показал наличие в структуре следующих основных фаз: Nb-твердый раствор с решеткой ОЦК, силицид ниобия Nb_5Si_3 с гексагональной решеткой и небольшое количество HfO с кубической решеткой.

Результаты термогравиметрического анализа образцов с композиционной структурой в диапазоне температур 20-1250°C показали отсутствие тепловых эффектов, связанных со структурно-фазовыми превращениями в указанном диапазоне температур, что свидетельствует о стабильности структурно-фазового состояния композита Nb-Si при нагреве вплоть до 1350°C.

Полученные в процессе направленной кристаллизации цилиндрические заготовки композита Nb-Si были использованы для изготовления стандартных образцов, на которых проводили оценку механических свойств.

Полученные результаты свидетельствуют, что композит Nb-Si имеет достаточно высокую и близкую по уровню кратковременную прочность при 20°C и 1200°C, невысокую пластичность ($\delta^{20^\circ C} < 1\%$), имеют достаточно высокий уровень кратковременной прочности при 1350°C (82 МПа). По уровню кратковременной и длительной прочности при 1200°C естественный композит Nb-Si более чем в два раза превосходит лучшие никелевые монокристаллические жаропрочные сплавы при существенно меньшей плотности $\gamma \leq 7,4 \text{ г/см}^3$ (до $\gamma \geq 9,0 \text{ г/см}^3$).

Были проведены исследования в области получения модельных лопаток ГТД в керамических формах по выплавляемым моделям на установке УВНЭС-4 с жидкометаллическим охладителем. Для этого по опытной технологии были изготовлены стойкие к воздействию высоких температур керамические формы (на основе окиси иттрия). По разработанным режимам осуществляли направленную кристаллизацию, получили отливки модельных лопаток ГТД. Анализ микроструктуры отливки

свидетельствует, что в них сформирована естественно-композиционная структура по всей высоте в тонком и толстом сечении.

В дальнейшем можно будет приступить к разработке технологии получения лопаток неохлаждаемых для малогабаритных ГТД. Для получения более крупных рабочих лопаток I и II ступени на базе существующих конструкций ГТД, проведена модернизация опытно-промышленной установки УВНС-5 (тоже с жидкометаллическим охладителем), компьютерной системой управления.

Первые экспериментальные плавки на модернизированной установке УВНС-5 по получению заготовок захватов для высокотемпературных испытаний (до 1350°C) (ВИАМ приобрел высокотемпературную испытательную машину) показали, что удалось получить естественно-композиционную структуру в отливках $\varnothing 35$ мм и длиной $L=150$ мм, т.е. условия достаточны для получения более крупных отливок.

Заключение

1. Созданы специализированные высокотемпературные установки для направленной кристаллизации композитов на основе тугоплавких матриц – установки УВНЭС-4, УВНС-5.

2. Разработаны основы технологии, включающие в себя температурно-скоростные режимы, обеспечивающие формирование естественно-композиционной структуры в эвтектических сплавах на основе системы Nb-Si.

3. Проведено исследование особенностей полученной естественно-композиционной структуры. Установлено, что она представляет собой ориентированные в направлении кристаллизации эвтектические колонии, состоящие из параллельных ячеистых прослоек твердого раствора ниобия как бы оплетающих пластины силицида ниобия.

4. На полученных образцах по стандартной методике оценены механические свойства композита Nb-Si. Установлено, что композит имеет

близкие по уровню прочности кратковременные свойства при 20°C и 1200°C ($\sigma_B^{20^\circ\text{C}} = 520$ МПа, $\sigma_B^{1200^\circ\text{C}} = 455$ МПа). По уровню кратковременной и длительной прочности при 1200°C более чем в 2 раза превосходит никелевые монокристаллические сплавы. Композит сохраняет свойства при температурах до 1350°C.

5. Разработана опытная технология и получены модельные лопатки ГТД из композита Nb-Si.

УДК 669.018.4:621.791.9

Сварка давлением в условиях сверхпластичности – эффективный метод получения твердофазных соединений из деформируемых и интерметаллидных сплавов на основе никеля

Валитов В.А.¹, д.т.н.; Базылева О.А.², к.т.н.; Поварова К.Б.³, д.т.н.;
Аргинбаева Э.Г.², к.т.н.; Овсепян С.В.², к.т.н.; Дроздов А.А.³, к.т.н.;
Галиева Э.В.¹; Жигалова М.Ю.⁴

valitov_va@imsp.ru; lab3@viam.ru ; povarova@imet.ac.ru;
elargin@mail.ru; ovsepyan64@gmail.com; drozdov@imet.ac.ru;
galieva_elvina_v@mail.ru zhigalova_mariya_yu@mail.ru

¹ ФГБУН ИПСМ РАН, г. Уфа

² Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

³ ФГБУН ИМЕТ РАН г. Москва

⁴ ФГБОУ ВО УГАТУ, г. Уфа

Аннотация:

Представлены результаты исследования получения качественных неразъемных соединений из разнородных гетерофазных ЖНС и интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni₃Al методом сварки давлением со сдвигом.

Ключевые слова:

сварка давлением, ВКНА-25, ЭП975

1. Введение

Диски газотурбинных двигателей относятся к числу наиболее ответственных деталей, работающих в условиях воздействия высоких растягивающих, изгибных и термических напряжений (статических, повторно-статических, усталостных и др.). При этом рабочие температуры материала дисков, в особенности в зоне обода, возрастают с 650°С до 815–850°С в перспективе. Анализ работ по дисковым сплавам, проведенный в монографии Логунова А.В. [1], показал, что необходимы исследования, как в направлении создания новых более жаропрочных и легких сплавов для дисков и лопаток, так и в направлении реализации новых конструкторско-технологических решений, обеспечивающих повышение температурно-силовых параметров работы дисков, в том числе создание новых узлов, исключение массивных замковых соединений, снижение веса узлов при одновременном повышении надежности и уменьшении трудозатрат. Одним из перспективных направлений работы является получение дисков с лопатками («блисков» - blades and disks) [2].

В настоящее время Объединенная двигателестроительная корпорация (АО «ОДК») и ведущие авиадвигателестроительные предприятия интенсивно работают в направлении создания и последующего изготовления ГТД нового 5-го поколения. В этой связи важно отметить, что в последние годы, как следует из докладов, представленных на ряде научно-технических конференций, уделяется большое внимание исследованиям, которые направлены на разработку технологий изготовления биметаллических деталей ГТД, в том числе с функционально градиентными свойствами. Например, в ряде докладов руководителей ведущих авиадвигателестроительных предприятий (АО «ОДК», АО «Климов», ПАО УМПО, АО «ОДК-Авиадвигатель, ПАО «ОДК-Сатурн» и др.) и ученых из отраслевых институтов (ВИАМ, ЦИАМ и др.) на всероссийской научно-технической конференции «Авиадвигатели XXI века» (ГНЦ ФГУП «ЦИАМ

им. П.И. Баранова», 24–27 ноября 2015г. <http://www.aeroconf.ciam.ru/>) а также в докладах и решении, принятом на конференции «Современные жаропрочные деформируемые никелевые и интерметаллидные сплавы, методы их обработки» (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, 13.11.2015, <http://conf.viam.ru/conf/170/440>). было отмечено «...*После обмена мнениями по тематике конференции участники приняли решение признать:*

...– актуальность темы совершенствования жаропрочных деформируемых никелевых и интерметаллидных сплавов и технологий производства полуфабрикатов и деталей;

– с учетом полученного научно-технического задела необходимость развития и внедрения в перспективных ГТД технологий неразъемных соединений в деталях типа блиск, диск–диск, диск–вал из жаропрочных никелевых и титановых сплавов с целью повышения надежности и снижения массы роторных конструкций; ...».

Из вышеизложенного следует, что исследования, которые проводились авторами в рамках Проектов РФФИ 13-08-12200 «офи_м» и 14-08-97061 р_поволжье_a являются актуальными, отвечают современным тенденциям развития авиадвигателестроения как в России, так и за рубежом. Результаты исследований могут быть востребованы в качестве научно-технического задела, необходимого при разработке инновационных технологий изготовления деталей ГТД нового 5-го поколения.

Для изготовления биметаллических деталей широко используют различные методы сварки. Одними из наиболее перспективных методов получения неразъемных твердофазных соединений (ТФС) из жаропрочных сплавов на основе никеля и титана является диффузионная сварка и сварка давлением в условиях сверхпластичности (СП) [3–8].

В настоящей работе обобщены результаты исследований по разработке научных основ получения неразъемных ТФС из гетерофазных и интерметаллидных сплавов на основе никеля путем сварки давлением в

условиях СП применительно к биметаллическим деталям ГТД типа «блиск» и «диск-вал».

2. Материалы и методика эксперимента

Применительно к детали типа «блиск» в качестве лопаточного материала был выбран интерметаллидный сплав ВКНА-25, а в качестве дискового материала широко используемый гетерофазный жаропрочный никелевый сплав (ЖНС) ЭП975. Детальное обоснование выбора этих материалов в качестве перспективных сплавов для изготовления биметаллических деталей типа «блиск» было дано в работе [7]. В качестве предпочтительных материалов для изготовления детали типа «диск-вал» была выбрана комбинация из гетерофазных деформируемых сплавов ЭП975 (диск) и ЭК79 (вал) [8]. Из выбранных материалов были изготовлены модельные образцы, на которых были проведены эксперименты по сварке давлением в температурно-скоростных условиях СП в следующих сочетаниях ЭП975+ВКНА-25 и ЭП975+ЭК79.

В работе была применена разработанная в ИПСМ РАН в рамках выполнения проекта РФФИ №13-08-12200 оригинальная методика получения ТФС из жаропрочных никелевых сплавов путём сварки давлением (СД) в вакууме на основе использования эффекта СП труднодеформируемых гетерофазных ЖНС с ультрамелкозернистой структурой типа микродуплекс [9–12]. СД цилиндрических образцов диаметром 10÷15 мм и высотой 10÷15 мм из сплавов ВКНА-25 и ЭП975 проводили в условиях высокотемпературной СП деформации современного дискового сплава ЭП975 (1125° , 10^{-4}с^{-1}). Сварку давлением осуществляли на установке для высокотемпературной сварки давлением (УВСД-1), включающей высокотемпературную печь, бойки из интерметаллидного сплава типа ВКНА, систему охлаждения датчика нагрузки испытательной машины, закрепленной на испытательной машине *Shenck Trebel* типа *RMS100*. УВСД-1 позволяет осуществлять пластическую деформацию образцов, в том числе совместную,

из ЖНС и интерметаллидных сплавов типа ВКНА-моно в изотермических условиях при температурах вплоть до 1250°C в вакууме. Для сварки давлением предварительно подготовленные образцы пар «ЭП975+ВКНА-25» помещали в герметичный контейнер из нержавеющей стали, в котором был создан вакуум не менее ($2 \cdot 10^{-3}$ Па). Сварку давлением образцов пар «ЭП975+ВКНА-25» осуществляли по схеме одноосного сжатия. Было проведено конечно-элементное моделирование пластического течения материала при сварке давлением двух- и трехэлементных образцов из разнородных деформируемого (ЭП975) и литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 в температурно-скоростных условиях СП деформации сплава ЭП975. Моделирование представлено в двумерной постановке (плоское деформированное состояние) [13, 14].

Для сварки давлением модельных образцов, имитирующих биметаллическую деталь «диск-вал» была использована другая схема деформации, при которой имела место сдвиговая деформация в зоне твердофазного соединения [15]. Было проведено моделирование сварки давлением со сдвигом для образцов, общий вид которых приведен на рис. 1. «Вал» представлял собой цилиндр диаметром 11 мм и высотой 18 мм, сопряженный с усеченным конусом высотой 12 мм, в котором угол между нижним основанием и образующей составлял 3°. Отверстие в «диске» имело сужение в диаметре с 11 мм до 9,8 мм. Угол наклона внутренней стенки составлял 3°. Общая высота диска – 15 мм. Расчет проводили для 1/2 образцов в двумерной постановке (осесимметричная задача) с помощью пакета прикладных программ DEFORM-2D. Конечно-элементная модель приведена на рис. 2. Линия АВ являлась осью симметрии модели. Для проведения сварки, «диск» устанавливался на неподвижную траверсу (BC) и в отверстие «диска» полностью помещалась коническая часть «вала». Посредством задания перемещения на подвижную траверсу (AB), осуществлялось внедрение «вала» в «диск». Деформируемые тела разбивали

на двадцатиузловые изопараметрические конечные элементы с квадратичной аппроксимацией поля перемещений.

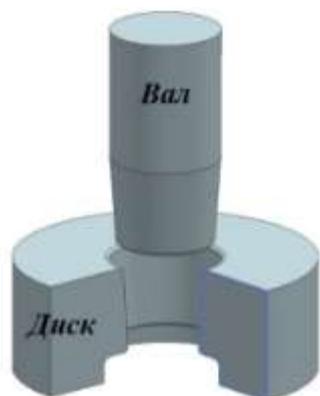


Рис. 1. Общий вид образцов, имитирующих детали газотурбинного двигателя «диск» и «вал». «Диск» дан в разрезе



Рис. 2. Конечно-элементная модель детали «диск-вал». Линия АВ является осью симметрии. Перемещение задается через траверсу, обозначенную как АД. Траверса ВС неподвижна

Количество элементов «диска» – 2570, «вала» – 3000. Скорость перемещения траверсы составляла 10^{-5} с^{-1} . Величина перемещения траверсы – 1, 2 и 3 мм. Сварка проводилась в изотермических условиях при температуре 1100°C .

В качестве материала для «диска» и «вала» были выбраны деформируемые ЖНС ЭП975 и ЭК79 с предварительно подготовленной ультрамелкозернистой структурой.

Также было проведено физическое моделирование процесса сварки давлением сплавов в сочетании ЭП975+ЭК79 с размерами образцов, которые использовались при конечно-элементном моделировании.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

3.1. Твердофазная сварка сплавов в сочетании ЭП975+ВКНА-25.

Анализ температурной зависимости напряжения течения сплава ЭП975 и монокристаллов сплавов серии ВКНА (рис. 3) показал, что при 1125°C

напряжение течения сплава ЭП975 в ~ 7 раз меньше $\sigma_{0,2}$ сплавов серии ВКНА, для которых значения $\sigma_{0,2}$ при температурах выше 1100°C практически одинаковы. Это означает, что при СД практически вся деформация будет локализоваться в никелевом деформируемом сплаве [16].

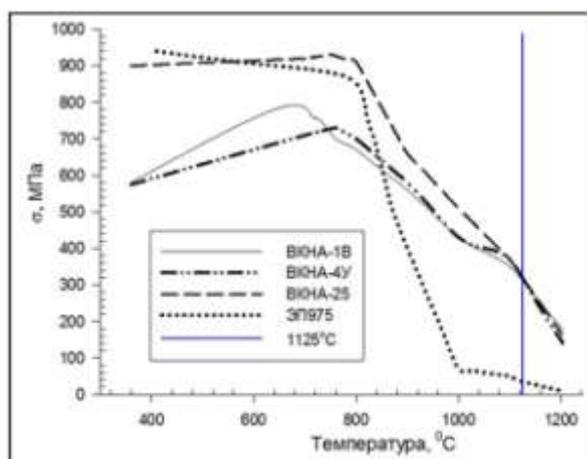


Рис. 3 – Зависимости напряжения течения сплава ЭП975 и предела текучести интерметаллидных сплавов серии ВКНА от температуры

Степень деформации сплавов ЭП975 и ВКНА-25 составляла $\epsilon \sim 30\%$ и $\epsilon \sim 0,2\%$ соответственно, продолжительность процесса СД – 53 мин. Удельное усилие P не превышало 50 МПа.

Как было показано в работах [7, 17, 18], при сварке давлением в условиях СП сплава ЭП975 в зоне сварного соединения образуются градиентные структуры, строение которых определяется природой свариваемых материалов и условиями СД. На рис. 4 приведены микроструктуры соединяемых сплавов ЭП975 и ВКНА-25 в исходном состоянии перед СД. На рис. 5 приведены микроструктуры в зоне ТФС сплавов ЭП975 и ВКНА-25 после сварки давлением и термической обработки. На рис.6 показано распределение элементов вблизи зоны ТФС как после СД, так и после термической обработки.

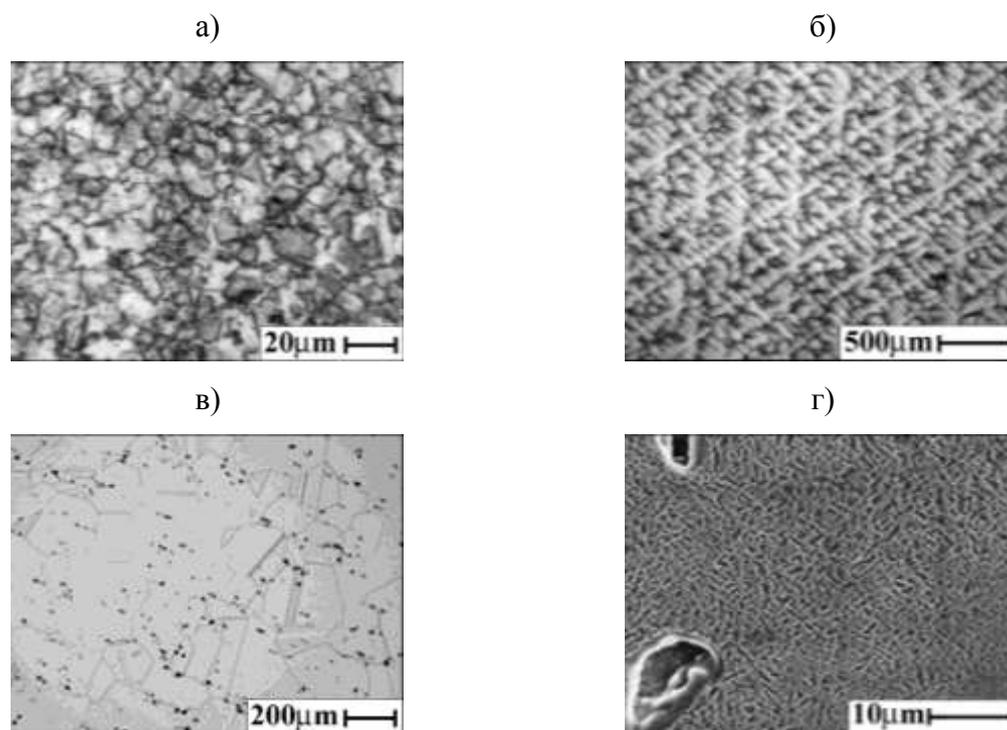


Рис. 4 – Микроструктура сплавов ЭП975 (а) и ВКНА-25(б, г) в исходном состоянии; в – микроструктура сплава ЭП975 после термической обработки

По результатам проведенных исследований установлено, твердофазная сварка дискового никелевого сплава и лопаточных интерметаллидных сплавов в условиях высокотемпературной СП происходит диффузионным путем с образованием γ -твердого раствора на основе Ni, который обеднен Al по отношению к обоим сплавам. В результате этого со стороны $(\gamma+\gamma')$ никелевого сплава, как было отмечено в работе [7] исчезают избыточные включения γ' фазы. Со стороны монокристаллического интерметаллидного сплава формируется широкий диффузионный слой в области двухфазных $(\gamma'+\gamma)$ дендритов: вначале утолщаются прослойки γ фазы и увеличивается их объемная доля, затем исчезают участки γ' -матрицы между γ прослойками. Диффузионный γ -слой, который формируется там, где с ЭП975 контактируют крупные первичные включения γ' -фазы, тоньше, чем в зоне контакта дендритов. Диффузионный γ -слой со стороны монокристаллического сплава содержит большее количество алюминия, чем слой со стороны

никелевого сплава. Также было показано, что получение ТФС в режиме высокотемпературной СП дискового сплава и последующий отжиг при температуре 0,9 Тпл интерметаллидного сплава не приводят к микроструктурным изменениям, которые могли бы ухудшить жаропрочность обоих соединяемых сплавов.

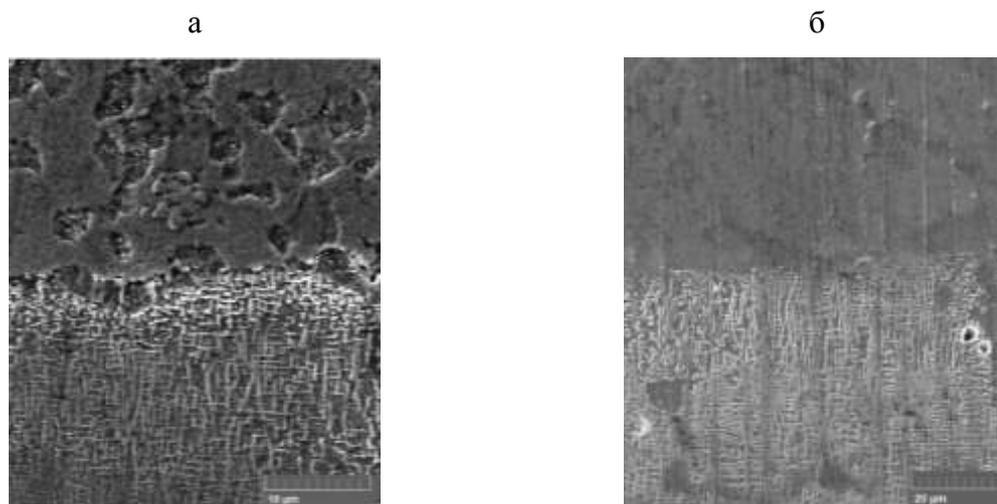


Рис. 5 – Микроструктуры зоны ТФС сплавов ЭП975 и ВКНА-25 после сварки давлением (а) и термической обработки (б)

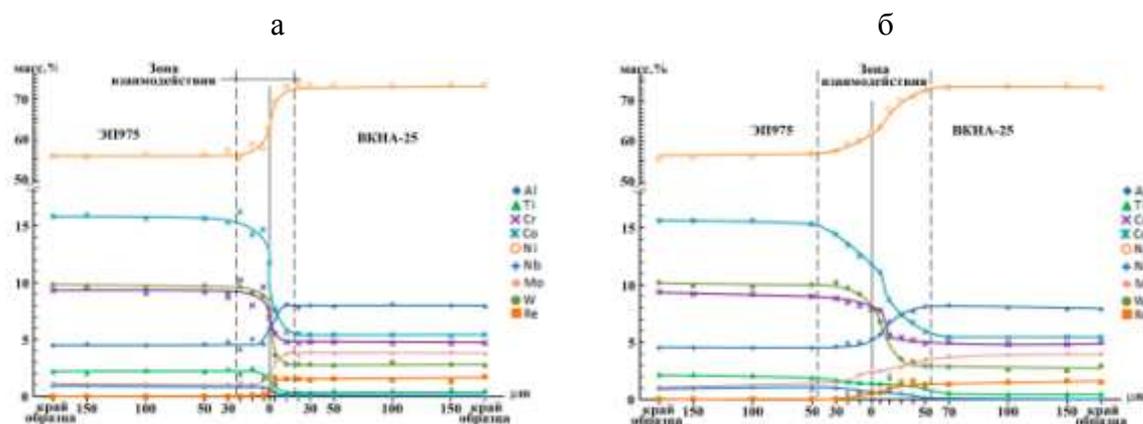


Рис. 6 – Распределение элементов вблизи зоны ТФС после СД (а) и после термической обработки (б)

Результаты исследования прочности ТФС дискового сплава ЭП975 с монокристалльным лопаточным сплавом ВКНА-25, приведенные в итоговом отчете по проекту РФФИ №13-08-12200 а также в работе [18], показали, что

как после сварки давлением, так и после термической обработки прочность сварного соединения ЭП975+ВКНА-25 составляет не менее 0,7 прочности сплава ВКНА-25 в исходном состоянии.

Моделирование пластического течения при формировании ТФС в процессе сварки давлением. Было проведено конечно-элементное моделирование пластического течения материала при сварке давлением фрагмента детали, имитирующего замковое соединение литого лопаточного интерметаллидного сплава типа ВКНА с деформируемым сверхпластичным дисковым сплавом типа ЭП975[13]. Более детально результаты представлены авторами в работе [19], в которой рассмотрено несколько вариантов соединения разнородных никелевых сплавов в замковой части биметаллической детали типа блиск, один из которых приведен на рис. 7.

Таким образом, показано, что сварка давлением в условиях сверхпластичности дискового дисперсионно-твердеющего никелевого сплава является эффективным методом получения неразъемных соединений с лопаточными сплавами на основе интерметаллида Ni_3Al , что актуально при изготовлении деталей, например, типа «Блиск».

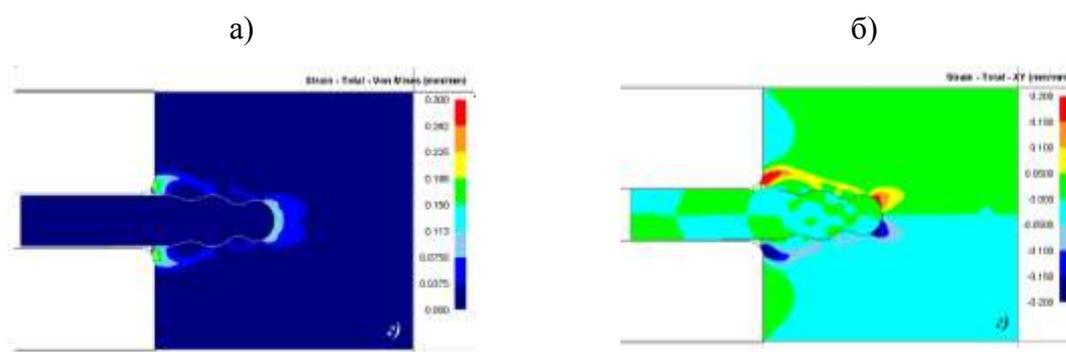


Рис. 7 – Распределение интенсивности деформации (а) и сдвиговой деформации (б) для выбранного варианта соединения интерметаллидного сплава типа ВКНА с дисковым сплавом ЭП975 в замковой части биметаллической детали типа блиск

3.2. Твердофазная сварка гетерофазных никелевых сплавов в сочетании ЭП975+ЭК79

При анализе результатов моделирования рассматривалось распределение сдвиговых компонент деформации, поскольку нормальные

компоненты деформации слабо влияют на качество сварного соединения. Результаты моделирования в виде картин сдвиговой деформации представлены на рис. 8. Данные приведены для величин перемещения траверсы 1, 2 и 3 мм, что составляет, соответственно, 8, 17 и 25% от высоты конической части «вала», которая находится непосредственно в контакте с «диском» (рис. 2).

Степень деформации в зоне контакта «вала» и «диска» распределена достаточно равномерно и находится в диапазоне 1–2% для перемещения траверсы на 1 мм, 3–4% для перемещения на 2 мм и 4–6% для перемещения на 3 мм. Картины распределения сдвиговых деформаций (рис. 8) показывают их равномерное распределение в зоне контакта и лежат в диапазоне 0,75–1,5% для перемещения траверсы на 1мм, 1,5–3% для перемещения на 2 мм и 2,3–3% для перемещения на 3 мм.

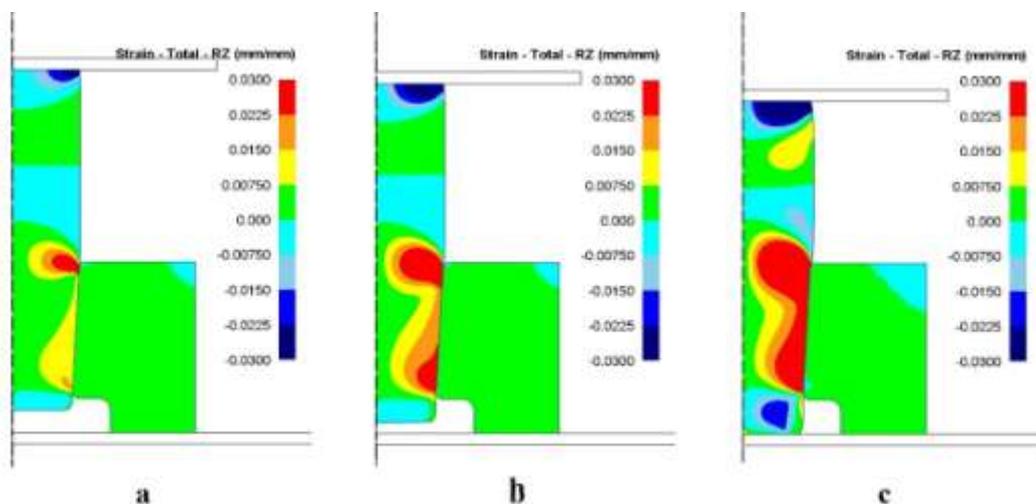


Рис. 8 – Распределение сдвиговой деформации для величин перемещения траверсы: а) 1 мм, б) 2 мм, в) 3 мм.

Таким образом, даже при небольшой деформации самого «вала», можно достичь достаточной деформации в зоне контакта «вала» и «диска».

Как показали результаты физического эксперимента, приведенные в следующем разделе, перемещение траверсы на 1 мм, для которого значения

степени деформации и сдвиговых деформаций в зоне контакта «вала» и «диска» достигают 1–2%, является достаточным для получения качественного ТФС, благодаря отсутствию пор и выделений избыточных фаз, что было показано при исследовании микроструктуры сварных образцов с использованием метода сканирующей электронной микроскопии.

Физическое моделирование. Был проведен физический эксперимент по сварке давлением со сдвигом образцов из сплавов ЭП975 и ЭК79, имитирующих поведение диска и вала, соответственно (рис. 9, 10). Скорость деформации составляла 10^{-5} с^{-1} . Температура сварки – 1100°C. Величина перемещения траверсы – 1 мм.

При металлографическом анализе зоны ТФС диск-вал обнаружено неравномерное распределение пористости вдоль конической части вала. В периферийных зонах ТФС диска с валом то есть, зон вблизи верхнего и нижнего оснований диска (рис. 9 а, поз. 1, 3), относительная протяженность пор составляет не более 15%. В центральной зоне (рис. 9а, поз 2), соответствующей половине высоты конической части вала, относительная протяженность пор составляет не более 2%. При микро-рентгеноспектральном анализе установлено, что в зоне ТФС наблюдается монотонное изменение состава легирующих элементов (рис. 10).

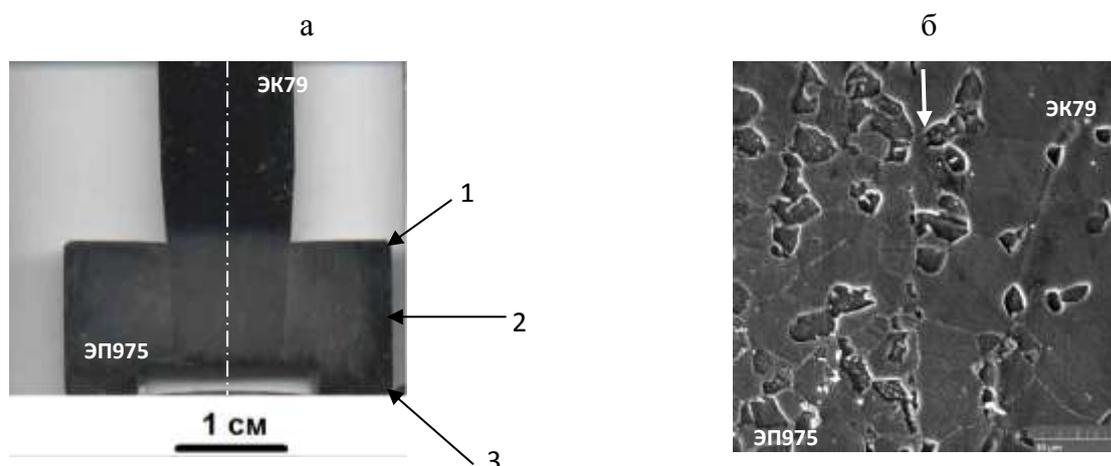


Рис. 9 – Результаты физического моделирования. Образцы после сварки давлением: а) общий вид; б) структура в зоне твердофазного соединения

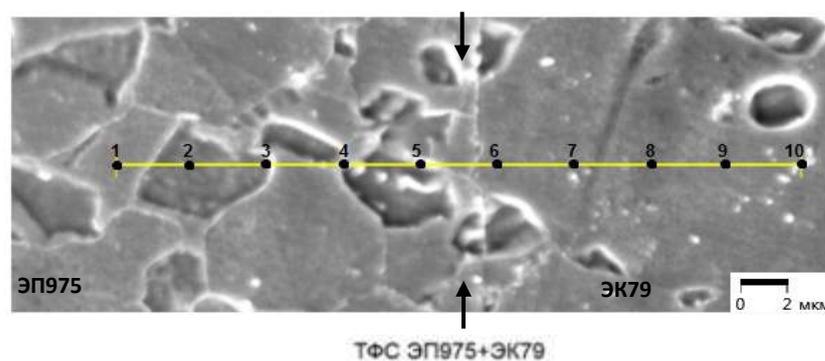


Рис. 10 – Микрорентгеноспектральный анализ зоны соединения в сочетании ЭП975+ЭК79

По результатам измерения микротвердости обнаружено, что ее величина в зоне соединения равна значению микротвердости соединяемых материалов, в пределах погрешности (рис. 11).

По всей видимости, формированию твердофазного соединения из разноименных никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 благоприятствуют не только температурно-скоростные условия сверхпластической деформации соединяемых материалов, но и сдвиговая деформация, которая по данным конечно-элементного моделирования составляет 8,3%, возникающая вследствие осевого смещения «вала» относительно «диска». При этом, важно отметить, что в процессе сдвиговой деформации возможно механическое разрушение оксидной пленки на контактных поверхностях соединяемых материалов и образование ювенильных поверхностей, что, как показано в работе [16], необходимо для формирования неразъемного беспористого твердофазного соединения.

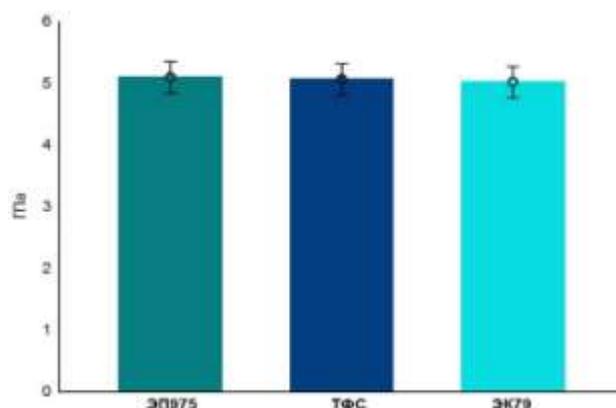


Рис. 11 – Микротвердость зоны ТФС ЭК79+ЭП975

Таким образом, для получения неразъемного соединения типа «диск-вал» из жаропрочных никелевых сплавов ЭП975 и ЭК79 предложен метод, комбинирующий сварку давлением со сдвигом, путем внедрения клиновидного вала в диск. Данный метод обеспечивает сдвиговую деформацию на контактной поверхности, что улучшает условия для создания физического контакта двух свариваемых деталей. С помощью компьютерного моделирования установлено, что степень деформации и сдвиговые деформации в зоне контакта «вала» и «диска» распределены достаточно равномерно и находятся в интервале 2–6% и 1,5–3%, соответственно, при осевом смещении «вала» относительно «диска» на 8,3–

25% от значений высоты конической части «вала». На основе результатов физического моделирования показано, что при осевом смещении «вала» относительно «диска» на 8,3% от высоты конической части «вала», обеспечивается формирование беспористого твердофазного соединения с отсутствием выделений избыточных фаз.

Заключение

Их вышеприведенных результатов следует, что СД в условиях СП является эффективным методом получения качественных неразъемных соединений из разнородных гетерофазных ЖНС и интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni_3Al , что актуально при изготовлении биметаллических деталей типа «блиск» и «диск-вал».

Следует отметить, что метод сварки давлением со сдвигом, разработанный на примере получения ТФС из деформируемых сплавов ЭК79 и ЭП975, по-видимому, может быть весьма эффективным для получения ТФС из монокристалльного сплава ВКНА-25 с деформируемым сплавом ЭП975. Поэтому представляется весьма актуальным проведение в дальнейшем исследований, направленных на установление закономерностей влияния условий сварки давлением со сдвигом на формирование ТФС из разнородных сплавов ЭП975 и ВКНА и оценка их прочности как после СД, так и после термической обработки.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов 13-08-12200 «офи_м» и 14-08-97061 р_поволжье_a

Литература

1. Логунов А.В., Шмотин Ю.Н. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин. М., ООО «Наука и технология». 2013. 256 с.

2. Магеррамова, Л.А. Применение биметаллических блисков, изготавливаемых методом ГИП из гранулируемых и литейных никелевых суперсплавов, для увеличения надежности и ресурса газовых турбин. // Вестн. УГАТУ. 2011. Т.15. №4 (44). С. 33–38

3. Люшинский А.В. Соединение деталей из жаропрочных сплавов диффузионной сваркой (часть 1) Сварочное производство// 2016. № 7. С. 17–22.

4. Люшинский А.В. соединение деталей из жаропрочных сплавов диффузионной сваркой (часть 2) Сварочное производство// 2016. № 8. С. 38–42.

5. Валитов В.А., Лутфуллин Р.Я., Мухтаров Ш.Х., Мухаметрахимов М.Х.. Сварка давлением в состоянии сверхпластической деформации никелевого сплава Inconel 718 // Перспективные материалы.- 2004.-№6.- С. 78–83.

6. Лутфуллин Р.Я. Сверхпластичность и твердофазное соединение наноструктурированных материалов. Часть 1. Влияние размера зерна на твердофазную свариваемость сверхпластичных сплавов // Письма о материалах. 2011. Т. I. № 1. С. 59–64.

7. Поварова К.Б., Валитов В.А., Овсепян С.В., Дроздов А.А., Базылева О.А., Валитова Э.В. Изучение свойств и выбор сплавов для дисков с лопатками («Блисков») и способа их соединения. – Металлы. – 2014. -№5. – С. 61–70.

8. Валитов В.А., Ахунова А.Х., Галиева Э.В., Дмитриев С.В., Лутфуллин Р.Я., Жигалова М.Ю. Твердофазная сварка разнородных деформируемых сплавов на основе никеля в условиях сверхпластичности// Письма о материалах 2017, т. 7, вып. 2. С. 180–185.

9. Valitov V.A., Kaibyshev O.A., Mukhtarov Sh.Kh., Bewlay B.P., Gigliotti M.F.X. Low Temperature And High Strain Rate Superplasticity Of Nickel Base Alloys Materials Science Forum. 2001. Т. 357-359. С. 417–424.

10. Valitov V.A. Nickel Alloys Structure and Properties Control by Deformation-Thermal Treatment in Solid State Advanced Materials & Technologies. 2016. No. 3. pp.21–31.

11. Валитов В.А. Сверхпластичность жаропрочных никелевых сплавов с микро-, субмикро- и нанокристаллической структурой и перспективы ее использования для получения сложнопрофильных деталей // Тяжелое машиностроение.- 2007.- №4.- С.23–28.

12. Валитов В.А., Мулюков Р.Р., Ломберг Б.С., Оспенникова О.Г., Овсепян С.В., Утяшев Ф.З., Бубнов М.В. Влияние сверхпластической деформации и термической обработки на структуру и свойства дисков ГТД из гетерофазных никелевых сплавов // В сб. трудов Всероссийской конференции «Современные жаропрочные деформируемые никелевые и интерметаллидные сплавы, методы их обработки» (13 ноября 2015 года, ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ г. Москва, ул. Радио, д. 17, Россия). Статья в электронном сборнике, 11 стр.

13. Ахунова А.Х., Галиева Э.В., Поварова К.Б., Базылева О.А., Валитов В.А., Дмитриев С.В., Дроздов А.А., Аргинбаева Э.Г. Моделирование сварки давлением разнородных литых и деформируемых сплавов на основе никеля в условиях объёмного пластического течения // Фундаментальные проблемы современного материаловедения 2016. Т. 13. № 1. С. 131–135.

14. Galieva E.V., Valitov. V. A., Lutfullin R. Ya., Dmitriev S.V., Akhunova A. Kh., Mukhametrakhimov M. Kh. Experimental and simulation modelling Nickel-based alloy pressure welding// Materials Science Forum 838-839 (2016) pp 350-354 - Accepted: 2015-06-17. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.838-839.350.

15. Валитов В.А., Ахунова А.Х., Галиева Э.В., Дмитриев С.В., Лутфуллин Р.Я., Жигалова М.Ю. Твердофазная сварка разнородных деформируемых сплавов на основе никеля в условиях сверхпластичности//Письма о материалах 2017, т. 7, вып. 2. С. 180–185.

16. Патент № 2608118 Способ изготовления биметаллического изделия. Валитов В.А., Мулюков Р.Р., Оспенникова О.Г., Поварова К.Б., Базылева О.А., Галиева Э.В., Лутфуллин Р.Я., Овсепян С.В., Дмитриев С.В., Ахунова А.Х., Дроздов А.А., Мухаметрахимов М.Х. Опубликовано 13.01.2017, бюл. 2.

17. Дроздов А.А., Валитов В.А., Поварова К.Б., Базылева О.А., Галиева Э.В., Овсепян С.В. Формирование твердофазных соединений жаропрочного дискового никелевого сплава с ультрамелкозернистой структурой и монокристалльного лопаточного сплава на основе Ni_3Al // Письма о Материалах. 2015. №5(2), С. 142–146.

18. Valitov. V.A., Povarova K.B., Bazyleva O.A., Drozdov A.A., Ovsepyan S.V., Galieva E.V. Reseach of solid compound formation during thermal deformation effect on intermetallic Ni_3Al -alloy with a heat-resistant alloy EP975 and influence on the physical, mechanical and performance properties// Materials Science Forum 838-839 (2016) pp 523–527

19. Akhunova A.Kh., Valitova E.V., Dmitriev S.V., Valitov V.A., Lutful-lin R.Ya. Mathematical modelling of the effect of the surface relief of specimens on the localization of plastic deformation in the pressure welding zone, Welding International, (2016) Vol . 30, No . 6, 488–491.

УДК 669.245

Комплексное исследование высокожаропрочных никелевых сплавов, выплавленных с использованием до 100% отходов, с целью обеспечения ультравысокой чистоты по вредным примесям и повышения эксплуатационных характеристик

Сидоров В.В.¹, д.т.н.; Ригин В.Е.¹, к.т.н.;

Горюнов А.В.¹

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Разработана ресурсосберегающая технология переработки 100% литейных отходов никелевых жаропрочных сплавов, обеспечивающая качество литых прутковых заготовок по содержанию примесей, газов и механическим свойствам в соответствии с требованиями технических условий на сплавы.

Ключевые слова:

жаропрочный никелевый сплав, отходы, пенокерамический фильтр, высокотемпературное рафинирование, вредные примеси, расплав.

Проведено исследование высокожаропрочных никелевых сплавов, выплавленных по технологии ФГУП «ВИАМ» с применением до 100 % отходов. Показано, что применение высокотемпературного рафинирования и фильтрации расплава через пенокерамический фильтр, а также введение щелочноземельных и редкоземельных металлов, позволяют понизить

содержание вредных примесей и газов; механические характеристики жаропрочных никелевых сплавов, выплавленных с применением до 100 % отходов, соответствуют требованиям ТУ на сплавы. Рассмотрен научно-производственный комплекс по производству литых прутковых заготовок из жаропрочных никелевых сплавов.

При производстве рабочих и сопловых лопаток газотурбинных двигателей (ГТД) и газотурбинных установок (ГТУ) из жаропрочных никелевых сплавов на моторостроительных заводах образуется значительное количество отходов как кондиционных в виде литниковых чаш, питателей, коллекторов, забракованных деталей, так и некондиционных в виде гарнисажа с плавильного тигля, скрапины, сплёсов и корольков металла, образующихся при отливке деталей, а также в виде стружки, образующейся после механической обработки отлитых деталей (рис. 1, 2) [1].



Рис. 1 – Кондиционные отходы литейных жаропрочных сплавов



Рис. 2 – Некондиционные отходы литейных жаропрочных сплавов:
а) гарнисаж с тигля после плавки; б) стружка после механической обработки;
в) сплесы и корольки после разливки; г) лопатки, отработавшие свой ресурс

В связи с необходимостью проведения ряда технологических операций при получении деталей ГТД (рабочие и сопловые лопатки, створки сопла и др.), при которых металл многократно подвергается высокотемпературному окислению, взаимодействует с керамикой тигля и литейной формы, реагирует с агрессивными средами, отходы загрязнены посторонними вредными примесями (серой, кремнием, натрием, калием, свинцом, оловом и др.) и газами (кислородом и азотом) в виде оксидных и нитридных неметаллических включений [2, 3].

Для нахождения технологических путей очистки расплава от примесей было проведено исследование по изучению влияния температуры расплава на состав газовой фазы при плавке в вакууме литейных отходов сплава ВЖЛ12У-ВИ с неметаллическими включениями, содержащими натрий и калий. Заготовки были вырезаны из замков лопаток без дефектов и забракованных при ЛЮМ контроле по дефекту «сыпь».

Исследование проводили на экспериментальной масс-спектрометрической установке совместно с д.т.н. В.Т. Бурцевым (ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова). Металл расплавляли под вакуумом 2,5–5,0 Па и осуществляли нагрев до температуры 1380, 1560 и 1660°С с выдержкой при каждой температуре для непрерывной фиксации парциальных давлений газов, выделяющихся из расплава. Давление во время выдержки составляло соответственно 66, 133 и 330–400 Па. Всего было проведено 17 плавов, из которых 6 – с шихтой, в которой при ЛЮМ контроле не были обнаружены дефекты и 11 плавов – с шихтой с дефектом «сыпь».

На рис. 3 представлен фрагмент масс-спектрограммы одной из проведенных плавов сплава ВЖЛ12У-ВИ с дефектом «сыпь». Масс-спектры газов снимали в диапазоне масс от 12 до 202. Анализ рис. 3 показал, что газовая фаза состоит из обычных компонентов: окиси углерода (28 масса), незначительных количеств азота и двуокиси углерода, а также содержит 130, 155 и 185 массы, которые появляются только при повышении температуры расплава до 1560°С и выше. Эти три массы фиксировались достоверно на всех плавках с использованием шихты с дефектами, тогда как на плавках шихты без дефектов они не были выявлены.

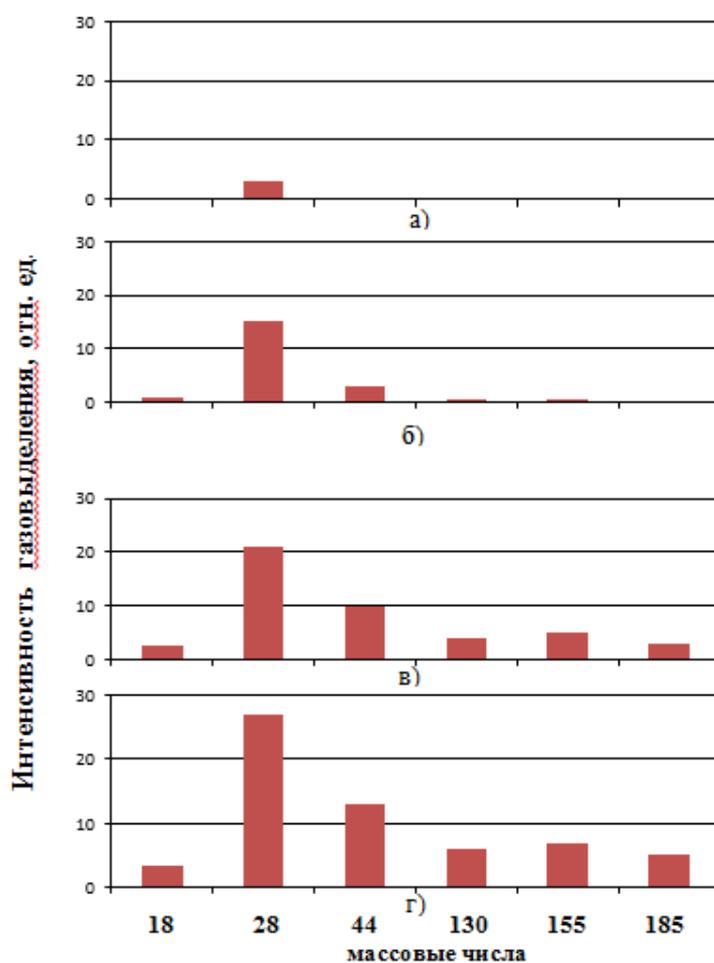


Рис. 3 – Фрагмент масс-спектрограммы газов, полученной при плавке литейных отходов сплава ВЖЛ12У-ВИ с дефектом «сыпь»: а) фоновый спектр; б) при температуре металла 1380°C; в) при температуре металла 1560°C; г) при температуре металла 1660°C

Из справочных данных [4] были выбраны вещества, которые могут существовать в газовой и конденсированной фазе и масса которых близки к указанным выше. Наиболее вероятным является испарение следующих термодинамически прочных, но легкоплавких веществ:

- в интервале массы 130 – Na_2SiO_3 ($T_{\text{пл}}=1088^\circ\text{C}$);
- в интервале массы 155 – $\text{K}[\text{AlSiO}_4]$ ($T_{\text{пл}}=1200^\circ\text{C}$);
- в интервале массы 185 – $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ или $\text{K}[\text{AlSi}_2\text{O}_6]$ ($T_{\text{пл}}=1200$ и 875°C соответственно).

Из представленного рис. 3 видно, что с повышением температуры с 1560 до 1660°C интенсивность газовыделения 130, 155 и 185 масс возрастает, что свидетельствует о более полном удалении примесей натрия и калия из

расплава. Возрастает также интенсивность газовыделения CO (28 масса), что свидетельствует о более полном удалении кислорода из расплава.

На рис. 4 представлен фрагмент масс-спектрограммы одной из проведенных плавок сплава ВЖЛ12У-ВИ без дефекта. При рассмотрении рис. 4 видно, что газовыделение 130, 155 и 185 масс., содержащих предположительно примеси калия и натрия, не происходит, а интенсивность газовыделения CO (28 масса) в несколько раз меньше, чем у сплава с дефектом «сыпь» (рис. 3).

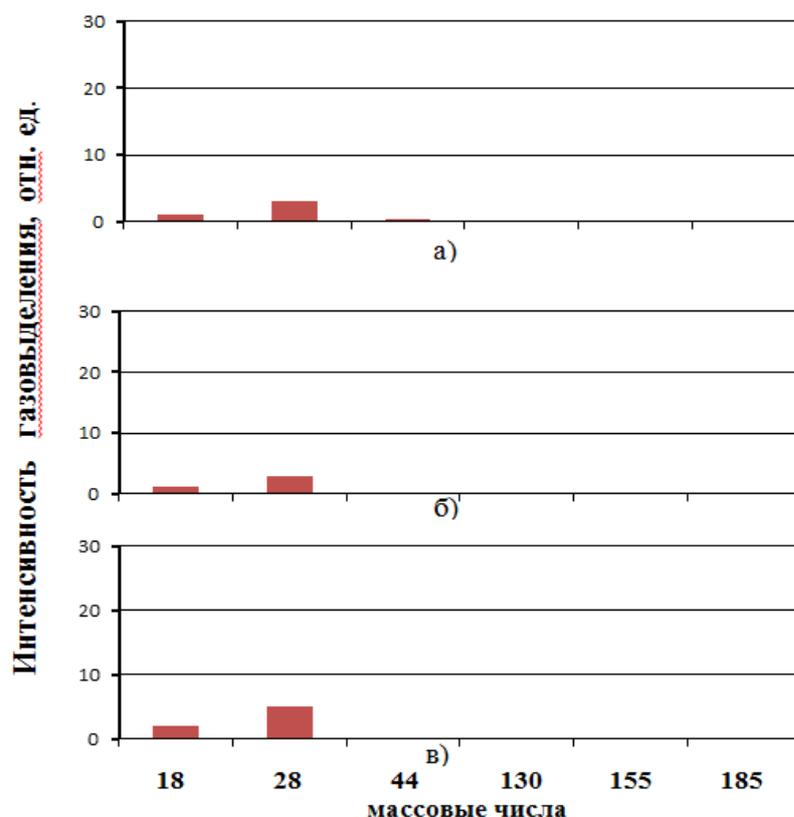


Рис. 4 – Фрагмент масс-спектрограммы газов, полученная при плавке литейных отходов сплава ВЖЛ12У-ВИ без дефекта: а) фоновый спектр; б) при температуре металла 1380°C; в) при температуре металла 1660°C

По результатам проведенного исследования можно сделать вывод, что эффективное рафинирование литейных отходов от вредных примесей следует проводить в условиях вакуума при повышенных температурах расплава (1660 °C и выше).

Одним из эффективных способов очистки металла от вредных примесных элементов является введение щелочноземельных (ЩЗМ) и

редкоземельных металлов (РЗМ) при плавке и фильтрация расплава при разливке. Известно, что использование фильтров, в особенности пенокерамики, в процессе разливки жаропрочных сплавов позволяет эффективно очищать расплав от шлаковых и неметаллических включений (НВ) – оксидов, нитридов, сульфидов, фосфидов и др., которые образуются в расплаве после введения ШЦЗМ и РЗМ [5–7].

В качестве шихты использовали 100% отходов сплава ВЖМ4-ВИ, состоящих из отходов собственного производства и отходов литейного производства (литники, литниковые чаши).

В процессе плавки отбирали пробу жидкого металла перед фильтрацией и анализировали залитую заготовку (слиток) после фильтрации.

Была проведена оценка загрязнённости НВ сплава после применения пенокерамического фильтра в процессе разливки, при этом определяли суммарную загрязнённость поверхности шлифа частицами интенсивного тёмного цвета (оксиды, силикаты, фосфиды, кальциды) [8].

НВ оценивали по трём параметрам:

- по суммарной площади, занимаемой НВ на каждом из восьми полей изображений – в процентах от площади изображения.
- по плотности НВ – количество частиц на единицу площади (1 мм^2);
- по длине единичных включений в мкм.

По результатам количественного анализа НВ было установлено, что наибольшее количество НВ – в слитке, который не подвергался фильтрации (0,036–0,111%), а после фильтрации в слитке количество НВ существенно ниже и колеблется в среднем в пределах от 0,005 до 0,022 %. Кроме того, после фильтрации расплава, как правило, уменьшается размер НВ. Особенно значимое изменение – по максимальной длине включений: после фильтрации максимальный размер включения не превышает 11 мкм, в то время как до фильтрации встречались НВ длиной до 95 мкм.

За счёт фильтрации в металле в 2–2,5 раза понизились содержания серы и кислорода: серы с 0,0006 до 0,0003%, кислорода с 0,0020 до 0,0008% (таблица 1).

Таблица 1

Влияние фильтрации на содержание вредных примесей в сплаве ВЖМ4-ВИ, выплавленном с использованием 100% отходов

Разливка	Отбор пробы	Содержание примесей, %					
		C	S	O ₂	N ₂	P	Si
Без фильтра	Перед сливом	0,0071	0,0006	0,0017	0,0004	0,0032	<0,05
	Из слитка без фильтрации	0,0072	0,0007	0,0019	0,0003	0,0023	
С применением фильтра	Перед сливом	0,0053	0,0006	0,0020	0,0003	0,0033	<0,05
	Из слитка после фильтрации	0,0049	0,0003	0,0008	0,0004	0,0031	

Эффективность применения фильтрации расплава через пенокерамический фильтр показана на рис. 5.

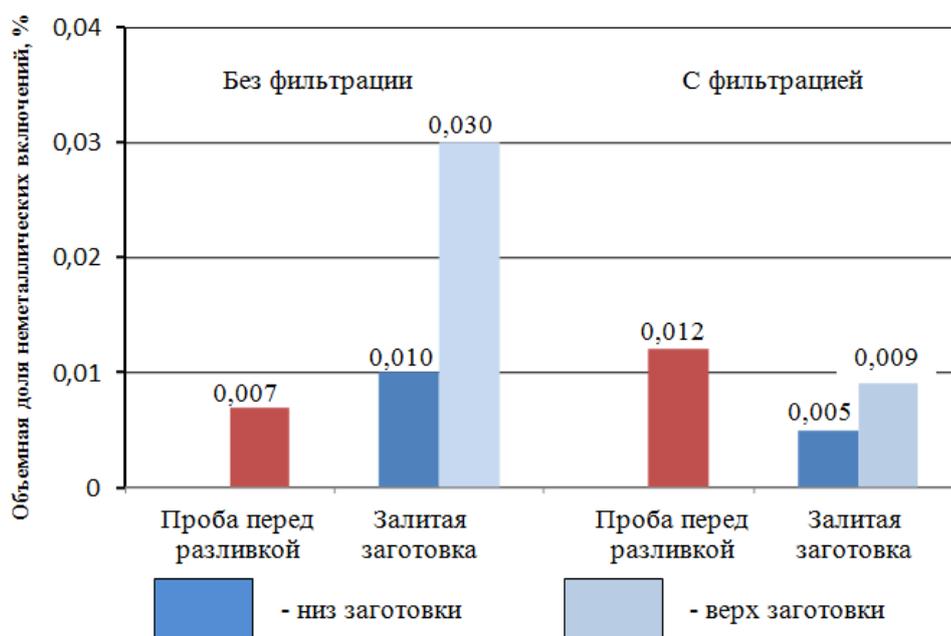


Рис. 5 – Эффективность фильтрации сплава ВЖМ4-ВИ через пенокерамический фильтр

Видно, что перед разливкой объёмная доля НВ в металле низкая и составляет 0,007–0,012%. Однако, если расплав залили в заготовку без

применения фильтра, то объёмная доля НВ в металле возросла как в нижней, так и в верхней части заготовки. Если же расплав залили в заготовку через фильтр, в этом случае объёмная доля НВ в обоих случаях понизилась.

Наряду с литейными отходами моторостроительных предприятий ежегодно на заводах по ремонту ГТД и ГТУ скапливается большое количество отходов в виде лопаток из жаропрочных сплавов, которые отработали свой ресурс и уже не пригодны для дальнейшего использования в двигателях. Поскольку лопатки длительное время работали в продуктах сгорания топлива, материал лопаток в процессе эксплуатации загрязняется вредными примесями из топлива, такими как примеси цветных металлов, сера, фосфор и др.

Поскольку образующиеся на моторостроительных и ремонтных заводах отходы загрязнены вредными примесями и неметаллическими включениями, то их применение при выплавке жаропрочных сплавов ограничено.

Учитывая высокую стоимость литейных жаропрочных сплавов, содержащих дорогостоящие металлы, необходимо было решить задачу рациональной и комплексной переработки всех видов отходов.

Используя новейшие достижения в области вакуумной металлургии жаропрочных никелевых сплавов и результаты научно-исследовательских работ во ФГУП «ВИАМ» была разработана ресурсосберегающая технология рафинирующего переплава в вакуумных индукционных печах всех видов образующихся отходов, которая позволяет из 100 % отходов получать сплавы, полностью отвечающие по чистоте и свойствам требованиям действующих технических условий (ТУ) и не уступающие сплавам, изготовленным из свежих шихтовых материалов (таблица 2, где приведены типичные значения содержания газов и свойства сплавов) [9].

Таблица 2

Качество литых прутковых заготовок никелевых жаропрочных сплавов, изготовленных с использованием 100% литейных отходов

Марка сплава	Технология выплавки	Содержание газов, % масс.		Длительная прочность			Кратковременные свойства при 20°C		
		O ₂	N ₂	T, °C	σ, МПа	τ, час	σ _в , МПа	δ, %	ψ, %
ЖС6У-ВИ	100% рафинированных отходов	0,0017	0,0013	975	230	80	1060	6,5	–
	ТУ 1-92-177-91	≤0,003	≤0,003			≥40			
ЖС26-ВИ	100% рафинированных отходов	0,0012	0,001	975	260	58	–	–	–
	ТУ 1-92-177-91	≤0,002	≤0,002			≥40			
ЖС32-ВИ	100% рафинированных отходов	0,0009	0,0007	975	300	79	–	–	–
	ТУ 1-92-177-91	≤0,002	≤0,002			≥40			
ВЖМ4-ВИ	100% рафинированных отходов	0,0005	0,0002	1000	300	93	–	–	–
	ТУ 1-595-1-948-2006	≤0,001	≤0,001			≥80			

При проведении входного контроля партий литейных отходов, поступающих с моторостроительных заводов, часто обнаруживается, что по некоторым легирующим элементам имеются значительные отклонения от оптимального состава сплава. Это связано с тем, что на моторостроительных заводах отходы при отливке деталей многократно подшихтовываются в количестве 50% (для рабочих лопаток) и 80% (для сопловых лопаток) от массы плавки к свежему сплаву и состав отлитых деталей изменяется за счёт окисления активных металлов алюминия и титана, испарения хрома, имеющего повышенную упругость пара, ликвации тугоплавких металлов вольфрама, рения, молибдена, ниобия и других. Это подтверждается результатами химического анализа поступивших в институт литейных отходов сплава ВЖЛ12У-ВИ, приведённого в таблице 3. Видно, что содержание хрома и титана в отходах находится ниже нижнего предела нормы ТУ, а содержание алюминия – на нижнем пределе [10].

Таблица 3

Содержание легирующих элементов в литейных отходах сплава ВЖЛ12У-ВИ (входной контроль)

Отходы	Массовая доля элементов, %		
	Cr	Ti	Al
1	8,6	4,10	5,11
2	8,72	3,94	5,11
3	8,66	3,94	5,05
4	8,6	4,05	5,0
Оптимальный состав	9,4	4,5	5,4
ТУ на сплав	9,0-10,0	4,2-4,7	5,1-5,7

Для получения оптимального химического состава сплава применяется разработанная в институте технология доводки химического состава сплава за счёт проведения экспресс-анализа расплава во время плавки и долегиrowания сплава, что позволяет получать его химический состав с отклонением от оптимального $\pm 0,20-0,30\%$ по всем легирующим элементам (таблица 4).

Таблица 4

Содержание легирующих элементов в сплаве ВЖЛ12У-ВИ, изготовленном с применением 100% литейных отходов и долегиrowанием до оптимального состава

№№ плавов	Массовая доля элементов, %		
	Cr	Ti	Al
12В-143В	9,27	4,56	5,43
12В-144В	9,22	4,53	5,41
12В-145В	9,17	4,56	5,43
12В-146В	9,29	4,55	5,56
Оптимальный состав	9,4	4,5	5,4
ТУ на сплав	9,0-10,0	4,2-4,7	5,1-5,7

Высокую чистоту литой прутковой заготовки подтверждают результаты контроля чистоты сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ и ЖС6У-ВИ, полученных с применением 100% отходов (данные АО «НПЦ

газотурбостроения «Салют», таблица 5). Анализ проведен по центру и периферии литой прутковой заготовки и трем видам включений: шлак, оксидные пленки и нитриды. Балл по каждому виду включений составляет 0,00.

Таблица 5

Контроль чистоты литой прутковой заготовки сплавов ЖС32-ВИ, ЖС26-ВИ и ЖС6У-ВИ, выплавленных с применением 100% литейных отходов

Сплав	Место контроля заготовки	Вид загрязнений		
		Шлак	Оксидные пленки	Нитриды
ЖС32-ВИ	Центр	0,00	0,00	0,00
	Периферия	0,00	0,00	0,00
ЖС26-ВИ	Центр	0,00	0,00	0,00
	Периферия	0,00	0,00	0,00
ЖС6У-ВИ	Центр	0,00	0,00	0,00
	Периферия	0,00	0,00	0,00

На рис. 6 и 7 приведены результаты испытаний на длительную прочность на базе 500 часов при температурах 900, 1000 и 1100°C сплавов ЖС32-ВИ и ВЖМ4-ВИ, выплавленных по разработанной технологии с применением 100% литейных отходов, в сравнении с паспортными характеристиками сплавов, выплавленных с использованием свежих шихтовых материалов. Видно, что значения долговечности сплавов ЖС32-ВИ и ВЖМ4-ВИ, выплавленных с применением 100% отходов, соответствуют паспортным характеристикам сплавов.

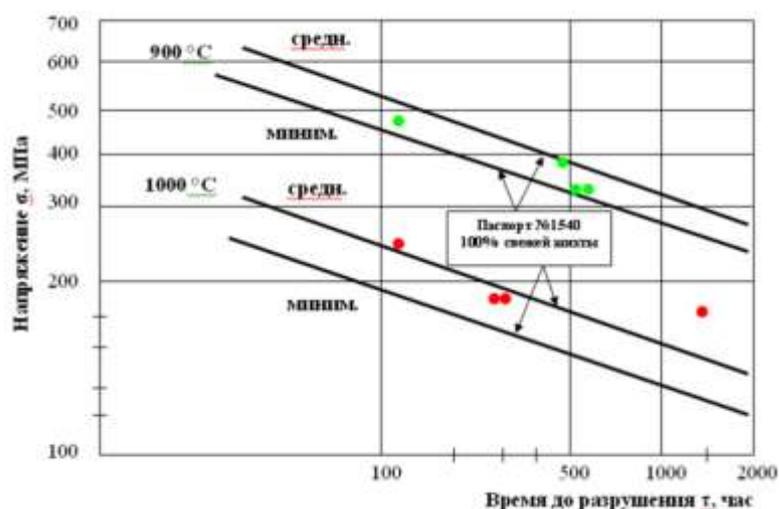


Рис. 6 – Длительная прочность сплава ЖС32-ВИ, выплавленного с применением 100% литейных отходов

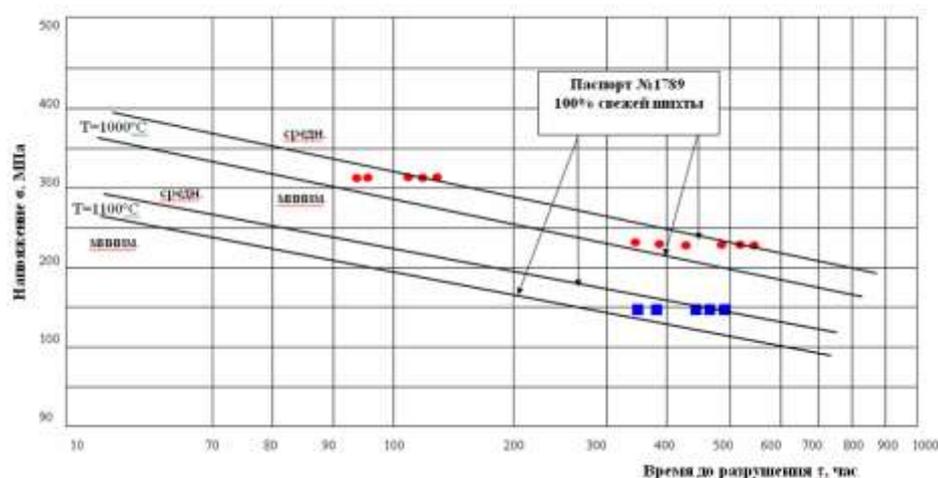


Рис. 7 – Длительная прочность сплава ВЖМ4-ВИ, выплавленного с применением 100% литейных отходов

Разработанная технология по переработке отходов жаропрочных сплавов была реализована на созданном во ФГУП «ВИАМ» научно-производственном комплексе по изготовлению литых прутковых заготовок жаропрочных никелевых сплавов. Данный комплекс включает в себя ряд отдельных участков, оборудованных современным производственным, аналитическим и испытательным оборудованием, что позволяет обеспечить качество изготавливаемой продукции на уровне требований мировых стандартов [11].

Технологическая схема получения литых прутковых (шихтовых) заготовок включает первоначальный входной контроль шихтовых материалов и отходов на соответствие их требованиям ГОСТ и ТУ, выплавку сплавов в вакуумной индукционной печи с применением разработанных технологических процессов и разливку через пенокерамический фильтр в стальные трубы с утеплительными вставками. Для извлечения прутковых заготовок был специально спроектирован и изготовлен гидравлический пресс с рабочим усилием 100 т. После подрезки головной и донной части прутковых заготовок их поверхность подвергают механической обработке на обдирочно-шлифовальном станке, который по техническому заданию ФГУП «ВИАМ» был спроектирован и изготовлен на Воронежском станкостроительном заводе. По сравнению с применяемой ранее токарной

обработкой, время механической обработки поверхности заготовок шлифованием сокращается в 20 раз, потери металла сокращаются более чем в 3 раза (с 8,0 до 2,4%) при обеспечении высокой чистоты поверхности [12].

Далее из порции металла от прутковой заготовки отливают контрольные образцы (с монокристаллической, направленной или равноосной структурой), образцы подвергаются термической обработке и проходят контроль структуры и свойств. При положительных результатах контроля химического состава и механических свойств и их соответствии действующим ТУ литые прутковые заготовки передаются потребителю с сертификатом качества.

Химический состав сплавов, как во время плавки, так и готового металла контролируют на оптико-эмиссионном спектрометре ARL 4460, содержание кислорода, азота, серы и углерода на анализаторах фирмы «Лесо», содержание примесей на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой XSERIES2 [13, 14].

Получить высокожаропрочные никелевые сплавы с ультравысокой чистотой по примесям, выплавленные с применением 100% литейных отходов, можно только при использовании для их производства самого современного плавильного оборудования. Такое оборудование установлено и успешно работает во ФГУП «ВИАМ» – это промышленные вакуумные индукционные печи VIM-50 и VIM-150 производства фирмы ALD Vacuum Technologies с емкостью тиглей 350 и 650-1000 кг соответственно, которые позволяют реализовать все новейшие разработки ФГУП «ВИАМ» в области производства жаропрочных сплавов (рис. 8 и 9).



Рис. 8 – Вакуумная индукционная печь VIM-50 с емкостью тигля 350 кг



Рис. 9 – Вакуумная индукционная печь VIM-150 с емкостью тиглей 650–1000 кг

Печи оснащены: компьютерным управлением, позволяющим контролировать технологический процесс выплавки жаропрочных сплавов на всех его этапах; оборудованием пробоотбора металла по ходу плавки и дозатором для присадки легирующих добавок, что позволяет поддерживать состав выплавляемых сплавов в узких пределах легирования; системой фильтрации металла во время его слива, что обеспечивает высокую чистоту металла по неметаллическим включениям. Конструктивные особенности установок, система вакуумных уплотнений и весьма высокая

производительность вакуумных насосов позволяют обеспечить глубокий вакуум до 5×10^{-4} мм рт. ст. и минимальное натекание, что способствует получению готового металла с весьма низким содержанием кислорода и азота [15].

Кроме того, вакуумная индукционная печь VIM-150 оснащена системой поддержания температуры во время плавки и анализатором определения содержания кислорода в расплаве.

Для улучшения поверхности прутковых заготовок, технологичности при их механической обработке и повышения выхода годного металл разливают в калиброванные стальные трубы диаметром 90 (± 1) мм с утеплительными вставками. Разливка металла в полуавтоматическом режиме с использованием компьютерного программного управления позволяет максимально сократить время разливки и минимизировать неизбежные потери металла. Использование утеплительных вставок даёт возможность получать плотные литые прутковые заготовки и существенно сократить объём усадочной раковины.

Выводы

Ресурсосберегающая технология переработки до 100% отходов литейных жаропрочных сплавов (ВЖМ4-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС26-ВИ, ЖС6У-ВИ, ЖС6К-ВИ, ВЖЛ12У-ВИ, ВЖЛ12Э-ВИ, ЖСЗДК-ВИ и др.) обеспечивает:

– качество литых прутковых заготовок по содержанию примесей, газов и механическим свойствам сплавов в соответствии с требованиями ТУ или ОСТ и не уступающих сплавам, изготовленным из свежих шихтовых материалов;

– стабильный химический состав сплавов по основным легирующим элементам;

– снижение стоимости сплавов и сокращение расхода дефицитных и дорогостоящих легирующих металлов таких, как никель, кобальт, молибден, вольфрам, рений, тантал и других.

Литература

1. 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.
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 Д.Е., Чабина Е.Б., Сидоров В.В., Мин П.Г. Исследование влияния азота на структуру и свойства монокристаллов из литейного жаропрочного сплава ЖС30-ВИ // Металловедение и термическая обработка металлов. 2013. №8. С. 3–7.
4. Термодинамические константы веществ. Под ред. В.П. Глушко. М.: ВИНТИ. 1979 г. вып. IX. 480 с.
5. Горюнов А.В., Ригин В.Е. Современная технология получения литейных жаропрочных сплавов // Авиационные материалы и технологии, 2014. №2. С. 3–7.
6. 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.
7. Сидоров В.В., Тимофеева О.Б., Калицев В.А., Горюнов А.В. Влияние микролегирования РЗМ на свойства и структурно-фазовые превращения в интерметаллидном сплаве ВКНА-25-ВИ // Авиационные материалы и технологии, 2012. №4. С. 8–13.
8. Сидоров В.В., Исходжанова И.В., Ригин В.Е., Фоломейкин Ю.И. Оценка эффективности фильтрации при разливке сложнолегированного никелевого расплава // Электрометаллургия. 2011. №11. С. 23–27.

9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Сидоров В.В., Ригин В.Е. Особенности технологии выплавки и разливки современных литейных высокожаропрочных никелевых сплавов // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. "Машиностроение". 2011. № SP2. С. 26–37.

10. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В., Каблов Д.Е. Высокоэффективные технологии и современное оборудование для производства шихтовых сплавов из литейных жаропрочных сплавов //Металлург. 2012. №5. С. 26–30.

11. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Каблов Д.Е. Организация производства литых прутковых заготовок из современных литейных высокожаропрочных никелевых сплавов // Литейное производство. 2011. №10. С. 2–5.

12. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Сидоров В.В., Ригин В.Е. Производство литых прутковых (шихтовых) заготовок из современных литейных высокожаропрочных никелевых сплавов. / В сб. Труды научно-технической конференции, посвященной 310-летию уральской металлургии и созданию технико-внедренческого центра металлургии и тяжелого машиностроения. 2011. Том 1, Екатеринбург. «Издат Наука Сервис». 2011. С.31–38.

13. Механик Е.А., Мин П.Г., Гундобин Н.В., Растегаева Г.Ю. Разработка методики определения массовой доли серы в жаропрочных никелевых сплавах и сталях в диапазоне концентраций от 0,0001 до 0,0009% // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №9. Ст. 12.

14. Якимович П.В., Алексеев А.В., Мин П.Г. Определение низких содержаний фосфора в жаропрочных никелевых сплавах методом ИСП-МС // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №10. Ст. 02.

15. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е. и др. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения // Авиационные материалы и технологии, 2012. №5. С. 97–105.

УДК 621.74

Исследование седиментационных свойств стержневых смесей для литья охлаждаемых лопаток ГТД

Деменок А.О.¹; Горюхин А.С.¹; Деменок О.Б.¹; Гайнцева Е.С.¹

nu5tochka@mail.ru; goruhinas@ya.ru; dobor999@mail.ru; gaintsevae@ya.ru.

¹*ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»*

Аннотация:

Проведены исследования седиментации двух стержневых масс теоретическим и опытным способом. Проведена апробация запрессовки стержневых масс на полуавтомате СТМ-25 и проанализировано качество полученных стержней после обжига.

Ключевые слова:

стержневая масса, седиментация, стержневой полуавтомат, охлаждаемая лопатка

Охлаждаемая лопатка ГТД позволяет увеличить эффективность работы двигателя за счет достижения более высоких температур газа перед турбиной. При литье охлаждаемых лопаток для оформления внутренней полости используют керамические стержни. Для получения стержней-сырцов на производстве внедряются стержневые полуавтоматы.

При получении стержней (сырцов) на полуавтомате качество их значительно меняется при переходе с одного стержневого материала на другой. Довольно часто в стержнях обнаруживаются внутренние и

поверхностные дефекты, такие как утяжины, расслоения и недоливы. Некоторые дефекты проявляются только после обжига стержней.

Стержневая смесь, используемая при изготовлении стержней, является полифракционной, с размером частиц от 3–5 до 100–120 мкм. В такой смеси, отличающейся не только по размерам входящих фракций, но и их плотностью, может, при недостаточном перемешивании, происходить расслоение компонентов вследствие седиментации в расплавленном пластификаторе при изготовлении стержней. Это может стать причиной и других дефектов стержней и отливок.

На образование таких дефектов влияет как химический состав огнеупорных компонентов, так и их зернистость. Различные по свойствам огнеупорные материалы имеют разные седиментометрические характеристики, что сказывается на качестве получаемых стержней [1].

В данной работе рассматривались керамические стержни для оформления внутренней полости рабочей лопатки, получаемые на современном стержневом полуавтомате СТМ-25, состоящем из подогреваемого бака для стержневой массы, лопастной мешалки и узла запрессовки смеси в пресс-форму.

Рассмотрены два типа стержневых смесей (таблица 1):

- серийная смесь на основе электрокорунда (ЭК);
- опытная масса, в которой часть электрокорунда заменена плавленным кварцем (ПК).

Опытная масса была разработана в рамках договора для получения керамических стержней на полуавтомате СТМ-25 с повышенными требованиями обеспечивающими формирование внутренних полостей в рабочих и сопловых лопатках ГТД.

Таблица 1

Состав стержневых масс

	Содержание компонента, в % по массе										
	Основа									Пласти-фикатор	
	Электрокорунд				SiO ₂ плавленный			SiC	Другие добавки	Сверх 100%	
	F280	F240	F220	F120	F1200	F120	F230	F800	3-5 мкм	ПП-10	ПП-7
	30-40 мкм	40-50 мкм	63-75 мкм	100-120 мкм	3-5 мкм	100-120 мкм	45-63 мкм	7-10 мкм			
Серий-ная		+	+	+				+		+	
Опыт-ная	+			+	+	+	+	+	+		+

Методики исследования. Для оценки качества стержневых смесей использовался седиментометрический метод анализа. Скорость оседания шарообразных частиц в вязкой жидкости определи по уравнению Стокса [2]:

$$\omega_0 = \frac{1}{18} \left(\frac{\rho_2 - \rho_1}{\rho_1} \right) \frac{gd^2}{\nu_k}, \quad (1)$$

где ρ_1 и ρ_2 – плотности зерен песка и жидкости соответственно; d – диаметр эквивалентного по объему песчинки шара; g – ускорение свободного падения; ν_k – кинематическая вязкость жидкости.

Проверка состава стержневой смеси опытным путем

Оценка седиментационных свойств готовой смеси в процессе получения стержней в течение смены проводилась путем отбора и исследования стержней с начала изготовления и через 1 час, 2 часа и 3 часа. Для этого стержни – сырцы, полученные на полуавтомате, были разломлены, взвешены и отдельно прокалены в печи при температуре 800°C до полного удаления пластификатора – 8 минут.

Прокаленные образцы взвешивались и аккуратно размалывались в ступке, чтобы не размолоть зерна огнеупора, и рассеивались по фракциям.

Рассев осуществляем на специальной установке в течение 60 секунд. Все фракции взвешивались и считались в процентах от общей прокаленной массы.

После отсева всех образцов построили седиментационные кривые для каждой фракции огнеупоров.

Апробация получения стержней на полуавтомате СТМ – 25

Апробация получения годных стержней проводилась на двух стержневых массах: серийной и опытной. Все работы проводились параллельно при одинаковых температурах масс, условиях перемешивания и прессования. Это позволило провести сравнительный анализ стержневых масс и качество получаемых стержней.

На этапе получения стержней более качественные стержни (меньше брака при прессовании: не до прессовки, утяжен, неоднородностей) получались из опытной массы. Было изготовлено и засыпано в короба по 60 штук годных стержней из двух масс. Обжиг проводился одновременно в одной печи при одинаковом температурном режиме.

Результаты исследования

Каждая фракция имеет свой коэффициент седиментации или время оседания в нагретой массе с пластификатором на один сантиметр. Расчет скорости седиментации порошков электрокорунда и плавленного кварца различной фракции приведены в таблице 2.

Расчет скорости седиментации электрокорунда (ЭК)
и плавленного кварца (ПК)

№ п/п	Состав*	Фракция (мкм)	Скорость оседания (м/с)	Скорость оседания (см/мин)
1.	ЭК	35	0,00002	0,122
2.	ЭК	50	0,0000416	0,249
3.	ЭК	75	0,0000935	0,561
4.	ЭК	120	0,000239	1,434
5.	ПК	5	0,000000018	0,0001
6.	ПК	40	0,0000087	0,052
7.	ПК	63	0,000028	0,163
8.	ПК	120	0,000102	0,612

*ЭК – электрокорунд; ПК – плавленный кварц.

По результатам выполненного расчета построены графики изменения скорости оседания ω различных по размеру d частиц электрокорунда и плавленного кварца (рисунок 1). График показывает, что на скорость оседания огнеупорных частиц существенное влияние оказывает их размер, так как их объем изменяется в кубической зависимости от диаметра. Также из графика видно, что более тяжелые материалы будут оседать быстрее, и необходимо использование более легких.

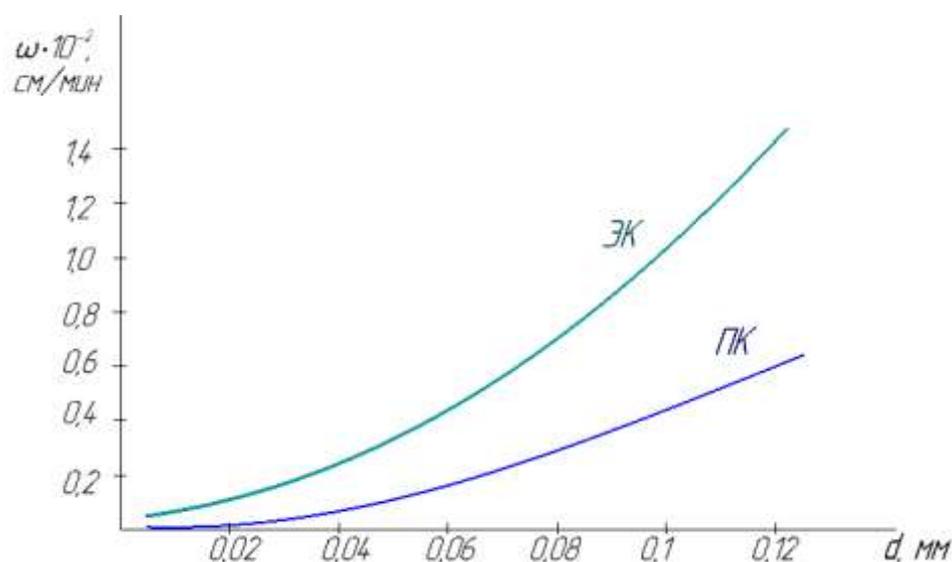


Рис. 1 – Зависимости скорости оседания электрокорунда и плавленного кварца от размера их фракций

Теоретический метод расчета массы оседания компонентов стержневой смеси во времени

Рассматривался единичный объем стержневых смесей при температуре запрессовки 90°C равный 1 см³. При отсутствии перемешивания стержневой смеси и сохранении ее температуры, начнется седиментация смеси и ее расслоение.

Приняли, что 1 см³ серийной смеси весит 3,3 грамма и содержит:

ЭК₅₀ – 42% – 1,5 г., ЭК₇₅ – 22% – 1,0 г., ЭК₁₂₀ – 20% – 0,8 г.

Приняли, что 1 см³ опытной смеси весит 3,1 грамма и содержит:

ЭК₄₀ – 63% – 2,1 г., ЭК₁₂₀ – 22% – 0,7 г.,

ПК₅ – 5% – 0,10 г., ПК₄₅₋₆₃ – 7,5% – 0,15 г., ПК₁₂₀ – 2,5% – 0,05 г.

Определили величину оседания каждой фракции в граммах через заданное время (таблицы 3 и 4).

Таблица 3

Оседание серийной стержневой смеси (на 1 см)

№ п/п	ЭК-фракции (мкм)	Скорость оседания (см/мин)	Оседание фракции (грамм)					
			Время оседания (минуты)					
			1	5	10	20	30	
1	50	0,25	0,3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
2	75	0,56	0,5	1	1	1	1	1
3	120	1,43	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8

Оседание опытной стержневой смеси (на 1см)

№ п/п	Компонент (мкм)	Скорость оседания (см/мин)	Оседание фракции (грамм)				
			Время оседания (минуты)				
			1	5	10	20	30
1	ЭК ₄₀	0,052				2,1	2,1
2	ЭК ₁₂₀	0,56	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
3	ПК ₅	0,0001					0,0001
4	ПК ₄₅	0,10			0,15	0,15	0,15
5	ПК ₁₂₀	0,612		0,05	0,05	0,05	0,05

Анализ таблиц 3 и 4 показал, что основная масса серийной стержневой смеси (95%) осядет на глубину 1 см через 5 минут, а опытной стержневой смеси – через 20 минут.

По полученным экспериментальным данным построили кривые седиментации – зависимость веса седиментационного осадка от времени его оседания (рисунок 2).

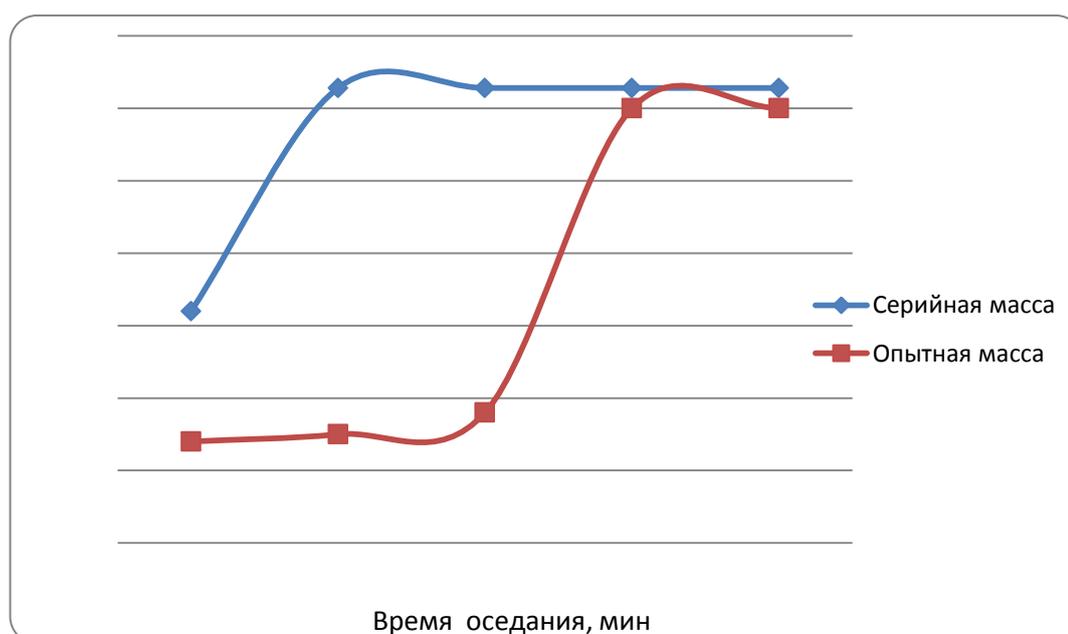


Рис. 2 – График изменения массы осаденного компонента смеси во времени

Сравнительная оценка двух стержневых смесей показала, что опытная стержневая смесь имеет лучшие, с точки зрения сохранения однородности, седиментационные свойства чем серийная.

Проведенный теоретический сравнительный анализ серийной и опытной смеси показал, что из опытной смеси при применении ее в полуавтоматах должны получаться более качественные керамические стержни, т.к. они будут более стабильны по фракционному составу. Причиной улучшения седиментационных свойств опытной массы является то, что основная масса электрокорунда 63% в серийной массе F240 (50 мкм) заменена на 53% электрокорунда F280 (40 мкм). 12% различных фракций электрокорунда в опытной стержневой смеси заменены плавленным кварцем (таблица 1). Плотность плавленного кварца $2,2 \text{ г/см}^3$, что почти в два раза меньше, чем электрокорунда.

Анализ состава стержневой смеси опытным путем

Полученные данные представлены в таблице 5.

Таблица 5

Результат отсева по фракциям

Время запрессовки, час	Масса навески, г	Масса на сите 0,1, г	Масса на сите 0,05, г	Масса в тазике, г	Потери, г
Серийная стержневая масса					
0	36,005	5,8	15,06	14,5	0,645
1	35,82	7,71	13,06	14,79	0,26
2	36,13	7,19	14,7	14,1	0,14
3	35,99	6,87	14,13	14,93	0,06
Опытная стержневая масса					
0	34,99	5,81	11,14	17,82	0,22
1	34,97	5,88	11,44	17,63	0,02
2	34,73	6,56	10,13	18	0,04
3	34,95	5,87	10,73	18,1	0,25

Анализ таблицы 5 показал, что в серийной массе после 3 часов работы относительно первой запрессовки происходит увеличение крупной фракции в последующих стержнях на 25%. В опытной массе увеличение происходит в

среднем на 5%, т. е. седиментация в опытной массе меньше седиментации в серийной массе в пять раз.

Более мелкие фракции огнеупорных материалов оседают с меньшей скоростью, поэтому резких изменений их в стержневом составе не наблюдается (таблица 6).

Таблица 6

Изменение массы фракций после 3 часов относительно первого стержня

Фракция	серийная масса	опытная масса
F120 (100-120 мкм)	25%	5%
F280-F220 (30-60 мкм)	7,3%	6%
F800-F1200 (3-10 мкм)	2,6%	1,2%

Анализ качества стержней, полученных на производстве

Результаты проведенного обжига показали, что 50% стержней, полученных из серийной массы, были забракованы на этапе визуального контроля: по повышенной шероховатости поверхности стержня и возникшим трещинам в тонких частях стержня (рисунок 3); по вспучиванию участков стержня (рисунок 4); по некачественной выходной кромке стержня (рисунок 5).



Рис. 3 – Образование повышенной шероховатости после обжига



Рис. 4 – Вспучивание участков стержня после обжига

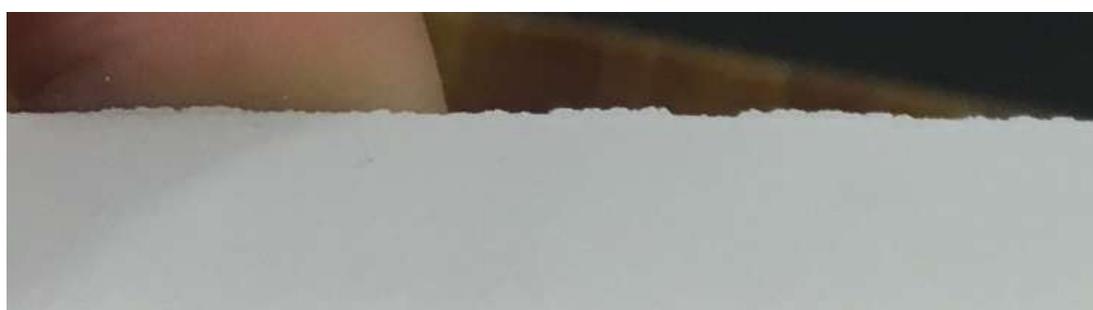


Рис. 5 – Некачественная выходная кромка стержня после обжига

Все проявившиеся дефекты после обжига серийных стержней (рисунки 3–5) являются причиной недостаточного перемешивания стержневой массы в баке полуавтомата и седиментации отдельных фракций огнеупорных порошков. Отсутствие этих дефектов в серийном производстве объясняется интенсивным перемешиванием стержневой массы перед непосредственной заливкой массы в стакан и ее запрессовкой в пресс-форму.

Стержни, полученные из опытной массы, показали более качественные результаты по сравнению со стержнями из серийной массы. Из 60 стержней при визуальном контроле забракованы 4 стержня по вспучиванию поверхности, 1 стержень низкой шероховатости стержня, 1 стержень по неоднородности состава стержня в виде черных точек внутри стержня, при контроле на просвет.

Выводы

Расчетным методом определили, что для меньшей седиментации стержневой смеси необходимо использование огнеупорных материалов с меньшей плотностью.

Теоретический анализ показал, что осаждение на 1 см опытной смеси произойдет в 4 раза медленнее, чем серийной.

Практическое исследование показало, что в серийной массе, при использовании стержневого полуавтомата, наблюдается увеличение крупной фракции в стержнях после 3 часов работы по сравнению с опытной массой в 5 раз.

Изготовление керамических стержней в производстве с использованием опытной стержневой массы на полуавтомате СТМ-25 снизило количество брака стержней после обжига в 5 раз.

Проект выполнялся при поддержке Министерства образования и науки РФ, Договор от «01» декабря 2015 г. №02.G25/31/0163

Литература

1. Щукин Е.Д., Перцов А.В., Амелина Е.А. Коллоидная химия. М.: Высш. шк., 1992. 414 с.
2. Дик И. Г., Килимник Д. Ю., Миньков Л. Л., Неессе Т. Измерение скорости седиментации мелкодисперсных частиц в тарельчатой центрифуге//ИФЖ. 2003. Т. 76, № 4. С. 7–17.

УДК 621.74.045

Процессы физико-химического взаимодействия в печах направленной кристаллизации ПМП-2

Дубровин В.К.¹, д.т.н.; Кулаков Б.А.¹, д.т.н.; Габбасов Р.Д.¹

¹Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск

Аннотация:

В статье представлены причины образования дефектов на отливках, изготавливаемым в печах направленной кристаллизации ПМП-2. Предложены меры их предотвращения, путем снижения процессов физико-химического взаимодействия в рабочем пространстве печи.

Ключевые слова:

направленная кристаллизация, жаропрочный сплав, кремнезем, муллит, термодинамическая устойчивость

Повышение мощности, надежности, экономичности, увеличение ресурса работы современных газотурбинных двигателей и установок определяются в основном качеством и эксплуатационными характеристиками турбинных и направляющих лопаток, которые изготавливают из жаропрочных никелевых сплавов литьем по выплавляемым моделям в корундо-силлиманитовые формы.

Сложность технологического процесса и высокие требования к качеству лопаток обуславливают сравнительно низкий выход годных отливок, что в совокупности с большой стоимостью сплава ведет к их высокой себестоимости.

Литье лопаток газотурбинных двигателей методом направленной

кристаллизации (НК) является перспективным технологическим процессом, позволяющим значительно повысить эксплуатационные характеристики деталей. Наиболее производительными установками НК являются вакуумные (~1,3 Па) печи проходного типа ПМП-2, где керамическая корундо-силлиманитовая оболочка на этилсиликатном связующем с помещенной в нее мерной заготовкой сплава, заформованная в графитовую опоку опорным наполнителем – графитовой кроткой, последовательно проходит цикл нагрева, плавления металла и кристаллизации отливки.

Наряду с преимуществами, технология получения лопаток в ПМП-2 имеет ряд недостатков, вызывающих высокую дефектность отливок (50...70%). К ним относятся:

- длительный в течение 3...5 ч контакт жидкого металла с литейной формой;
- наличие в печи большого количества (~500 кг) графитовых материалов, часть которых находится в непосредственном контакте с керамической формой;
- невысокая химико-термическая стойкость и механическая прочность графитовых материалов.

Все это приводит к поражению отливок поверхностными дефектами негативно сказывается на стабильности режима работы печи, определяющего макроструктуру лопаток, из-за образования на нагревателях "конденсата", быстрой эрозии и разрушения графитовых опок, крышек вкладышей и нагревателей. Данные процессы являются следствием испарения материалов керамической формы, компонентов сплава и их взаимодействия с углеродом и атмосферой печи с образованием новых газообразных веществ. На это указывает убыль массы керамической литейной формы на 6...8% за технологический цикл в ПМП-2.

При плавке и заливке металла в вакууме наряду с испарением оксидов

наблюдается и высокая летучесть компонентов сплавов. Как показали расчеты, при температуре 1550...1600°C давление паров Ni, Al, Co, Cr над жаропрочными сплавами с учетом их молярных концентраций превышает внешнее остаточное давление в установке 0,133...1,33 Па.

Спектральный анализ наростов с нагревателей показал наличие в них в основном кремния и алюминия, а также в небольших количествах железа, титана, хрома и магния.

Для количественной оценки процессов взаимодействия в рассматриваемой системе одинаковые по объему навески огнеупорных материалов, составляющих керамическую форму, засыпали в тигли из графита и BeO одинакового размера и помешали в работающую печь ПМП-2. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1

Относительное изменение массы огнеупорных материалов в ПМП-2

Материал	Относительная убыль		Расчетная убыль массы за счет чисто физического испарения, % масс., не более
	в графитовых тиглях	в тиглях из BeO	
Смесь микропорошков электрокорунда (Al ₂ O ₃)	23...28	12...17	10 ⁻⁵
Дистенсиллиманит (Al ₂ O ₃ ·SiO ₂)	48...52	32...37	0,15
Кремнезем (SiO ₂)	55...60	40...45	5,6

Скорости физического инконгруэнтного испарения огнеупорных оксидов при высоких температурах и P_{ост}=1,33 Па рассчитывали по методике Герца-Лэнгмюра [1]. Например, при 1773 К для Al₂O₃ и SiO₂ они соответственно равны 5,28 10⁻¹¹ и 6,95 10⁻⁷ кг/м²с. Из таблицы видно, что максимально возможная убыль массы исследуемых материалов за счет их испарения на несколько порядков ниже фактической. Кроме того, наблюдается значительная убыль массы оксидов в тиглях из BeO, где

отсутствовал их прямой контакт с графитом. Это подтверждает наличие интенсивных процессов взаимодействия огнеупорных оксидов литейной формы не только непосредственно с графитом, но и с атмосферой печи.

Наиболее вероятно, на первый взгляд, это их восстановление монооксидом углерода, постоянно присутствующим в атмосфере печи в условиях динамического вакуума. Однако, как показывают расчеты [2] энергии Гиббса (ΔG) реакций взаимодействия, в системе оксид–СО в интервале температур рабочих зон ПМП-2 (1573...1833 К) в вакууме 1,3 Па, их протекание термодинамически невозможно, так как $\Delta G \gg 0$ и соотношение кислородных потенциалов имеет вид $\pi_0(C/CO) > \pi_0(\text{оксид})$

Например, восстановление даже наименее устойчивого кремнезема монооксидом углерода термодинамически возможно только при $T > 2000$ К, которые в рассматриваемой установке не достигаются.

Реакции же взаимодействия данных оксидов непосредственно с углеродом при остаточном давлении 1,3 Па с образованием газообразных SiO , Al_2O , AlO и др. термодинамически вероятны во всем интервале температур, достигаемых в ПМП-2 [3]. Причем с углублением вакуума эта вероятность увеличивается. Следует также отметить, что повышение активности взаимодействия в системе форма-графит способствует дополнительное выделение до 6...8% наименее устойчивого к углероду кремнезема в результате муллитизации дистенсиллиманита формы по реакции $3(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2) \rightarrow 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + \text{SiO}_2$. Муллит остается устойчивым вплоть до температуры конгруэнтного плавления 2183 К.

Рассчитать давления паров и максимальные потоки испарения алюмосиликатов при различных температурах в условиях вакуума по методике расчета свободных оксидов Al_2O_3 и SiO_2 не представляется возможным из-за отсутствия термодинамических данных по диссоциации и возгонке силикатов алюминия. Однако, имеются экспериментальные данные [1] по скорости испарения муллита в вакууме 0,01 Па при 1873 К, которая

при данных параметрах равна $25 \cdot 10^{-7}$ кг/м²с. В аналогичных условиях скорости испарения SiO₂ и Al₂O₃ соответственно равны $220 \cdot 10^{-7}$ кг/м²с и $0,063 \cdot 10^{-7}$ кг/м²с. Следовательно, муллит по устойчивости в вакууме занимает промежуточное положение между оксидами кремния и алюминия. Причем скорость его испарения при рассмотренных условиях в 8,8 раза ниже, чем кремнезема, но в 400 раз выше, чем у корунда.

Кремнезем, содержащийся в облицовочных слоях, является в этих условиях сильным окислителем таких компонентов сплава, как алюминий и титан. От взаимодействия с ними образуются Al₂O₃ и TiO₂, которые провоцируют возникновение мелких поверхностных дефектов (рис. 1). Дефектные зоны обеднены основным и легирующими элементами, такими как Ni, Co, W, Cr, но насыщены в различной степени Al, Ti, Si, Ca.

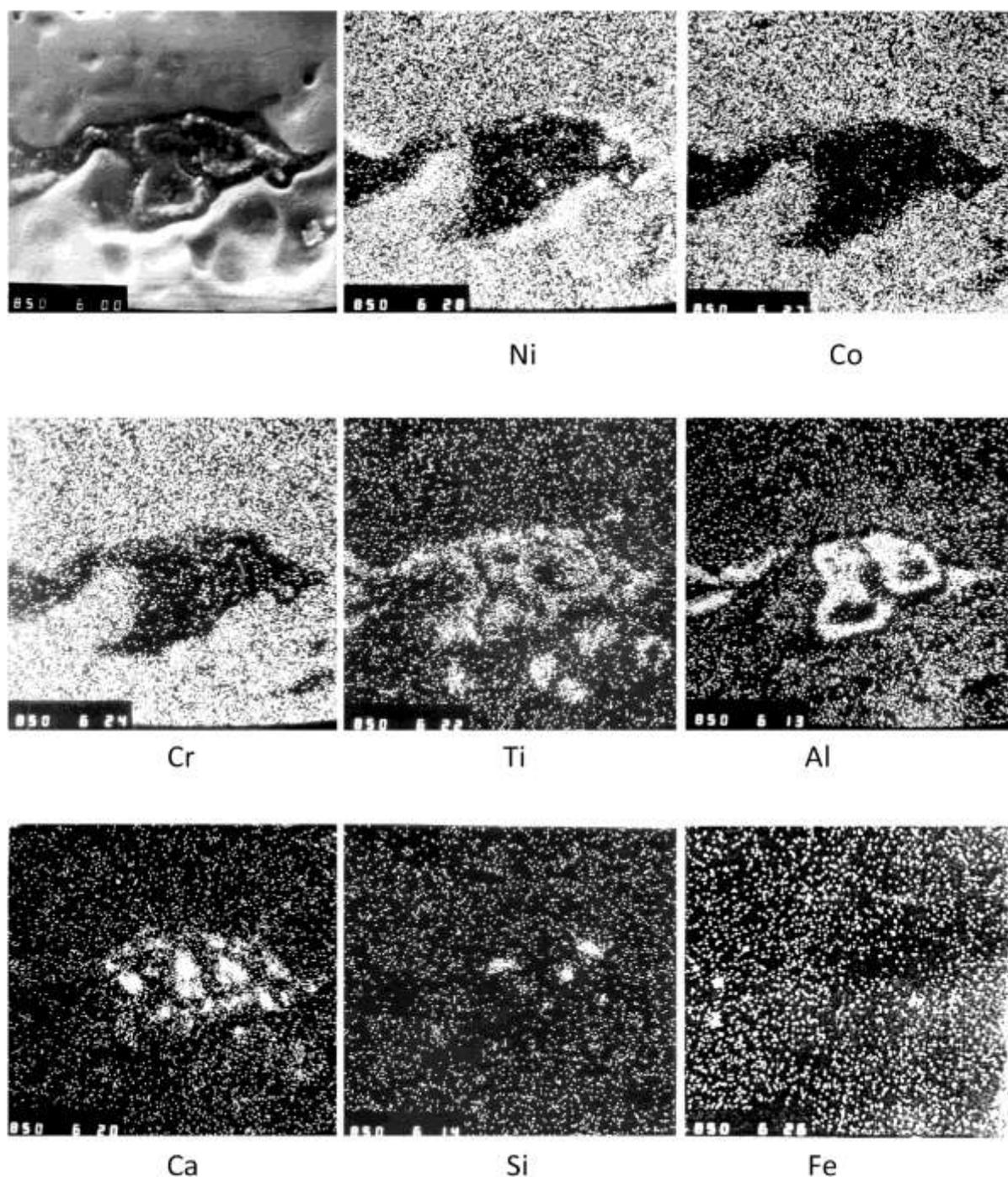


Рисунок 1 – Дефектная зона на поверхности пера турбинной лопатки, залитой в ПМП-2, и распределение в ней элементов (x850)

Процессы взаимодействия формы с металлом усугубляются за счет возгонки SiO_2 формы ($3,6 \cdot 10^{-6}$ кг/м²с) и его последующей диссоциации. Выделяющийся кремний, имея малый атомный радиус 1,34 Å, близкий по значению к атомному, радиусу никеля (1,25 Å), способен насыщать залитый в форму металл на глубину до 600 мкм. Одним из основных факторов,

по серийной технологии в УППФ-3 (б) и ПМП-2 (в) соответственно.

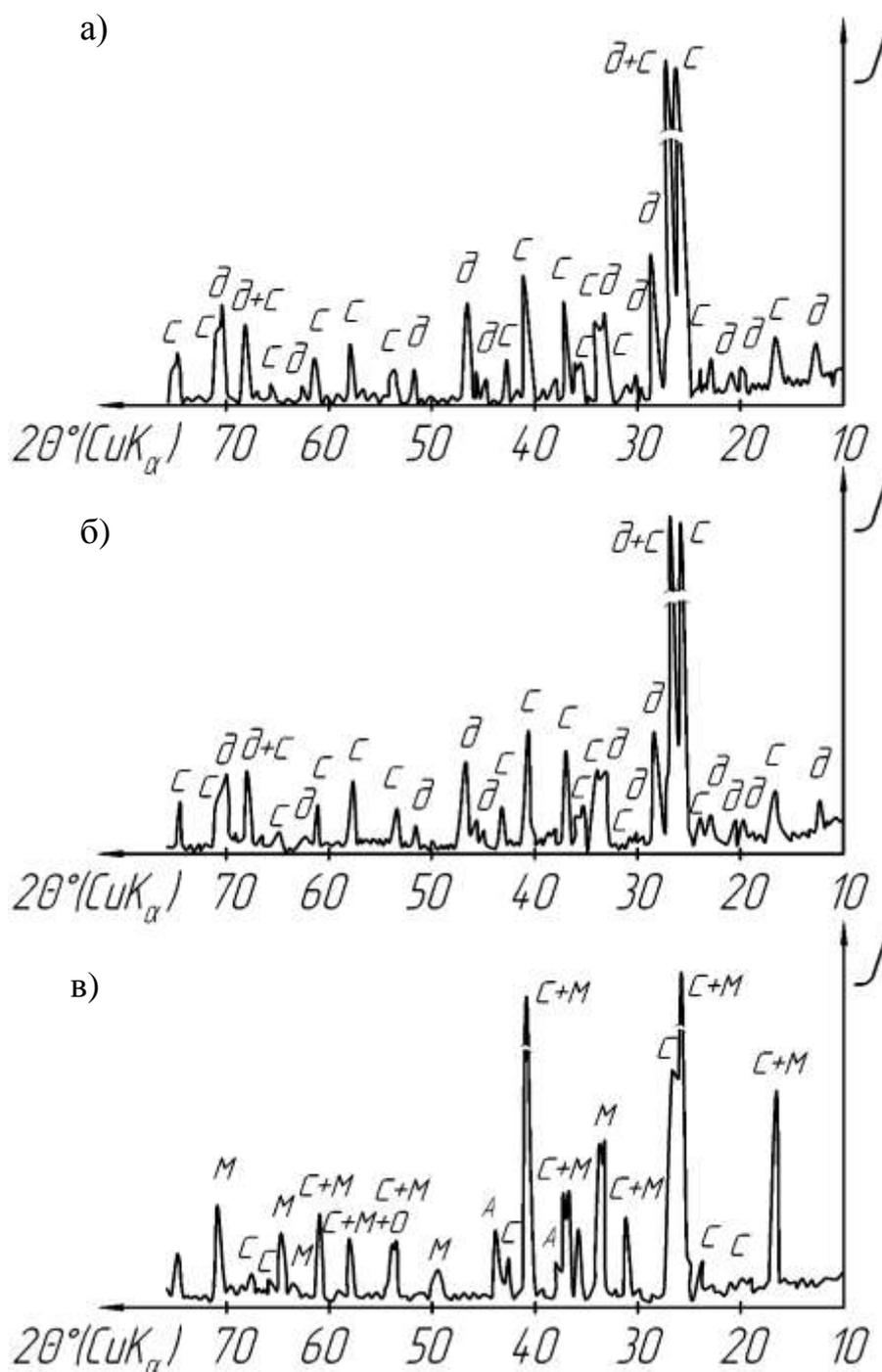
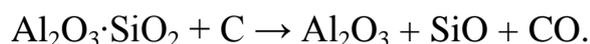


Рисунок 3 – Дифрактограммы облицовочных слоев керамических форм: а – исходной; б – после заливки формы в УППФ-3; в – после выхода формы из ПМП-2

Как видно из дифрактограммы (рис. 3б), после заливки в УППФ-3 дистенсиллиманит претерпевает незначительные изменения. Начинается лишь муллитизация дистена, о чем можно судить по уменьшению интенсивностей интерференционных линий дистена $d/n = 3,18; 1,94; 1,77\text{\AA}$;

силлиманит при этих условиях не претерпевает превращений.

В ПМП-2 длительность цикла формирования отливок создает условия для полной муллитизации диете на и частичной муллитизации силлиманита. Как видно из рис. 3в, после заливки формы в ПМП-2 в ее облицовочном слое не содержится дистена, зато появляются новые фазы: муллит и $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Для муллита характерно усиление линий $d/n=5,35; 2,69; 2,2; 1,84; 1,44; 1,33 \text{ \AA}$; для $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ – появление максимумов интенсивности $d/n=3,48; 2,38; 2,08 \text{ \AA}$. Появление α -фазы оксида алюминия на рабочей поверхности литейной формы после заливки в ПМП-2 происходит, возможно, вследствие окисления алюминия, находящегося в сплаве, кислородом, образующимся при диссоциации SiO_2 , а также при разложении дистенсиллиманита потоком атомарного углерода, например, по следующей реакции:



Таким образом, в процессе нагрева форм в ПМП-2 содержание свободного SiO_2 на рабочей поверхности форм увеличивается вследствие муллитизации дистенсиллиманита и может достигать 20%, что способствует усилению процессов окисления химически активных компонентов сплава, формированию поверхностных дефектов и насыщению металла кремнием.

Целесообразно снизить химическую активность форм за счет использования в качестве наполнителей суспензии огнеупорных материалов, не содержащих и не выделяющих в процессе нагрева свободного кремнезема.

Из известных огнеупорных материалов наиболее химически стойкими являются микропорошки белого электрокорунда. Однако получить в ПМП-2 качественные отливки в формах с электрокорундовыми облицовочными слоями не представляется возможным вследствие крайне низкого качества литой поверхности. Экспериментально установлено, что основной причиной этого является окисление хрома, содержащегося в сплаве, кислородом, образующимся при диссоциации кремнезема связующего, и последующее взаимодействие оксида хрома с оксидом алюминия формы с образованием

хромистого корунда $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, формирующего на отливке пригар характерного пурпурного цвета. Интенсивность пригара и его окраски усиливается с повышением содержания кремнезема в формооболочке. Наличие хромистого корунда в пригарной корке электрокорундовой формы после заливки в неё жаропрочного никелевого сплава подтверждается спектральным (рис. 4) и рентгенофазовым анализами.

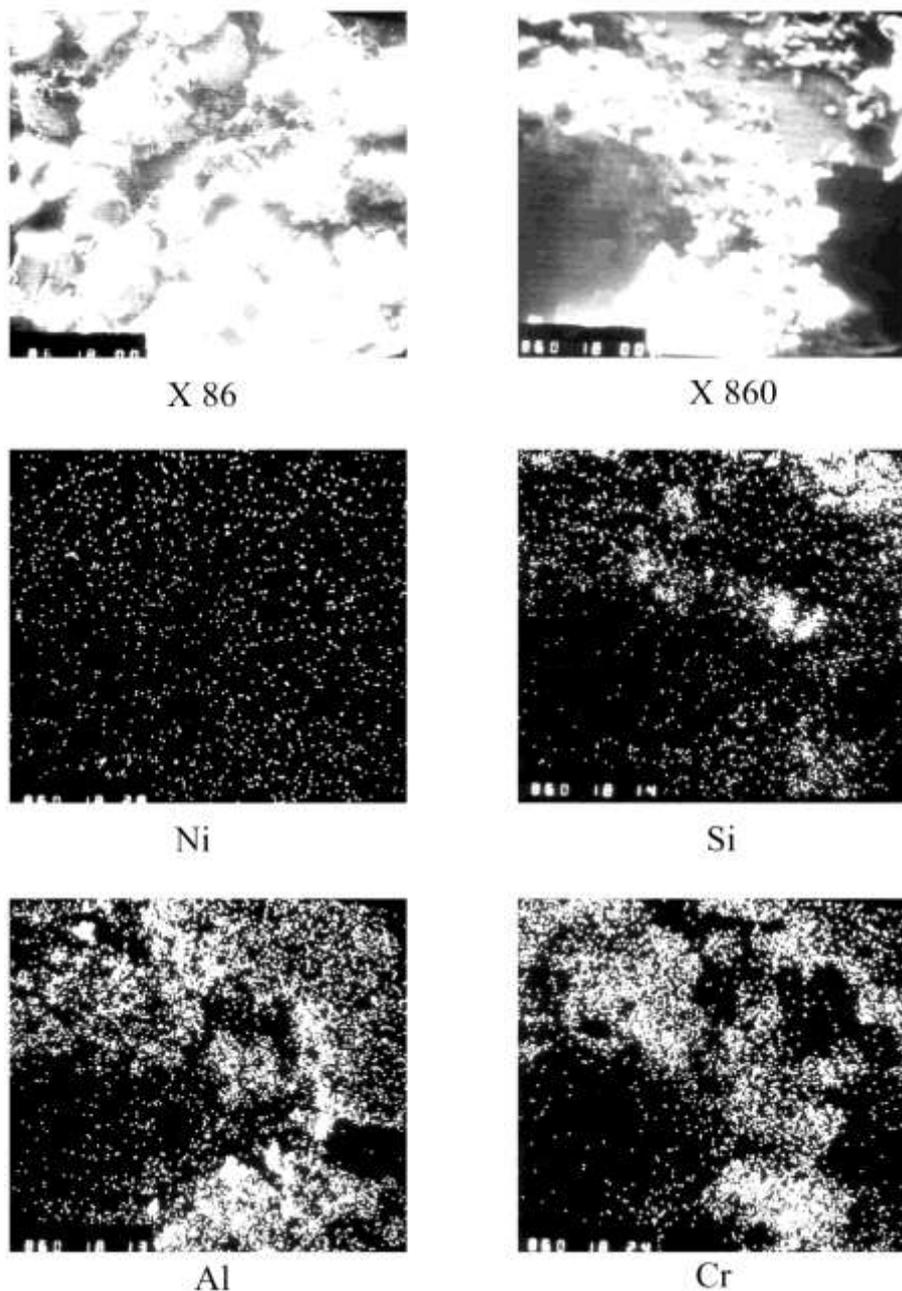


Рисунок 4 – Распределение элементов на рабочей поверхности электрокорундовой формы после заливки в нее жаропрочного сплава в ПМП-2

Следовательно, электрокорундовые формы целесообразно использовать для получения отливок из сплавов с низким содержанием хрома.

Для формирования облицовочного слоя форм, заливаемых в ПМП-2, необходимо использовать алюмосиликатные материалы, не содержащие или содержащие минимальное количество свободных оксидов кремния и алюминия. На кафедре «Литейное производство» ЮУрГУ была разработана технология приготовления низкокремнеземистого этилсиликатного связующего, муллитизирующегося в процессе прокалики форм за счет введения при гидролизе нитрата алюминия. Для повышения термохимической устойчивости дистенсиллиманитового наполнителя была разработана технология его муллитизации за счет обжига с введением глинозема.

Применение для литья жаропрочных сплавов керамических форм, изготовленных из муллитизированного дистен-силлиманита, а также муллитизация кремнезема связующего [4], позволяют практически полностью исключить насыщение данных сплавов кремнием.

Сканирование на растровом микроскопе образцов и различных частей отливок типа «лопатка» из сплава ЖС30ВИ, изготовленных в таких формах, показало отсутствие сплошного насыщения кремнием литой поверхности даже при использовании ВКЭС, содержащем 16 % кремнезема. Обобщенные данные по глубине насыщения жаропрочного сплава ЖС30ВИ кремнием ПМП-2 в зависимости от содержания кремнезема в связующем для различных огнеупорных наполнителей суспензий приведены на рис. 5.

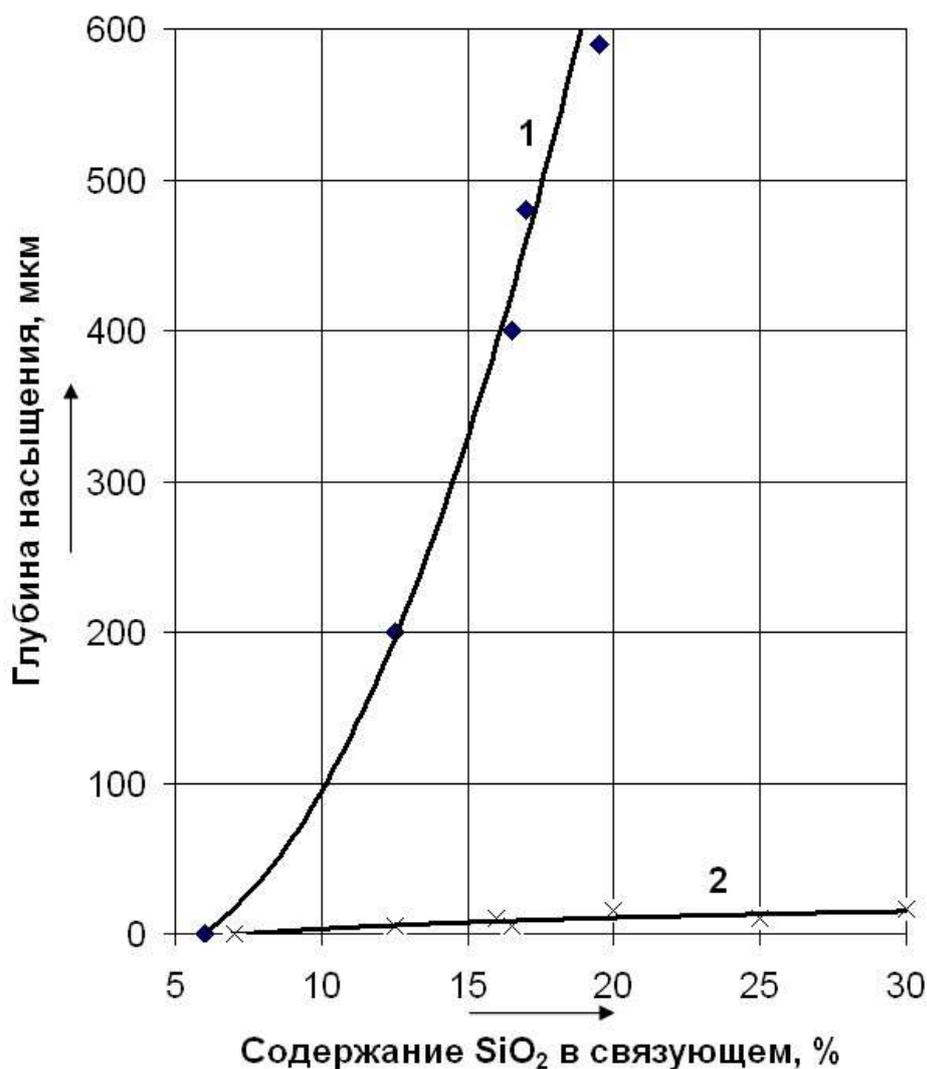
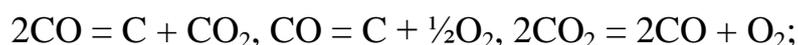


Рисунок 5 – Глубина насыщения кремнием жаропрочного сплава в ПМП-2: 1 – наполнитель – дистен-силлиманит; 2 – наполнитель – муллитизированный дистен-силлиманит или электрокорунд

При отсутствии прямого контакта графита с огнеупорными оксидами доставка к ним углерода предположительно может происходить через газовую фазу печи следующими путями:

– разложением монооксида углерода по реакциям



– возгонкой углерода с поверхности графитовых изделий.

Термодинамические расчеты по данным [2] показали, что в условиях ПМП-2 для первых двух реакций $\Delta G \gg 0$, содержание в атмосфере печи $\text{CO}_2 \approx 10^{-6} \%$, относительная равновесная концентрация CO в системе

C–CO–CO₂ составляет более 99,999% ($P_{CO} > 10^5 P_{CO_2}$), а равновесное давление кислорода при этом находится в пределах 10^{-25} Па. Это свидетельствует о малой вероятности образования в печи углерода из газовой фазы в результате диссоциации CO.

Поэтому наиболее вероятным представляется восстановление оксидов формы атомарным углеродом, образующимся за счет возгонки с графитовых, изделий печи. Это подтверждается расчетами по данным [5] скорости испарения графита в вакууме при высоких температурах, которая в интервале 1573...1873 К составляет от $4,53 \cdot 10^{-16}$ до $5,4 \cdot 10^{-12}$ кг/м²с. Учитывая, что в ПМП-2 находится более 500 кг графита, его общая поверхность (с учетом пористости), с которой может сублимировать углерод, составляет более 10^7 м². С такой площади за 1 ч способно возгоняться до 0,19 кг атомарного углерода, активно вступающего во взаимодействие с огнеупорными оксидами формы. Подтверждает данный механизм переноса углерода в печи и образование значительного зазора между навеской исследуемого материала и стенкой графитового тигля при прохождении их через ПМП-2.

Таким образом, теоретически и экспериментально подтверждено протекание в установках ПМП-2 сложных физико-химических процессов возгонки, диссоциации и восстановления углеродом оксидов литейной формы, продукты которых способны к взаимодействию, как с компонентами жаропрочного сплава, так и с графитовыми конструкциями печи, что негативно сказывается на качество отливок.

Для уменьшения химической активности в системе металл-форма-графит и повышения качества отливок необходимо проведение следующего комплекса мероприятий:

– снижение содержания в керамической форме кремнезема за счет использования муллитизирующегося низкокремнеземистого (6...12% SiO₂) этилсиликатного связующего и алюмосиликатного (муллитового) огнеупорного наполнителя;

- уменьшение пористости графитовых материалов, т.е. сокращения поверхности, с которой может сублимировать углерод, путем уплотнений их пиролитическим углеродом;
- осуществление технологического процесса при большем внешнем давлении 133...400 Па, но в среде инертного газа, обеспечивающего в печи малое парциальное давление кислорода ($< 0,25$ Па).

Литература

1. Стрелов К.К. Теоретические основы технологии огнеупорных материалов. – М.: Металлургия, 1985. – 480 с.
2. Казачков Е.А. Расчеты по теории металлургических процессов. – М.: Металлургия, 1988. – 288 с.
3. Дубровин, В.К. Производство отливок из никелевых и титановых сплавов в термохимически стойких формах: монография / В.К. Дубровин, Б.А. Кулаков, А.В. Карпинский. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2010. – 233 с.
4. Пат. 2503520 РФ, МПК В22С 1/16. Суспензия огнеупорная для оболочковых форм по выплавляемым моделям / В. К. Дубровин, Б. А. Кулаков, А. В. Карпинский, А. А. Чесноков, С. П. Павлинич, С. В. Бакерин (РФ). – № 2012122304/02; заявлено 29.05.2012; опубл. 10.01.2014 Бюл. №1.
5. Свойства конструкционных материалов на основе углерода: Справочник / Под ред. В.П.Соседова. – М.: Металлургия, 1975. – 336 с.

УДК 621.74.045:666.7

Разработка и внедрение технологии изготовления облегченных лопаток для перспективных газотурбинных двигателей и станций перекачки нефти и газа

Колтыгин А.В.¹, к.т.н.; Баженов В.Е.¹, к.т.н.; Фадеев А.В.¹;

Белов В.Д.¹, д.т.н.; Павлинич С.П.², д.т.н.

misistlp@mail.ru; v.e.bagenov@gmail.com; avftitan@mail.ru;

vdbelov@mail.ru; motor@kuznetsov-motors.ru

¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

²Уфимский государственный авиационный технический университет

Аннотация:

Работа посвящена разработке технологии литья как можно большего числа лопаток из жаропрочного никелевого сплава за раз при плавке в керамических тиглях вместимостью до 150 кг никелевого сплава в оболочковые керамические формы, изготавливаемые с использованием роботизированных линий.

Ключевые слова:

никелевый жаропрочный сплав, лопатки, литье по выплавляемым моделям, плавка

Введение

Развитие авиационного двигателестроения идет по пути совершенствования конструкции газотурбинных двигателей (ГТД) и неразрывно связано с разработкой и внедрением более легких, тонкостенных

и пустотелых турбинных лопаток из жаропрочных сплавов (ЖС) для горячего тракта ГТД.

Автоматизация существующего производства литых лопаток газотурбинного двигателя подразумевает отказ от изготовления форм ручным способом и переход на роботизированный способ изготовления. Также одной из задач является повышение выхода годного, который можно повысить изготовлением как можно большего числа лопаток за одну плавку. Использование плавились-заливочных установок с ёмкостью металла до 150 кг позволяет решить эту задачу, при этом необходима разработка литниково питающей системы (ЛПС) позволяющей произвести заливку большого числа лопаток и наличие соответствующих керамических плавились тиглей, позволяющих получить достаточное количество жидкого металла надлежащего качества.

Для литья лопаток из ЖС используются различные литниково питающие системы: с верхним подводом металла; сифонная; боковая односторонняя через торец лопатки; со щелевым питателем в тонкую кромку пера [1]. Для лопаток с двумя полками применяют комбинированную литниковую систему [2]. Металл подводится к полке пера от центрального стояка и сверху к замку лопатки. Количество металла, заливаемого снизу и сверху, регулируется пережимом (дросселем) на стояке.

В работах [3–5] было показано, что компьютерное моделирование позволяет получить результаты адекватные результатам, получаемым в ходе экспериментальных заливок. Это позволяет разработать литниково питающую систему для получения большого количества лопаток одновременно, опираясь на компьютерное моделирование процессов заливки и затвердевания.

В условиях нестабильности поставок плавились тиглей большой вместимости из-за рубежа, одной из задач работы является самостоятельное их изготовление.

Плавка никелевых сплавов ведётся при температурах до 1700°C, что обуславливает высокие требования к используемым в этом процессе тиглям. Качество никелевого сплава, получаемого в процессе плавки, напрямую зависит от качества и правильного выбора керамического тигля. Проблема использования тиглей заключается в их растрескивании и попадании мелких зёрен керамических материалов тигля в сплав, что ведет к его загрязнению и снижает срок службы тигля [6]. Обычно керамические тигли изготавливаются методом литья водной концентрированной суспензии (шликера) в гипсовые формы (при применении вибрации называется вибролитьём). После извлечения из формы заготовки тигля просушивают и затем обжигают при температурах 1450–1600°C [7–11]. Повышение температуры обжига способствует снижению открытой пористости, повышению плотности и усадки [10]. В рамках данной работы были исследованы несколько образцов тиглей повышенной металлоёмкости потенциально пригодных для использования при плавке ЖС.

Целью работы является: 1) разработка технологии заливки большого числа лопаток из жаропрочных никелевых сплавов, обеспечивающей одновременную подачу металла ко всем лопаткам и создание одинаковых условий затвердевания для каждой лопатки в отдельности; 2) Исследовать состав и структуру керамических тиглей, производства компании «ALD», Московского машиностроительного предприятия им. В.В. Чернышева (ММП) и научно-технического центра «Бакор».

Материалы и методики исследований

Моделирование заполнения и затвердевания

Моделирование процесса заполнения формы и затвердевания блока лопаток производили с помощью программы ProCast 2016.1. Теплофизические свойства сплава ЖС6У-ВИ рассчитывали для среднего состава с помощью термодинамической базы программы ProCast для

никелевых сплавов. Расчёт был проведён для равновесных условий кристаллизации.

Исследование состава огнеупорных тиглей

Исследовали муллитокорундовые тигли для плавки никелевых сплавов производства компании «ALD» (Германия), Московского машиностроительного предприятия им. В.В. Чернышева (г. Москва), далее обозначено как ММП и научно-технического центра «Бакор» (г. Щербинка).

От новых тиглей отбирался образец для исследования микроструктуры излома. Затем образцы тиглей подвергались размолу и получившийся порошок исследовался методами электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального анализа и рентгенофазового анализа. Химический состав материала тиглей определяли на площади образца равной 1 мм^2 .

Исследование микроструктуры и микрорентгеноспектральный анализ проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) TESCAN VEGA 3 SBH с приставкой энергодисперсионного микроанализа Oxford.

Рентгенофазовый анализ проводили при помощи настольного дифрактометра «Дифрей-401». Съёмка проводилась на излучении $K\alpha$ кобальта.

Результаты и их анализ

Разработка литниково-питающей системы

Разработка литниково-питающей системы производилась с учётом результатов компьютерного моделирования.

Для повышения адекватности компьютерного моделирования были уточнены теплофизические данные. На рис. 1 представлены зависимости коэффициента теплопередачи между отливкой и формой от температуры, взятые из работы [12] и базы данных программы ProCast. Коэффициент

теплопередачи между никелевым сплавом MAR-M247 и керамической формой из работы [12] обозначен 1, а коэффициент теплопередачи между сплавом IN713 и формой из муллита, взятый и из базы данных программы ProCast обозначен 2. В работе [13] представлены значения коэффициента теплопередачи между никелевым сплавом DD6 и керамической формой. Выше температуры ликвидуса сплава коэффициент теплопередачи имел значение $1000 \text{ Вт/м}^2\cdot\text{К}$, а ниже температуры солидуса значение $500 \text{ Вт/м}^2\cdot\text{К}$.

В связи с тем, что в найденных работах [12, 13] и базе данных программы ProCast указаны близкие значения коэффициентов теплопередачи, была скорректирована зависимость коэффициента теплопередачи от температуры, приведённая в программе ProCast в соответствии с рассчитанными температурами ликвидуса (1367°C) и солидуса (1332°C) сплава ЖС6У-ВИ. Полученная зависимость коэффициента теплопередачи между отливкой из сплава ЖС6У-ВИ и керамической формой обозначена на рис. 1 линией 3.

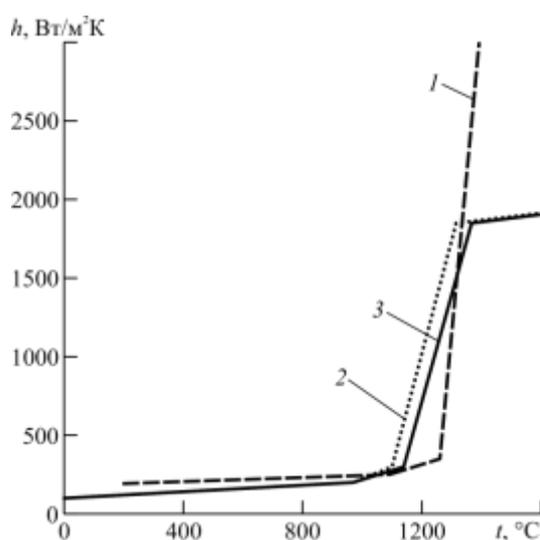
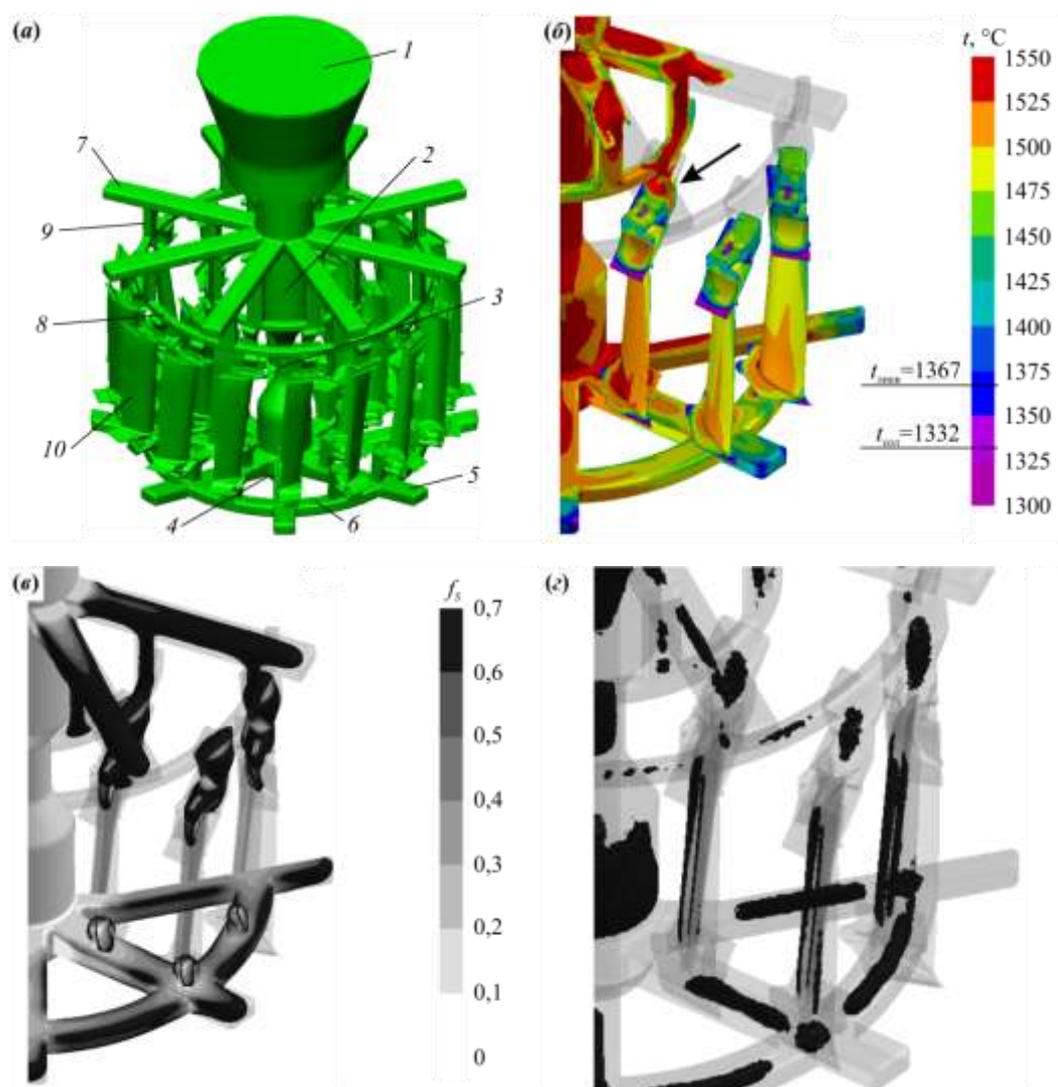


Рис. 1 – Зависимости коэффициентов теплопередачи между отливкой и керамической формой: 1 – никелевый сплав MAR-M247 [12]; 2 – никелевый сплав IN713 (ProCast); 3 – никелевый сплав ЖС6У-ВИ (эта работа)

На рис. 2, а представлена конструкция перспективной литниково-питающей системы. Диаметр и наклон относительно горизонтали нижних литниковых ходов подбирался таким образом, чтобы обеспечить равномерное и одновременное заполнение всех лопаток.

Моделирование заливки проводили при различном диаметре дросселирующего устройства с целью добиться заполнения всей лопатки через нижний литниковый ход, а прибили через верхний. На рис. 2, б представлено распределение температур по прошествии пяти секунд от начала заливки. Стрелкой показано место (прибыль), где происходит слияние холодного потока расплава, прошедшего через нижний литниковый ход и лопатку с горячим, прошедшим через верхний литниковый ход. Такая схема заливки должна обеспечить хорошее питание замка лопатки при затвердевании.

На рис. 2, в представлено распределение доли твёрдой фазы в блоке на 27-ой секунде от начала процесса заливки. Участки, где доля твёрдой фазы превышает 0,7, прозрачны. Видно, что тепловые узлы располагаются в нижнем литниковом ходе и в прибыли. Распределение пористости в лопатках по результатам моделирования затвердевания представлено на рис. 2, г. Чёрным цветом закрашены участки, где для пористости превышает 1%. Видно, что имеется пористость в пере лопатки. В нижней замковой части лопатки пористость отсутствует, а в верхней замковой части рядом с прибылью есть небольшие участки с пористостью. Такая доля пористости всегда присутствует в литых лопатках, так как дефекты усадочного характера можно устранить методом высокотемпературной газостатической обработки (ВГО) отливок [14].



1 - приёмная чаша; 2 - вертикальный колодец; 3 – дросселирующее устройство; 4 - зумпф; 5 – нижние литниковые ходы; 6 - элемент жёсткости; 7 – верхние горизонтальные литниковые ходы; 8 – кольцевой коллектор; 9 – верхние питатели; 10 – лопатки.

Рис. 2 – Схема литниковой системы (а). Распределение температур при заполнении литниково-питающей системы при времени от начала заполнения 5 секунд (б).

Распределение доли твёрдой фазы при 27-ой секунде от начала процесса заливки (в), участки с пористостью более 1 % по окончании процесса затвердевания (г)

Таким образом, разработанная конструкция литниково-питающей системы обеспечивает одновременную подачу металла во все лопатки и создание одинаковых условий затвердевания для каждой лопатки в отдельности.

Исследование состава огнеупорных тиглей

На рис. 3 представлены результаты рентгенофазового анализа. В каждом из образцов тиглей имеются корунд Al_2O_3 и муллит $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$. При этом соотношение корунда и муллита для всех исследуемых тиглей

различно. Максимальное содержание муллита наблюдается в тигле ALD – 35,6% мас. В тигле ММП доля муллита несколько ниже – 27,5% мас. Содержание муллита в тигле Бакор в 3 раза ниже, чем в тигле ММП и составляет 11% мас. Массовая доля SiO_2 , составила в тиглях ALD, ММП и Бакор – 6,3; 4,5 и 1,7% мас. соответственно. Видно, что содержание SiO_2 в тигле ALD практически совпадает с содержанием в тигле ПАО «УКРНИИО им. А.С. Бережного 6,6% мас. [7]. В тигле ММП также обнаружены карбид кремния SiC в количестве 1,2% мас., рутил TiO_2 – 0,3% мас и алюминат магния $\text{Mg}(\text{AlO}_2)_2$ – 0,6% мас.

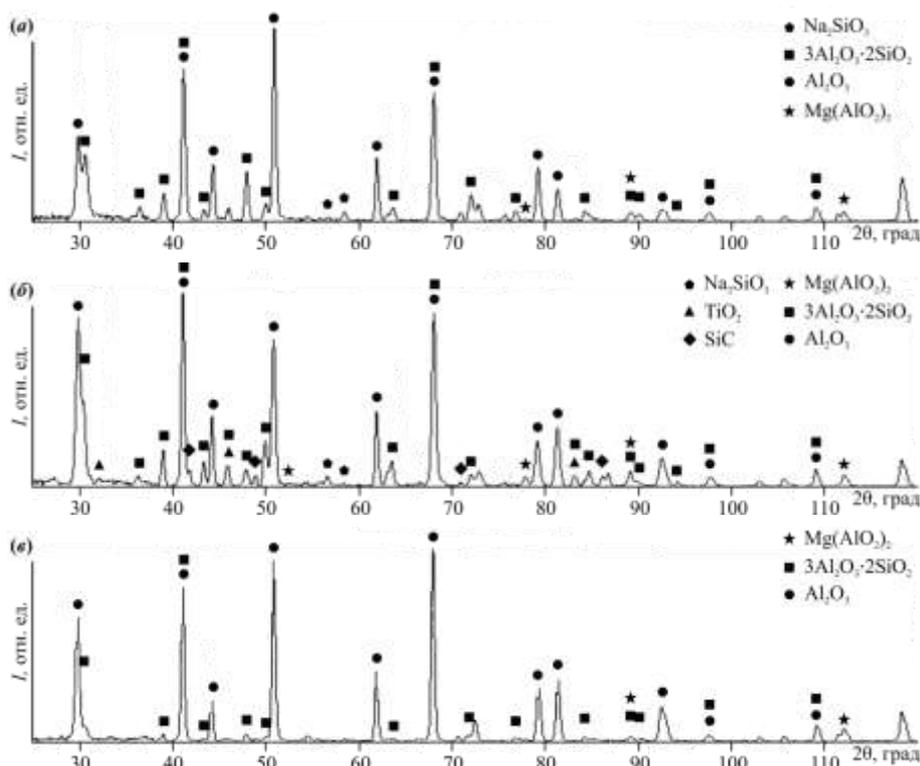


Рис. 3 – Дифрактограммы образцов тиглей: ALD (а), ММП (б), Бакор (в)

Таким образом, установлено, что все три тигля относятся к муллитокорундовым (МКТ) [7]. Поэтому работы по изготовлению собственного плавильного тигля были основаны на получении муллитокорундовой керамики.

Выводы

1. Разработана литниково-питающая система позволяющая производить заливку форм большой металлоёмкости (до 48 лопаток) из никелевого сплава ЖС6У-ВИ. Конструкция литниковой системы позволяет изготавливать керамические формы роботизированным способом.

2. С помощью математического моделирования было определён оптимальный диаметр дросселирующего устройства, при котором происходит слияние потоков расплава в прибыльной части лопаток.

3. Установлено, что тигли ALD, ММП и Бакор являются муллитокорундовыми и содержат 35,6; 26,5 и 11% мас. муллита соответственно.

Литература

1. Рахманкулов М.М., Паращенко В.М. Технология литья жаропрочных сплавов. М.: Интермет Инжиниринг, 2000. 464 с.

2. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / под. Ред. Е.Н. Каблова – 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.

3. Монастырский В.П., Монастырский А.В., Левитан Е.М. Разработка технологии литья крупногабаритных лопаток ГТД для энергетических установок с применением систем «Полигон» и ProCAST // Литейное производство. 2007. № 9. С. 29–34.

4. Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Нарский А.Р. Разработка опытной технологии изготовления отливок из жаропрочного сплава ВЖЛ21 // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S5. С. 17–22.

5. Дубровская А.С., Донгаузер К.А., Труфанов Н.А. Математическое моделирование процесса литья деталей газотурбинных двигателей // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2012. Т. 14, № 4(5). С. 1368–1371.

6. Шаяхметов У.Ш., Мурзакова А.Р., Васин К.А. Изготовление керамических огнеупорных тиглей // Огнеупоры и техническая керамика. 2012. № 10. С. 13–15.

7. Примаченко В.В., Мартыненко В.В., Шулик И.Г., Чаплянко С.В., Грицюк Л.В., Ткаченко Л.П. Вибролитые тигли различного состава для индукционной плавки жаропрочных сплавов // Литьё и металлургия. 2012. Т. 67, № 3. С. 169–171.

8. Викулин В.В., Русин М.Ю., Суздальцев Е.И., Горчакова Л.И., Кораблёва Е.А., Шкарупа М.И. Современные и перспективные керамические материалы производства ФГУП «ОНПП «Технология» // Огнеупоры и техническая керамика. 2009. № 9. С. 29–32.

9. Викулин В.В., Русин М.Ю., Храновская Т.М., Саванина Н.Н., Рогов Г.К. Корундомуллитовый материал для огнеприпаса и плавильных тиглей // Огнеупоры и техническая керамика. 2008. № 6. С. 40–42.

10. Meethong N., Siriroj J., Srilomsak S. Statistical analysis of composition and temperature for alumina crucible fabrication // Suranaree J. Sci. Technol.: SJST. 2013. Vol. 20. № 4. P. 317–327.

11. Thompson J.G., Mallett M.W. Preparation of crucibles from special refractories by slip-casting // J Res Natl Bur Stand. 1939. Vol. 23. P. 319–327.

12. Torroba A.J., Koeser O., Calba L., Maestro L., Carreno-Morelli E., Rahimian M., Milenkovic S., Sabirov I., Llorca J. Investment casting of nozzle guide vanes from nickel-based superalloys: part I—thermal calibration and porosity prediction // Integrating Materials and Manufacturing Innovation. 2014. Vol. 3. Is. 1. P. 25.

13. Jin H., Li J., Pan D. Application of inverse method to estimation of boundary conditions during investment casting simulation // Acta Metallurgica Sinica (English Letters). 2009. Vol. 22. Is. 6. P. 429–434.

14. Базылева О.А., Рассохина Л.И., Нефедов Д.Г., Роголёв А.М. Исследование влияния высокотемпературной газостатической обработки на структуру и свойства интерметаллидного сплава ВКНА-4 // Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 3. С. 163–166.

УДК: 621.745.56:620.180.2

Методика определения содержания кислорода в сложнолегированных никелевых расплавах в процессе вакуумной индукционной плавки с применением специальных кислородных зондов

Сидоров В.В.¹, д.т.н.; Ригин В.Е.¹, к.т.н.; Косенков О.М.¹

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Методика определения содержания кислорода по ходу вакуумной индукционной плавки с применением кислородных зондов реализована в серийном производстве. Это позволяет оперативно осуществлять корректировку параметров технологического процесса, обеспечивая тем самым ультранизкое содержание кислорода в сложнолегированных жаропрочных никелевых сплавах.

Разработанная на вакуумной индукционной установке VIM12 методика опробована на установке VIM150 при выплавке серийных жаропрочных никелевых сплавов и показала хорошую корреляцию с результатами определения содержания кислорода, выполненными традиционными методами. Указанная методика может применяться при выплавке известных и новых разрабатываемых жаропрочных сплавов.

Ключевые слова:

вакуумная индукционная плавка, окисленность расплава, замер э.д.с., кислородные зонды

Введение

Одним из важнейших условий обеспечения высоких служебных и технологических свойств жаропрочных никелевых сплавов является ультранизкое содержание вредных примесей: серы, фосфора, цветных металлов, неметаллических включений и газов, в особенности кислорода [1–7]. При повышенном содержании кислорода в сплаве образуются неметаллические включения в виде оксидных плен, которые резко снижают механические свойства и надежность деталей, являясь концентраторами напряжений, приводящих к зарождению трещин.

Особенно актуальны требования по содержанию кислорода к жаропрочным никелевым сплавам, предназначенным для монокристаллического литья, таким как ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и других марок, поскольку неметаллические включения являются центрами зарождения «паразитных» равноосных зерен в монокристаллах, что увеличивает отбраковку отливок. По сравнению со сплавами для равноосного литья, такими как ЖС6У-ВИ, ВЖЛ12У-ВИ, в которых предельно допустимое содержание кислорода составляет соответственно 0,0030 и 0,0050% (масс.), в сплавах для монокристаллического литья предельно допустимое содержание кислорода, как правило, не должно превышать 0,001–0,002% (масс.).

Основными источниками поступления кислорода в сплав являются шихтовые материалы, при этом фактическое содержание кислорода в каждом из них, как правило, неизвестно. Помимо материалов, содержание кислорода в готовом металле зависит также от величины натекания и остаточного давления газов в камере плавильной установки. Материал футеровки плавильного тигля также может способствовать поступлению кислорода в сплав. Таким образом, исходное содержание кислорода и величину его изменения в процессе плавки определить достаточно трудно.

Для снижения содержания кислорода в сплаве обычно применяют раскислители – элементы, имеющие высокое сродство к кислороду. В основном, это технологические микродобавки в виде кальция, магния или комбинация этих элементов в сочетании с другими раскислителями, вводимых в процессе плавки. Применяемые элементы-раскислители и их количество регламентируется технологией выплавки, которая для каждой марки сплава имеет характерные особенности. При этом количество вводимых раскислителей пропорционально содержанию кислорода в расплаве. Недостаточное количество раскислителей приводит к увеличению содержания кислорода в готовом сплаве, а также ухудшает усвоение микролегирующих элементов, таких церий, лантан, иттрий, что негативно сказывается на долговечности изделий. Избыточное количество раскислителей приводит к увеличению их остаточного содержания в сплаве выше оптимальных значений, следствием чего также является ухудшение свойств сплава.

Задача рафинирования жаропрочных никелевых сплавов от кислорода многократно усложняется при производстве безуглеродистых сплавов, технология изготовления которых предусматривает введение в сплав окиси никеля для последующего удаления углерода за счет его окисления. В этом случае из расплава необходимо дополнительно удалить еще и избыточный кислород, не вступивший во взаимодействие с углеродом. При этом фактическое содержание кислорода после проведения обезуглероживания расплава также неизвестно.

На основании изложенного выше, определение содержания кислорода в металле по ходу плавки и расчет требуемого количества элементов-раскислителей для обеспечения заданного содержания кислорода, установленного нормативной документацией, является весьма важной и актуальной задачей. Решение данной задачи позволит оперативно контролировать содержание кислорода в металле, влиять на его содержание в

процессе всей плавки и, в конечном итоге, существенно повысить качество выпускаемой продукции.

Термодинамические расчёты зависимости окисленности расплава (E), измеряемой в мВ, от содержания кислорода и температуры.

В настоящее время существуют различные методы определения содержания кислорода в металле. Однако все эти методы предназначены для определения содержания кислорода в готовом сплаве и не могут быть применены для оценки содержания кислорода непосредственно по ходу плавки, поскольку традиционные методы предусматривают отбор и подготовку проб, требующих значительных временных затрат. Указанные недостатки не позволяют оперативно принимать решения по корректировке параметров технологии по ходу плавки (введение дополнительного количества раскислителей) и гарантированно обеспечивать содержание кислорода в готовом металле в пределах требований технической документации.

Метод электродвижущих сил (э.д.с.) и созданные на его основе кислородные концентрационные элементы (к.к.э.) характеризуется отсутствием указанных недостатков [8]. Кроме того, этот метод имеет ряд преимуществ, к которым следует отнести следующие [9]:

- широкий диапазон измеряемых концентраций (активности) кислорода в металле;
- высокая селективность и быстрота реагирования, возможность непрерывного измерения активности кислорода;
- высокая чувствительность и достаточная точность измерения;
- широкий температурный интервал измерений;
- возможность проведения измерений непосредственно в анализируемой среде, т.е. без отбора проб.

Следует отметить, что данный метод определения кислорода применяется при производстве сталей в открытых индукционных и дуговых

печах. В литературе отсутствуют данные об использовании указанного выше метода при выплавке жаропрочных никелевых сплавов в вакуумных индукционных печах.

Для решения поставленной задачи было необходимо установить зависимости величины э.д.с. (E , мВ), возникающей в к.к.э., от содержания кислорода в жидких сложнoleгированных никелевых расплавах и от температуры расплава. С этой целью были проведены соответствующие термодинамические расчёты для сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖЛ21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ в диапазоне температур от 1550°C до 1650°C, наиболее характерных для выплавки этих сплавов.

В результате проведенных оценочных термодинамических расчётов зависимости окисленности расплава (E , мВ) от содержания в нём кислорода ($[O]$, % масс.) и его температуры для всех вышеперечисленных марок сплавов была установлена следующая закономерность: величина э.д.с. (E) принимает более отрицательные значения с увеличением содержания кислорода в расплаве и повышением температуры расплава, что полностью согласуется с теоретическими положениями работы [10].

Методика проведения эксперимента

Для измерения э.д.с. в качестве специальных датчиков использовали кислородные зонды фирмы Heraeus Electro-Nite тип Celox Al (CE36910490) (рис. 1). В этих зондах в качестве электрода сравнения использована смесь $Cr + Cr_2O_3$, помещенная в капсулу из твёрдого электролита из ZrO_2 , стабилизированного MgO , что обеспечивает ионную проводимость электролита в широком температурном интервале.

Celox[®] AI

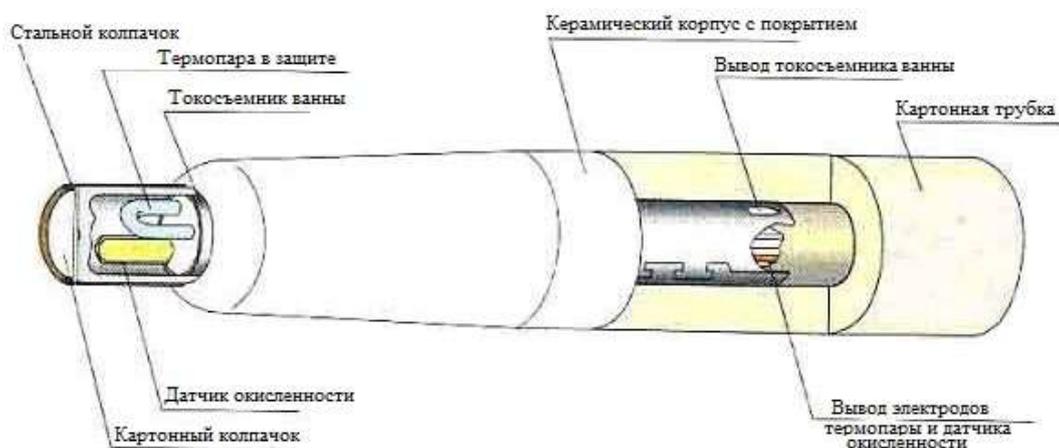


Рис. 1 – Кислородный зонд фирмы Heraeus Electro-Nite тип Celox AI

Схема замера э.д.с. кислородными зондами Celox AI представлена на рисунке 2.

Типовое отображение результатов замера окисленности расплава (E, мВ) и его температуры на приборе Multi-Lab III Celox, где 1 – замер температуры; 2 – замер E, мВ, показано на рисунке 3.

Пробы металла для последующего газового анализа после замера э.д.с. отбирали стальными пробоотборниками (см. рис. 2). Из полученных проб изготавливали образцы на газовый анализ (определение кислорода). Определение кислорода проводили на газоанализаторе фирмы Лесо TS 600.

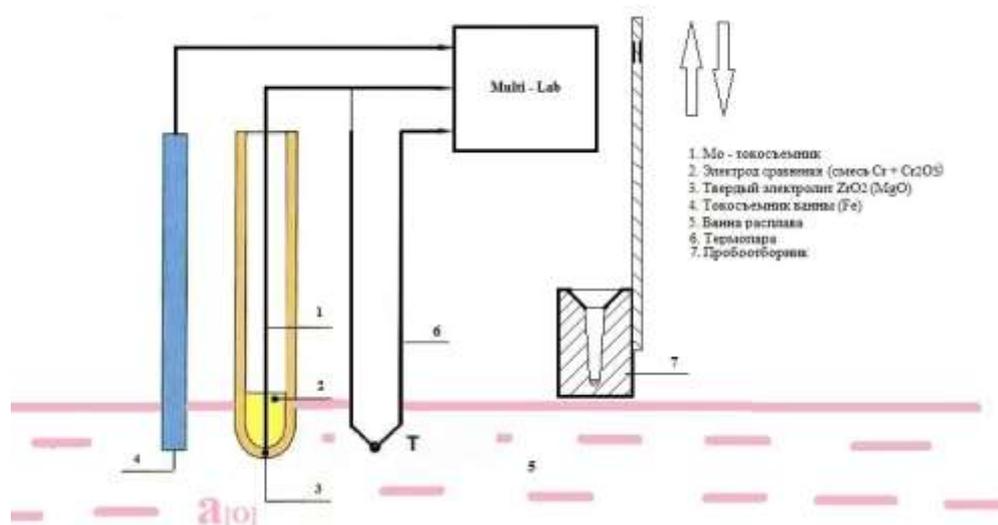
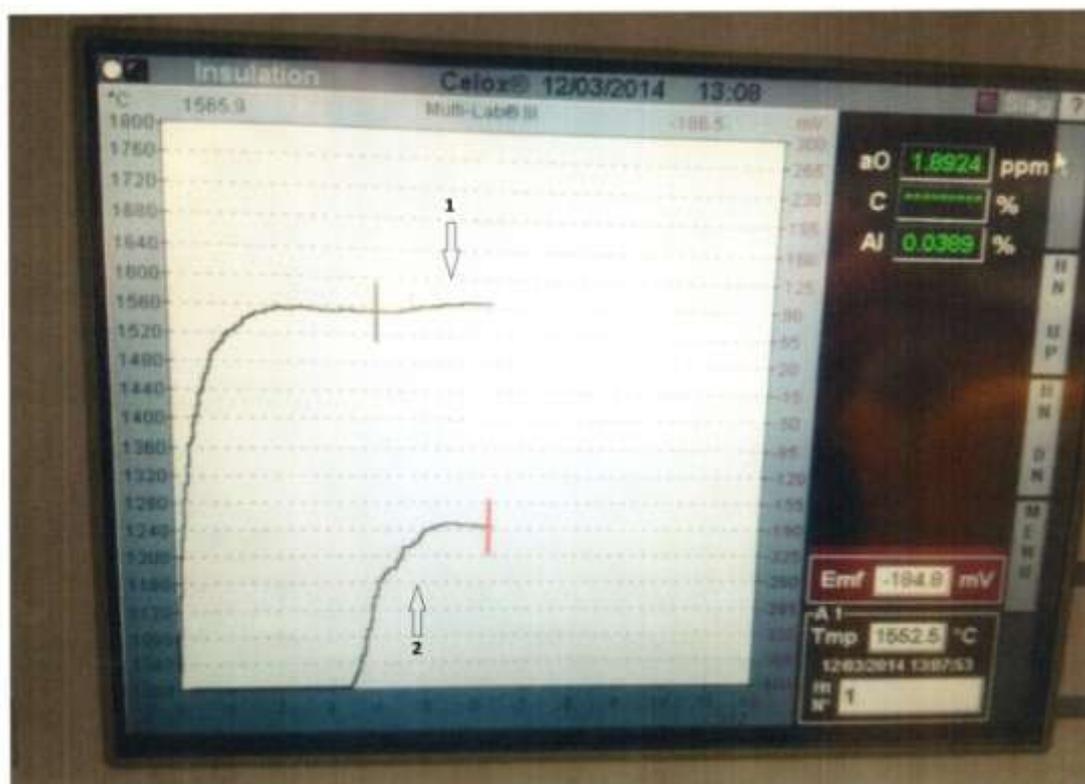


Рис. 2 – Схема замера окисленности расплава с помощью зонда с одновременным отбором пробы металла на кислород



Результаты исследования

На основании результатов экспериментов, проведённых на вакуумной индукционной плавильной установке VIM12, а также с учётом температурных поправок, установленных в результате проведения термодинамических расчётов и уточнённых в процессе проведения экспериментальных плавов, были получены зависимости окисленности расплава (E), измеряемой в мВ, от содержания в нём кислорода (в % масс.) и температуры металла для сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖЛ21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ. Для примера, полученные зависимости для сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ представлены на рисунках 4 и 5.

Дальнейшие работы по опробованию и освоению методики контроля окисленности сложнолегированных никелевых расплавов в процессе вакуумной индукционной плавки с применением специальных датчиков проводили на промышленной вакуумной плавильной установке VIM150 с ёмкостью тигля 650 кг [13] и оснащённой устройством для подключения специальных датчиков (кислородных зондов) и анализатором кислорода Multi-Lab III Celox [11].

Объектом исследования являлись сплавы ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ [14]. Измерение э.д.с. проводили кислородными зондами фирмы Heraeus Electro-Nite тип Celox Al CE36910690, которые отличались от зондов CE36910490, применяемых при проведении исследований на вакуумной плавильной установке VIM12, только длиной защитной картонной втулки. Замер э.д.с. осуществляли после доводки химического состава сплава до расчётного. Содержание кислорода в расплаве определяли по полученным ранее зависимостям на вакуумной плавильной установке VIM12 (рис. 4 и 5).

Результаты экспериментов по определению содержания кислорода в расплаве сплава ЖС26-ВИ по величине измеренной э.д.с. (E, мВ) в зависимости от температуры представлены на рис. 4 и в таблице 2. Плавки

проводились на промышленной вакуумной индукционной плавильной установке VIM150.

Так, на плавке 16Н-85н было получено значение $E = -215,7$ мВ при $t = 1573,2^\circ\text{C}$ (точка 1 на рисунке 4), что соответствует значениям содержания кислорода в расплаве 0,00145 % масс., что ниже предельных значений кислорода по ТУ для сплава ЖС26-ВИ, поэтому дополнительного раскисления не требуется. Дальнейшие технологические операции проводили в соответствии с действующей технологической инструкцией.

Аналогичные действия были проведены на плавке 16Н-100н: были получены значения $E = -212,5$ мВ при $t = 1615,0^\circ\text{C}$, что соответствовало содержанию кислорода в расплаве 0,0008% масс. по номограмме (точка 2 на рисунке 4).

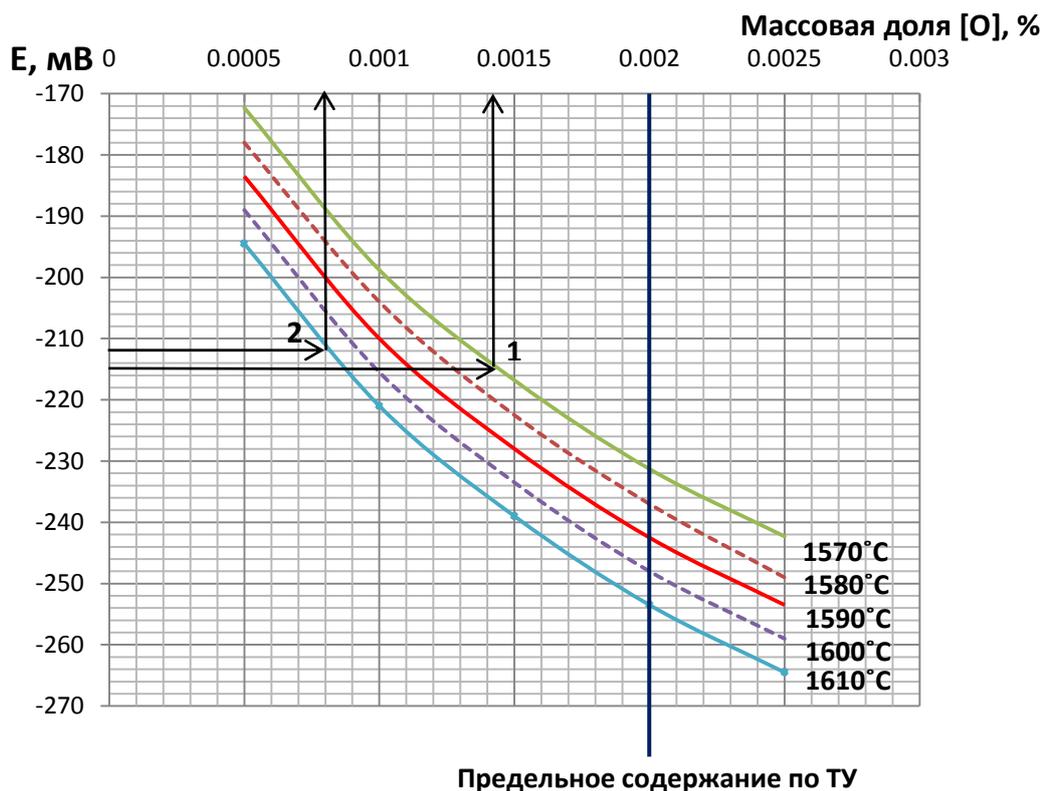


Рис. 4 – Зависимость величины э.д.с. (E, мВ) от температуры и содержания кислорода в процессе выплавки сплава ЖС26-ВИ (точка 1 – пл. № 16Н-85н; точка 2 – пл. № 16Н-100н)

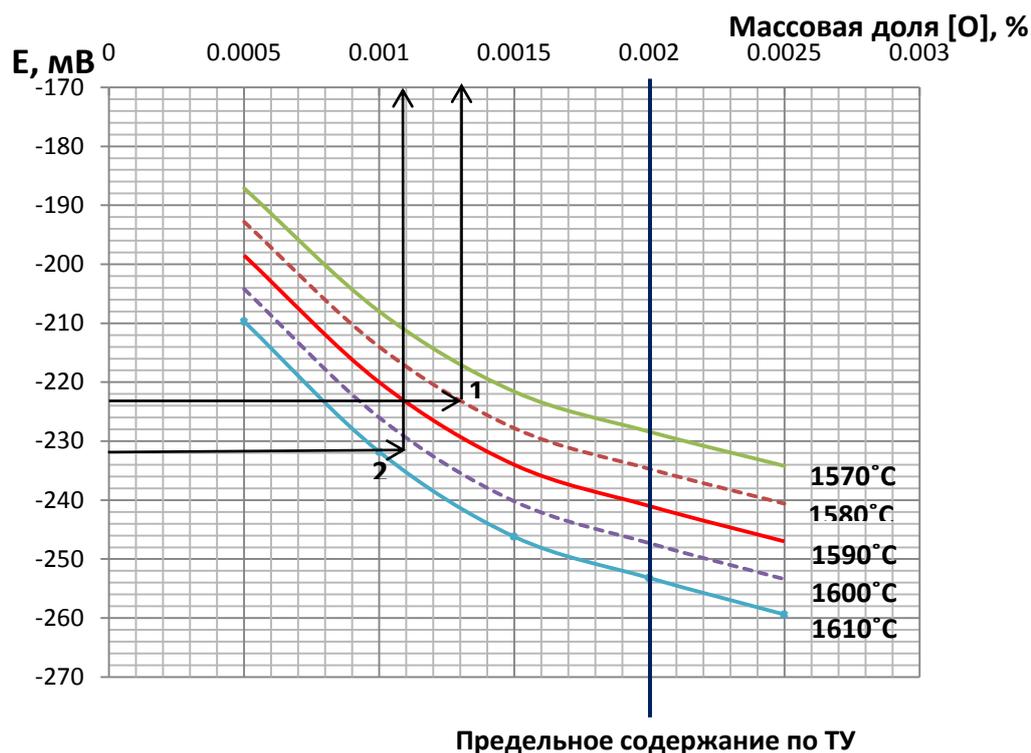


Рис. 5. Зависимость величины э.д.с. (Е, мВ) от температуры и содержания кислорода в процессе выплавки сплава ЖС32-ВИ (точка 1 – пл. № 17ТР-20н; точка 2 – пл. № 17ТР-21н)

На обеих плавках после замера э.д.с. отбирали пробы жидкого металла для проведения газового анализа на газоанализаторе фирмы Лесо TS 600. Также, в соответствии с ТУ на сплав проводили анализ содержания кислорода в готовой литой прутковой заготовке из сплава ЖС26-ВИ. Результаты анализов представлены в таблице 2.

Как показывают представленные результаты, величина относительной погрешности содержания кислорода в сплаве, определенная по номограмме и на газоанализаторе составляет, в среднем, 3,02 %, что сопоставимо с погрешностью метода определения кислорода в жаропрочных никелевых сплавах. Малая величина относительной погрешности подтверждает, что разработанная методика может применяться для проведения экспресс-контроля содержания кислорода в расплавах жаропрочных никелевых сплавов.

Следует отметить, содержание кислорода в литой прутковой заготовке (ЛПЗ) несколько ниже полученного по номограмме и во взятой пробе, поскольку после замера э.д.с. присаживали РЗМ.

Таблица 2

Результаты замеров э.д.с. (Е, мВ) и анализов содержания кислорода в сплаве ЖС26-ВИ

№ плавки	Е, мВ	t, °С	Содержание кислорода, % масс.		Относительная погрешность, %	Содержание [O] _{итог} в ЛПЗ, % масс.
			По номограмме	Из пробы		
16Н-85Н	-215,7	1573,2	0,00145	0,0014	3,57	0,0012
16Н-100Н	-212,5	1615,0	0,00079	0,00081	2,47	0,0006

Таблица 3

Результаты замеров э.д.с. (Е, мВ) и анализов содержания кислорода в сплаве ЖС32-ВИ

№ плавки	Е, мВ	t, °С	Содержание кислорода по номограмме, % масс.	Содержание [O] _{итог} в ЛПЗ, % масс.
17ТР-20Н	-223,2	1579,7	0,0013	0,0011
17ТР-21Н	-232,4	1605,0	0,0011	0,0009

Таким образом, установлено, что полученные зависимости окисленности расплава (Е) от содержания в нём кислорода и температуры при выплавке сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ на вакуумной индукционной плавильной установке VIM12, сохраняют свою адекватность и достоверность и в случае их выплавки на установке VIM150 с ёмкостью тигля 650 и 1000 кг. Указанное обстоятельство дает основание утверждать, что и аналогичные разработанные зависимости для сплавов ЖС36-ВИ, ВЖЛ21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ также могут применяться при их выплавке на установке VIM150.

В завершении необходимо отметить, что на основании статистической обработки полученных результатов, для всех вышеперечисленных марок сплавов разработаны математические модели зависимости окисленности расплава (Е) от содержания в нём кислорода в интервале от 0 до 0,0025%

масс. и в диапазоне температур от 1550 до 1650°C, которые можно представить в следующем общем виде:

$$E = a + bT + c \ln O + d \ln^2 O \quad (1)$$

где a, b, c, d – константы, зависящие от марки сплава;

E – значение окисленности расплава, мВ; O – содержание кислорода в расплаве, % масс.; T – температура расплава, °C.

Например, для сплава ЖС26-ВИ разработанная математическая модель имеет вид:

$$E = 104,04 - 0,55T - 122,315 \ln O - 5,789 \ln^2 O \quad (2)$$

Заключение

1. На основании проведённых термодинамических расчётов зависимости окисленности расплава от содержания в нём кислорода и его температуры разработана методика определения содержания кислорода в сложнолегированных жаропрочных никелевых сплавах в процессе вакуумной индукционной плавки на установках VIM12 и VIM150 с применением кислородных зондов.

2. Установлены зависимости величины окисленности расплава (E , мВ), от содержания в нём кислорода (в % масс.) и температуры металла для сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖЛ21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ, выплавленных на установке VIM12 и разработаны соответствующие математические модели для каждого из них.

3. Разработанная методика опробована и освоена методика на промышленной установке VIM150 с ёмкостью тигля 650 и 1000 кг при выплавке серийных жаропрочных никелевых сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ.

4. Разработанная методика определения содержания кислорода в расплаве с применением кислородных зондов в процессе плавки на

установках VIM12 и VIM150 может применяться также для других, в том числе новых разрабатываемых жаропрочных сплавов [12].

Литература

1. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов / 75 лет. Авиационные материалы. М.: ВИАМ. 2007. С. 125–132.

2. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Герасимов В.В., Бондаренко Ю.А. Влияние примесей серы и фосфора на свойства монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ и разработка эффективных способов его рафинирования // Авиационные материалы и технологии 2015. №3 (36). С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-3-3-3-9

3. Каблов Д.Е., Беляев М.С., Сидоров В.В., Мин П.Г. Влияние примесей серы и фосфора на малоцикловую усталость монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ // Авиационные материалы и технологии 2015. №4 (37). С. 25–28. DOI:10.18577/2071-9140-2015-0-4-25-28.

4. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И. Влияние фосфора и кремния на структуру и свойства высокожаропрочных литейных сплавов и разработка эффективных методов устранения их отрицательного влияния // МиТОМ. 2015. №6 (720). С. 55–59.

5. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Вадеев В.Е. Влияние примесей и лантана на эксплуатационные свойства сплава ЖС36-ВИ. // Металлургия машиностроения. 2015. №6. С.19–23.

6. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Будиновский С.А., Мин П.Г. Влияние примеси серы на жаростойкость монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ с защитным покрытием // Авиационные материалы и технологии. 2016. №1 (40). С. 20–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-20-23.

7. Мин П.Г., Сидоров В.В., Будиновский С.А., Вадеев В.Е. Влияние серы на жаростойкость монокристаллов жаропрочного никелевого сплава системы

Ni-Al-Co-Re-Ta-Mo-W-Ru-Cr // Материаловедение, 2016. №7.
С 9–12.

8. Лузгин В.П., Явойский В.И. Газы в стали и качество металла. М.: Металлургия, 1983. 232 с.

9. Лузгин В.П., Зинковский И.В., Покидышев В.В., Иванов А.А. Кислородные зонды в сталеплавильном производстве. М.: Металлургия, 1989. 144 с.

10. Падерин С.Н., Серов Г.В., Шильников Е.В., Алпатов А.В. Электрорхимический контроль и расчёты сталеплавильных процессов. М.: Изд. Дом МИСиС, 2011. 284 с.

11. Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технология и оборудование // под общ. ред. Е.Н.Каблова. – М.: ВИАМ, 2016. – 368 с.: ил.

12. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные сплавы нового поколения // 75 лет. Авиационные материалы. М.: ВИАМ. 2007. С. 27–44.

13. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., 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.

14. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В., Мин П.Г. Инновационная технология производства жаропрочного сплава ЖС32-ВИ с учетом переработки всех видов отходов в условиях сертифицированного серийного производства ФГУП «ВИАМ» // Труды ВИАМ. 2014. №6. Ст. 01.

УДК 548.3

Изучение растворимости углерода в полиморфных модификациях силицидов ниобия естественных эвтектических композитов Nb- Si методами атомистического моделирования

Кузьмина Н.А.¹, к.г.-м.н.; Марченко Е.И.²; Еремин Н.Н.², д.х.н.;

Светлов И.Л.¹, д.т.н.; Якушев Д.А.²

lab1@viam.ru; neremin@geol.msu.ru

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

²МГУ имени М.В. Ломоносова

Аннотация:

Методами атомистического компьютерного моделирования исследовалось вхождение примесных атомов углерода в кристаллические структуры α -, β -, и γ -модификаций Nb_5Si_3 , являющихся армирующей фазой *in-situ* композитов на основе системы Nb-Si. Рассчитана энергия структуры при разных концентрациях элемента внедрения углерода для α -, β -, и γ -модификаций Nb_5Si_3 . На основании рассчитанных значений энергии и параметров структуры дана оценка пределу растворимости углерода в этих силицидах.

Ключевые слова:

ниобий-кремниевые естественные композиционные материалы, жаропрочные сплавы, компьютерное моделирование, предел растворимости, сверхъячейка

Введение

Развитие монокристаллических жаропрочных сплавов I, II, III и IV поколений сопровождалось одновременным увеличением длительной прочности и плотности за счет легирования тяжелыми тугоплавкими элементами. Увеличить длительную прочность без повышения плотности сплава, возможно с переходом от сплавов на никелевой основе к естественным композитам системы **Nb-Si**, в которых основными фазами являются пластичная матрица Nb и армирующая фаза – силицид ниобия. Эти сплавы имеют на 20–25% меньшую плотность чем никелевые сплавы и рабочие температуры – 7,2–7,5 г/см³ вместо 8,9–9,2 г/см³ для никелевых жаропрочных сплавов; более высокую рабочую температуру: 1350°С вместо 1150°С и большую удельную жаропрочность при высоких температурах.

В настоящее время естественные композиты на основе Nb-Si находятся в стадии доработки составов сплавов в направлении повышения их жаростойкости и устойчивости к окислению [1]. Для повышения эксплуатационных свойств осуществляется легирование ниобий-кремниевых композитов: добавки титана и алюминия – для понижения плотности, хром и бор – для понижения сопротивления окислению, добавки гафния, молибдена и вольфрама повышают жаропрочность [2]. Наряду с полезными легирующими элементами замещения в состав композита могут входить в небольших количествах нежелательные примеси внедрения, такие как углерод, кислород и азот. Эти элементы попадают в композит вместе с шихтовыми материалами или в процессе производства [3].

Атомы внедрения имеют меньшие радиусы, чем атомы вмещающей структуры, и занимают позиции в междоузлиях решетки основного вещества, образуя твёрдый раствор внедрения.

Согласно бинарной диаграмме состояния Nb-C в твёрдом растворе ниобия при эвтектической температуре (2330°С) растворяется 5,8 ат% углерода, а при комнатной температуре растворимость углерода снижается

до 10^{-2} – 10^{-3} . Поэтому можно считать, что весь углерод полностью растворён в силициде [4].

Экспериментальные исследования тройной системы Nb-Si-C проводились в нашей стране ещё в 70-х гг. при изучении явления сверхпроводимости [5]. Показано, что от содержания углерода в составе тройной системы Nb-Si-C зависит устойчивость той или иной полиморфной модификации Nb₅Si₃. В системе Nb-Si-C присутствуют все три модификации силицида Nb₅Si₃. По результатам эксперимента растворимость углерода при температуре 1073К в низкотемпературной модификации α-Nb₅Si₃ (структурный тип Cr₅V₃) меньше 0.5 ат. %. Высокотемпературная β-модификация (структурный тип Mo₅Si₃) стабилизируется при содержании углерода 0.5–4.0 ат. %, γ-фаза с гексагональной структурой (структурный тип Mn₅Si₃) гомогенна при содержании углерода 4–6 ат.%. При более высоком содержании углерод образует самостоятельную фазу NbC (структурный тип NaCl).

По результатам испытаний образцов Nb-Si композитов отмечается [6] экспериментально наблюдаемое различие скоростей высокотемпературной ползучести композитов, армированных γ-Nb₅Si₃ или α-Nb₅Si₃ силицидами. Показано, что силицид γ-Nb₅Si₃ с гексагональной кристаллической структурой имеет на порядок большую скорость стационарной ползучести на сжатие чем тетрагональный силицид α-Nb₅Si₃ при температурах 1200°C и 1350°C, чем при тех же условиях испытания. Такая разница обусловлена различными атомными механизмами высокотемпературной деформации ползучести этих силицидов.

Экспериментально установлена фазовая нестабильность композита с гексагональной модификацией силицида, так как при термообработке в этом силициде образуется оксид гафния [7].

В отличие от гексагональной, тетрагональные модификации силицида имеют более плотную структуру, ограничивающую диффузию примесных элементов внедрения, и следовательно, более устойчивую к окислению [8].

В то же время проводятся исследования, в которых элементы внедрения намеренно добавляют в систему в процессе выплавки в качестве легирующих компонентов. Если его содержание в системе превышает предел растворимости в фазах композита, то этот элемент образует самостоятельную фазу. Предполагается, что образовавшиеся карбиды, оксиды, нитриды, могут внести дополнительный вклад в упрочнение композита. Группа японских учёных исследовала воздействие добавок углерода на свойства естественного композита на основе Nb-Si [9–12]. По результатам проведённых испытаний сжатие на прочность при температурах 1773К и 1417К и ударную вязкость разрушения, авторы отметили, что карбидная фаза NbC действительно дисперсионно упрочняет композит, повышая вязкость разрушения. Таким образом, наряду с композиционным упрочнением силицидами создаётся дополнительное карбидное упрочнение.

Атомы внедрения, занимая межузельные позиции, формируют дефектную структуру. От содержания примесей углерода зависит структурный тип силицида и свойства композита в целом.

В последние десятилетия произошёл качественный скачок быстродействия компьютеров, что позволило с успехом заменить сложный физический эксперимент вычислительным. Мощным инструментом исследования реальных структур является компьютерное моделирование, в том числе с применением потенциалов межатомного взаимодействия [13].

Целью данной работы является исследование энергетических эффектов связанных с растворением углерода в кристаллических структурах трёх модификаций силицидов Nb₅Si₃ методами атомистического моделирования, и сопоставление результатов, полученных теоретически с данными эксперимента.

Материал и методика исследования

Расчеты осуществлялись полу-эмпирическими методами с использованием программы GULP [14]. Для моделирования вхождения атомов углерода в структуры Nb_5Si_3 были сконструированы сверхъячейки различной размерности: для $\alpha-Nb_5Si_3$ $3 \times 3 \times 5$ (1440 атомов), $\beta-Nb_5Si_3$ $4 \times 4 \times 3$ (1536 атомов), содержащие приблизительно равное число атомов и имеющие сопоставимые параметры элементарных ячеек и $3 \times 3 \times 5$ для $\gamma-Nb_5Si_3$ (720 атомов). В качестве короткодействующих потенциалов межатомного взаимодействия были выбраны потенциалы вида Морзе:

$$V(r) = D \cdot [\exp(-2\sigma(r - r_0)) - 2\exp(-\sigma(r - r_0))],$$

где r – расстояние между атомами (Å), D – энергия разрыва связи между атомами (eV), σ – параметр мягкости (Å⁻¹), r_0 – длина связи между атомами (Å);

Параметры межатомных потенциалов взаимодействия для пар атомов Nb-Si, Nb-Nb, Si-Si, Nb-C, C-C, Si-C приведены в таблице 1 [15]. Предложенная модель с нулевыми зарядами на атомах воспроизводит структурные характеристики исследуемых модификаций с точностью до 3%.

Таблица 1

Параметры потенциалов Морзе межатомного взаимодействия, используемые при расчетах, где r_{cut} - радиус действия потенциала

Пара атомов	D , эВ	σ , Å ⁻¹	r_0 , Å
Nb-Nb	0.3501	1.0706	3.556
Nb-Si	0.535195	2.575885	2.688328
Si-Si	0.233629	1.679402	2.350483
Nb-C	0.040515	2.238074	2.330894
Si-C	0.669525	1.918172	1.107142
C-C	0.341557	1.924411	1.112259

Примесные атомы внедрения углерода помещались в исследуемые силициды в наиболее выгодные с энергетической точки зрения кристаллографические позиции в структуре [8]. Концентрация примесных атомов варьировалась на сверхъячейку от 1 до 9 (0,07 – 0,63 ат.%) для α -Nb₅Si₃, от 1-10 (0,065 – 0,65 ат.%) для β -Nb₅Si₃; и 1-80 (0,137 – 10,99) для γ -Nb₅Si₃ на сверхъячейку. Для сравнения различных методик расчеты проводились как с возможностью варьирования параметров элементарных ячеек, так и в ячейках с фиксированным объемом. Оба режима расчетов приводят к схожим результатам (табл. 2). Для корректного сравнения полученные значения энергии Гиббса были пересчитаны на одну формулу.

Таблица 2

Энергия Гиббса для α -Nb₅Si₃ в зависимости от выбора режима расчетов.

Число атомов углерода в сверхъячейке	G, эВ/формула Расчет с фиксированным объемом	G, эВ/формула Расчет с возможностью варьировать параметры ячейки
0	-30,24	-30,29
1	-30,26	-30,29
2	-30,26	-30,30
4	-30,26	-30,30
8	-30,30	-30,33
9	-30,30	-30,35

Результаты и обсуждение

Оценена оптимальная концентрация примеси углерода для стабилизации структуры силицидов. Вхождение примесей углерода в малых концентрациях – 0.01 атомов углерода на формулу соединения стабилизирует структуру тетрагональных модификаций, что сопровождается понижением свободной энергии Гиббса ΔG_{273K} (табл. 3, рис. 1), и уменьшением объема кластера (табл. 4) в результате равномерного сжатия по всем параметрам.

Таблица 3

Изменение энергии Гиббса G_{273K} при вхождении атомов-примесей углерода в α -, β - и γ - Nb_5Si_3 с фиксированным объемом

Количество атомов углерода на формулу соединения	G_{273K}		
	α - Nb_5Si_3	β - Nb_5Si_3	γ - Nb_5Si_3
0.01	-30.72	-30.26	-30.45
0.02	-30.74	-30.27	-30.45
0.03	-30.75	-30.28	-30.45
0.04	-30.76	-30.29	-30.46
0.05	-30.77	-30.30	-30.46

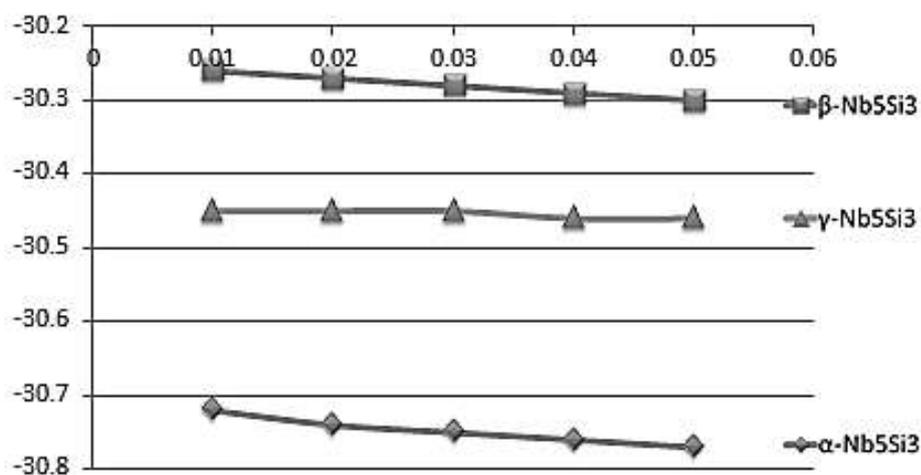


Рис. 1 – Изменение энергии Гиббса при вхождении атомов-примесей углерода в структуре α -, β - и γ - Nb_5Si_3 с фиксированным объемом.

Для α -модификации при увеличении концентрации с 0.01 – до 0.05 степень сжатия уменьшается (рис. 2) и смену сжатия ячейки на расширение следует ожидать при концентрации 0.06 атомов углерода на формулу, что может являться пределом насыщения по углероду для этой модификации.

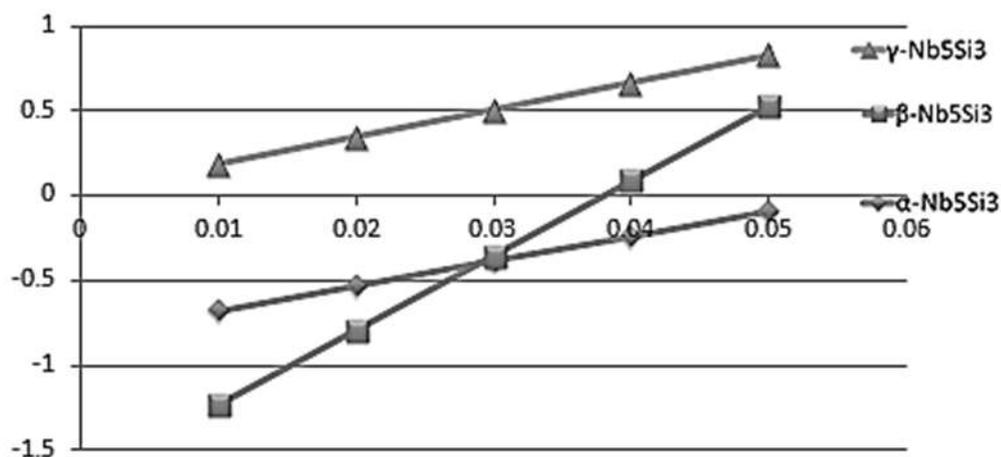


Рис. 2 – Изменение объемов сверхъячеек при вхождении атомов углерода относительно беспримесных модификаций

Как видно из таблицы 3 и рисунка 2 при достижении концентрации 0.04 атомов углерода на формулу для β - модификации сжатие сменяется нарастающим расширением, что также может говорить о приближении точки насыщения по углероду для этой модификации.

Таблица 4

Изменение объемов сверхъячеек при вхождении атомов углерода относительно беспримесных модификаций

Количество атомов углерода на формулу соединения	$\Delta V, \text{Å}^3$		
	$\alpha\text{-Nb}_5\text{Si}_3$	$\beta\text{-Nb}_5\text{Si}_3$	$\gamma\text{-Nb}_5\text{Si}_3$
0.01	-0.68	-1.23	0.19
0.02	-0.53	-0.79	0.35
0.03	-0.38	-0.35	0.51
0.04	-0.24	0.09	0.67
0.05	-0.09	0.53	0.83

Для гексагональной модификации динамика понижения энергии Гиббса $\Delta G_{273\text{K}}$ с ростом концентрации примеси менее выражена, чем для тетрагональных структур (рис. 1), при этом при любой концентрации углерода происходит увеличение объема структуры за счет увеличения параметра c , вследствие вхождения примеси в канал структуры. Объем

увеличивается с ростом концентрации (табл. 4, рис. 2). Гексагональная модификация силицида имеет принципиально иной тип дефектов, так как примеси углерода заполняя пустоты канала, формируют одномерный дефект структуры, что может быть причиной механических напряжений в данном направлении.

Пределом насыщения может служить ёмкость каналов, которая составляет для структуры этого типа (Mn_5Si_3) 0,5 атома на формулу соединения или 11 ат%. Предельная концентрация в ниобиевом силициде экспериментально определена, как 0,25 (4–6 ат%), т.е. занята половина имеющихся пустот в каналах структуры. Превышение этой концентрации ведёт к образованию фазы NbC (структурный тип NaCl).

Созданные атомные кластеры с оптимизированной структурой – суперячейки, являются основой для дальнейшего исследования процессов замещения в более сложных составах, приближенных к реальным композитам, и для перехода от методов полуэмпирического атомистического моделирования к методам «из первых принципов» – квантово-химических расчётов.

Выводы

Таким образом, в результате проведенных расчетов можно сделать следующие выводы:

1. В структуре тетрагональных модификаций углерод образует изолированные дефекты в концентрации от 0.01-0.04 атомов на формулу и понижает энергию Гиббса, оказывая при этих концентрациях стабилизирующее воздействие на обе тетрагональные модификации, что сопровождается уменьшением объёма кластера в результате равномерного сжатия структуры по всем параметрам.

2. Растворимость в $\alpha-Nb_5Si_3$ выше, чем $\beta-Nb_5Si_3$. Что согласуется с кристаллохимическим анализом структуры [8] и не подтверждает результаты эксперимента Савицкого при $T=1023K$ [5]. Предельная концентрация

углерода, стабилизирующего структуру в α - Nb_5Si_3 , составляет 0.06 атомов в пересчёте на формулу соединения. Предельная концентрация углерода, стабилизирующего структуру в β - Nb_5Si_3 составляет 0.04 атомов в пересчёте на формулу соединения.

3. Примеси углерода стабилизируют структуру γ - Nb_5Si_3 и формируют одномерный дефект вдоль направления Z. Вхождение углерода в канал приводит к заметному росту параметра вдоль оси c, что может привести к существенным механическим напряжениям в этом направлении структуры. Предельная концентрация углерода для гексагональной модификации ограничена ёмкостью канала и не превышает $\text{Nb}_5\text{Si}_3\text{C}_{0,25}$.

Литература

1. 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.

2. Светлов И.Л. Высокотемпературные Nb–Si композиты // Материаловедение, 2010. № 9–10. С. 18–38.

3. Светлов И.Л., Кузьмина Н.А., Нейман А.В., Исходжанова И.В., Карпов М.И., Строганова Т.С., Коржов В.П., Внуков В.И. Влияние скорости кристаллизации на микроструктуру, фазовый состав и прочность in-situ композита Nb/Nb₅Si₃ // Известия Российской академии наук. Серия физическая, Т.79. №9. 2015. С. 1294–1299.

4. Семенов В.Е., Пилипенко Н.Н. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. 2007. № 4. С. 143–148.

5. Савицкий Е.М., Ефимов Ю.В., Бодак О.И., Харченко О.И., Мясникова Е.А. Система ниобий-кремний-углерод // Неорганические материалы. 1981. Том 17. № 12. С. 2207–2210.

6. Bewlay B.P., Briant C.L., Sylven E.T., Jackson M.R. The effects of substitutional additions on creep behavior of tetragonal and hexagonal Nb-silicides. *Mat. Res. Symp. Proc. Vol. 753. 2003. pp. 321–326.*

7. Кузьмина Н.А., Еремин Н.Н., Марченко Е.И., Светлов И.Л., Муромцев Н.А., Нейман А.В., Якушев Д.А. Пути диффузии примесей внедрения в силициде ниобия Nb_5Si_3 различных полиморфных модификаций// Кристаллография. 2017 (?)

8. Муромцев Н.А., Марченко Е.И., Еремин Н.Н., Кузьмина Н.А. Теоретический кристаллохимический анализ пустот в кристаллических структурах полиморфных модификаций Nb_5Si_3 . // Сб. 8-й Всероссийской конференции «Минералы: строение, свойства, методы исследования». Екатеринбург. 2016. С. 100–101.

9. Kim W., Tanaka H., Hanada S. Effect of W Alloying and NbC Dispersion on High Temperature Strength at 1773 K and Room Temperature Fracture Toughness in Nb_5Si_3/Nb In-situ Composites. *Materials Transactions, Vol. 43, № 6, 2002, pp.1415–1418.*

10. Sha J., Hirai H., Tabaru T., Kitahara A., Ueno H., Hanada S. (Япония) Effect of carbon on microstructure and high-temperature strength of Nb-Mo-Ti-Si in situ composites prepared by arc-melting and directional solidification.// *Materials Science and Engineering A 343, 2003, 282–289.*

11. Fujikura M., Kasama A., Tanaka R., Hanada S. Effect of alloy chemistry on the high temperature strengths and room temperature fracture toughness of advanced Nb-based alloys. // *Materials Transactions. V. 45. № 2. 2004. Pp. 493–501.*

12. Kim J., Yoshimi K., Katsui H., Goto T. Effect of Ti addition on density and microstructure development of MoSiBTiC alloy. // *Material Research Society. V. 1760. 2015. DOI:10.1557//opl. 2015.8.*

13. Урусов В.С., Еремин Н.Н. Атомистическое компьютерное моделирование структуры и свойств неорганических кристаллов и минералов, их дефектов и твёрдых растворов. М. ГЕОС. 2012. 428 с.

14. Gale G.D., Gale J.D. GULP: A computer program for the symmetry adapted simulation. *Journal of the Chemical Society // Faraday Transactions*. 1997. Vol. 93. P. 629–637. DOI: 10.1039/A606455H.

15. Якушев Д.А., Кузьмина Н.А., Еремин Н.Н., Марченко Е.И. Особенности кристаллических структур силицидов ниобия, содержащих примеси углерода и бора по данным суперкомпьютерных расчетов. // Сб. Тез. Всесоюзного ежегодного семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии. 2017. ГЕОХИ РАН. Москва. С. 145.

УДК 621.745.55:669.245

Закономерности влияния примесей на структуру и свойства монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов

Каблов Д.Е.¹, к.т.н.; Мин П.Г.¹; Сидоров В.В.¹, д.т.н.;

Чабина Е.Б.¹, к.т.н.; Вадеев В.Е.¹

viamlab3@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Представлены структурные изменения в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавах с повышенным содержанием серы, фосфора и кремния. Показано отрицательное влияние данных примесей на длительную и усталостную прочность при рабочих температурах на больших базах испытаний.

Ключевые слова:

жаропрочный сплав, монокристалл, структура, свойства, примеси, сера, фосфор, кремний

Введение

Важнейшей задачей авиационного двигателестроения является повышение рабочей температуры газа и ресурса двигателя. В настоящее время одним из эффективных способов решения данной задачи является применение в газотурбинных двигателях рабочих лопаток с монокристаллической структурой.

Однако, как показывает отечественный и зарубежный опыт, получить высококачественные лопатки с бездефектной монокристаллической структурой возможно только за счет применения в них сплавов с ультранизким содержанием в них вредных примесей, газов и неметаллических включений. Это связано с тем, что с одной стороны примеси являются источником зарождения паразитных зерен, т.е. мешают росту монокристалла заданной кристаллографической ориентации (КГО), а с другой стороны являются концентраторами напряжений, инициирующими зарождение трещин при эксплуатации лопаток.

Из анализа литературы следует, что одним из наиболее вредных примесей, отрицательно влияющих на структуру и свойства поликристаллических сплавов, являются сера, фосфор и кремний [1–5]. Сера образует с компонентами сплавов сульфиды, являющимися концентраторами напряжений и снижающими длительную и усталостную прочность, а также пластичность сплавов [6, 7]. Фосфор концентрируется в междендритных областях и образуемая фосфор-содержащая фаза является местом преимущественного образования и распространения трещин, что ускоряет процесс разрушения сплава при высоких температурах [8]. Кремний увеличивает количество эвтектической γ' - фазы и способствует образованию пластинчатых карбидов, что негативно влияет на длительную прочность сплавов при повышенных температурах, а также способствует образованию ТПУ фаз в процессе эксплуатации [9–12].

Между тем, при выплавке сплавов происходит неизбежное попадание этих примесей из шихтовых материалов, а фосфор неконтролируемо переходит в расплав из футеровки плавильного тигля, содержащей до 4% P_2O_5 .

В отличие от равноного литья при направленной кристаллизации монокристаллических сплавов за счет длительного контакта расплава с керамикой литейной формы и стержневой массы, содержащей свободную

(несвязанную) SiO_2 , происходит интенсивное насыщение расплава кремнием, особенно углеродистых сплавов [13].

Важно отметить, что все ранее проведенные исследования влияния перечисленных примесей на структуру и свойства выполнены только на сплавах с равноосной структурой, где примеси сегрегируют на границах зерен и дефектах кристаллической структуры. Поведение примесей в условиях монокристалла, т.е. в отсутствии большеугловых границ, до настоящего времени не было изучено.

Данная работа направлена на изучение влияния примесей серы, фосфора и кремния на структуру и свойства монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов.

Основная часть представленных результатов получена при выполнении работ по проекту ориентированных фундаментальных научных исследований № 13-08-12055_офи_м.

Методика исследования

В качестве объекта исследования выбраны отечественные безуглеродистые монокристаллические никелевые жаропрочные сплавы (МНЖС): ЖС36-ВИ, ВЖМ4-ВИ и ВЖМ5-ВИ. Составы сплавов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Номинальный химический МНЖС-объектов исследования

Сплав	Ni	C	Cr	Co	Mo	W	Re	Ru	Nb	Al	Ti	Ta
ЖС36-ВИ*	Осн.	$\leq 0,015$	4,0	7,0	1,6	11,75	2,05	-	1,1	5,85	1,1	-
ВЖМ4-ВИ**	Осн.	$\leq 0,008$	2,7	6,0	4,0	4,0	6,0	4,0	-	6,0	-	4,5
ВЖМ5-ВИ***	Осн.	$\leq 0,015$	4,5	9,0	1,9	6,0	3,75	-	-	5,95	0,8	6,0

* Патент РФ № 1513934 от 10.04.1995

** Патент РФ №2293782 от 20.02.2007

*** Патент РФ № 2318030 от 27.02.2008

Выплавку сплавов проводили в вакуумной индукционной печи УВНС-

4 (типа ВИАМ-2002). Часть плавок были выплавлены с дополнительным введением S, P, и Si.

Из полученных шихтовых заготовок отливали монокристаллы с кристаллографической ориентацией (КГО) [001] методом LMC (liquid metal cooling) на промышленной установке УВНК-9А.

Содержание серы определяли ИК-методом на газоанализаторе Leco CS-600 [14], содержание кремния и фосфора – масс-спектрометрическим методом на спектрометре с индуктивно связанной плазмой «ICAPQ» с приставкой лазерного пробоотбора «NWR 266» [15].

Микроструктуру и локальный химический состав исследовали на растровом электронном микроскопе Hitachi SU 8010¹ с приставкой для микрорентгеноспектрального анализа EDS X-Max 80.

Исследования распределения легирующих и примесных элементов в структуре монокристаллов проводили на просвечивающем электронном микроскопе Теснаі F20 S-TWIN, оснащенный энергодисперсионным анализатором EDS X-Max80².

Испытания на длительную прочность проводили в соответствии с ГОСТ 10145 на машине ZST2 фирмы «Schенck» 3-ВИЭТ на образцах, изготовленных из термически обработанных монокристаллических заготовок. Испытания на малоцикловую усталость проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 25.502 при коэффициенте асимметрии $R = 0,1$ и частоте нагружения 1 Гц на машине PSB-10 фирмы «Schенck».

Экспериментальная часть

Проведены исследования микроструктуры монокристаллических образцов жаропрочных никелевых сплавов с различным содержанием серы, фосфора и кремния, а также микролегированных лантаном.

Исследования микроструктуры показали, что:

– в монокристаллах сплава ЖС36-ВИ с повышенным содержанием серы образуются соединения на основе сульфида титана, которые расположены

¹ Исследования проведены совместно с Е.В. Филоновой

² Исследования проведены совместно с Д.В. Зайцевым

вблизи эвтектической γ' -фазы (рис. 1 а), в монокристаллах сплава ЖС36-ВИ, микролегированных лантаном, образуются сульфиды на основе лантана (рис. 1 б), которые сохраняются после проведения полной термической обработки (ПТО) (рис. 1 в);

– в монокристаллах сплава ВЖМ5-ВИ с повышенным содержанием фосфора (0,025 % масс.) обнаружена белая фаза на основе тугоплавких металлов (W и Re), вокруг которой в процессе термической обработки (ТО) происходит оплавление (рис. 2). В образцах с содержанием фосфора 0,014 % масс. следы оплавления вокруг аналогичных фаз после проведения ТО отсутствуют, а при содержании фосфора до 0,010 % масс. белые фазы в структуре не обнаружены;

– в монокристаллах сплава ВЖМ4-ВИ с повышенным содержанием кремния (0,27 % масс.), обнаружено увеличение количества эвтектической γ' -фазы и образование областей вокруг нее, обогащенных кремнием (рис. 3). После полной термической обработки в таком сплаве увеличивается количество микропористости, наблюдается огрубление структуры и неоднородное распределение γ' -фазы в междендритных участках (рис. 4).

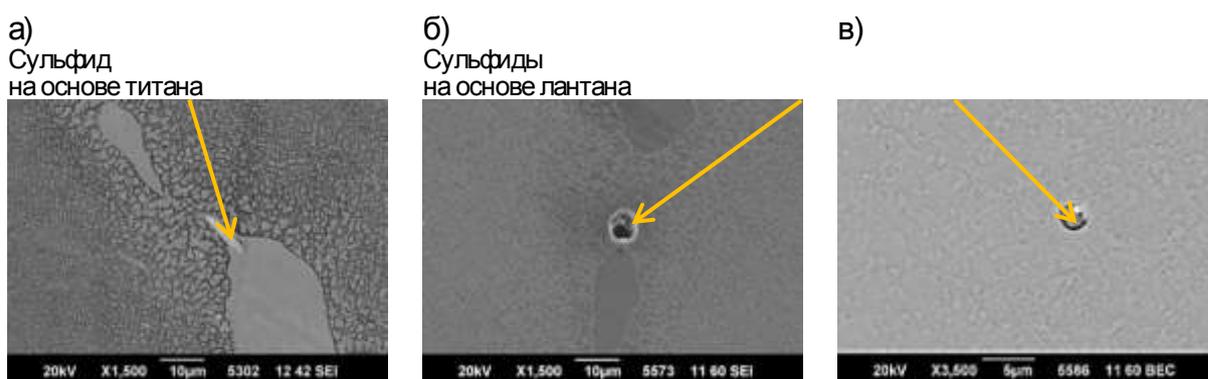


Рисунок 1 – Микроструктура монокристалла сплава ЖС36-ВИ:

а) 0,0072 % S (литое состояние); б) 0,0007 % S (литое состояние);

в) 0,0007 % S (после ПТО)

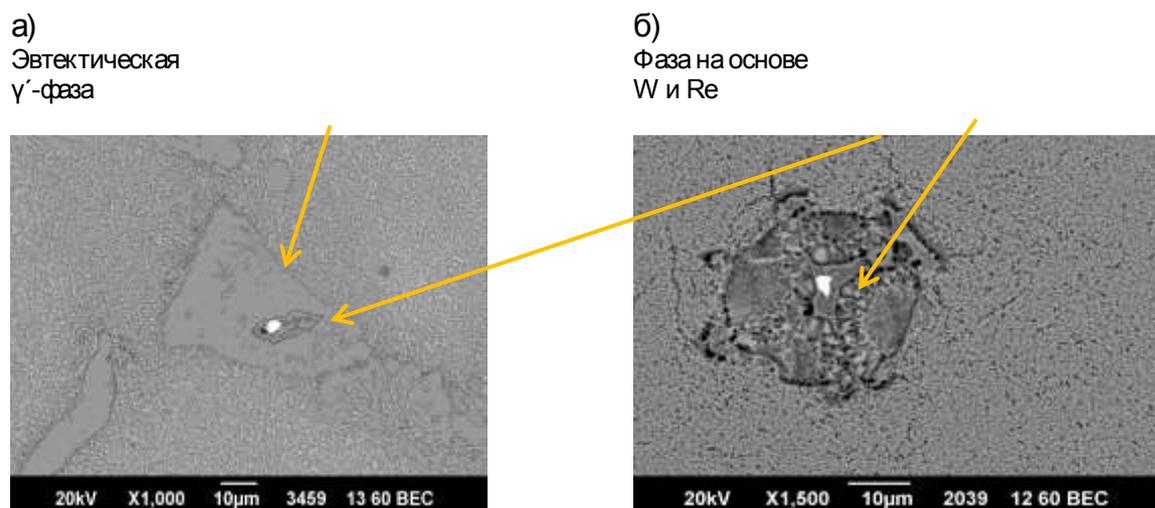


Рис. 2 – Микроструктура монокристаллов сплава ВЖМ5-ВИ с 0,025 % Р:
а) литое состояние; б) после ТО

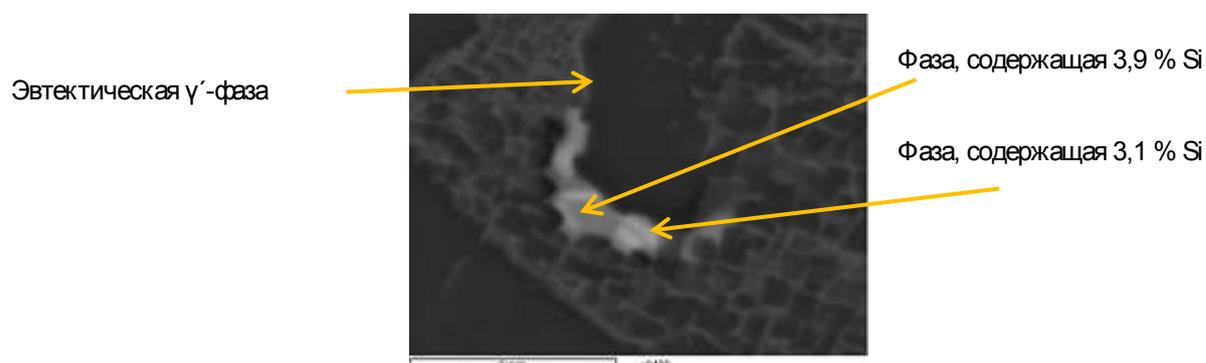


Рис. 3 – Микроструктура монокристалла сплава ВЖМ4-ВИ с повышенным содержанием кремния (0,27 % масс.)

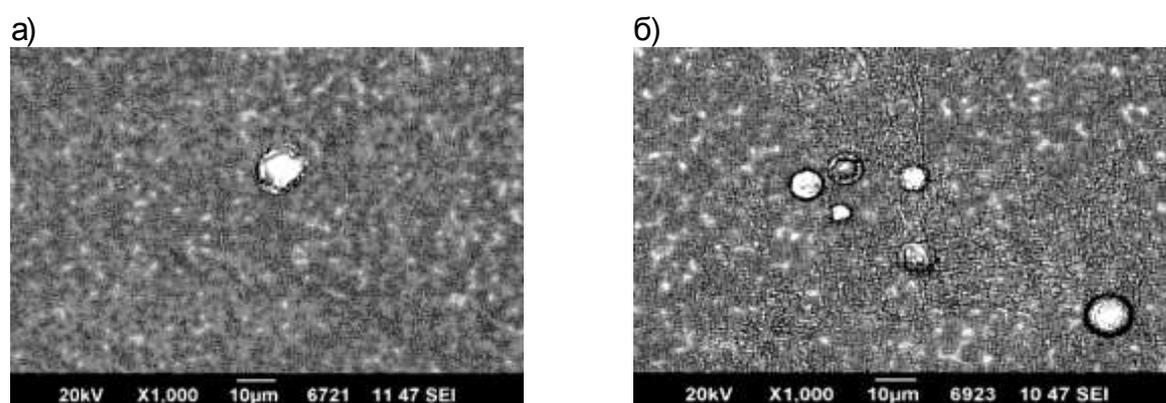


Рис. 4 – Микроструктура сплава ВЖМ4-ВИ (моно) после полной ТО:
а) 0,085 % Si; б) 0,27 % Si

Результаты испытаний механических свойств показали, что:

– при испытании монокристаллических образцов сплава ЖС36-ВИ на растяжение и длительную прочность на базе 40 часов отрицательное влияние серы и фосфора не выявлено, однако при испытании на базе 500 часов долговечность монокристаллов с повышенным содержанием примесей снижается в 1,3 и 1,15 раза соответственно (рис. 5);

– при испытании на малоцикловую усталость (МЦУ) при $T = 900^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 980$ МПа наблюдается зависимость между содержанием серы и фосфора в металле и средним числом циклов до разрушения: чем меньше содержание примесей, тем больше число циклов (рис. 6 а, б);

– проведенные испытания механических свойств образцов монокристаллов сплава ВЖМ4-ВИ показали, что кремний, как и сера с фосфором, отрицательно влияет на длительную прочность. Установлено, что при содержании кремния от 0,04 до 0,19 значения длительной прочности находятся в пределах паспортных характеристик, причем при содержании 0,19 % масс. – на минимальном уровне, а при содержании в сплаве 0,27 % масс. кремния, значение долговечности уже не удовлетворяет паспортным характеристикам (рис. 7).

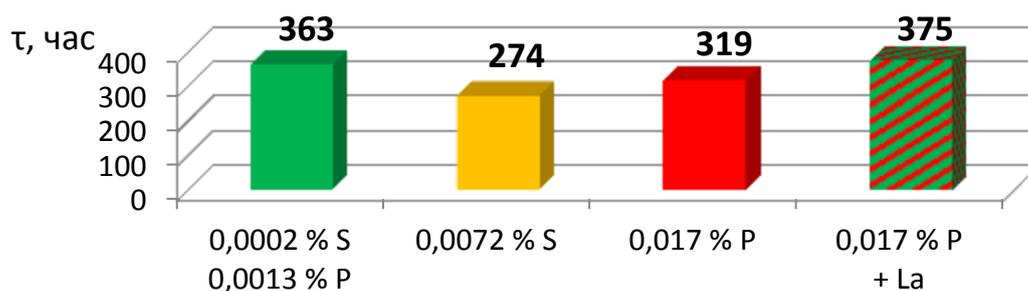


Рис. 5 – Долговечность монокристаллов (<001>) сплава ЖС36-ВИ при $T=1000^{\circ}\text{C}$, $\sigma=185$ МПа (база 500 ч)

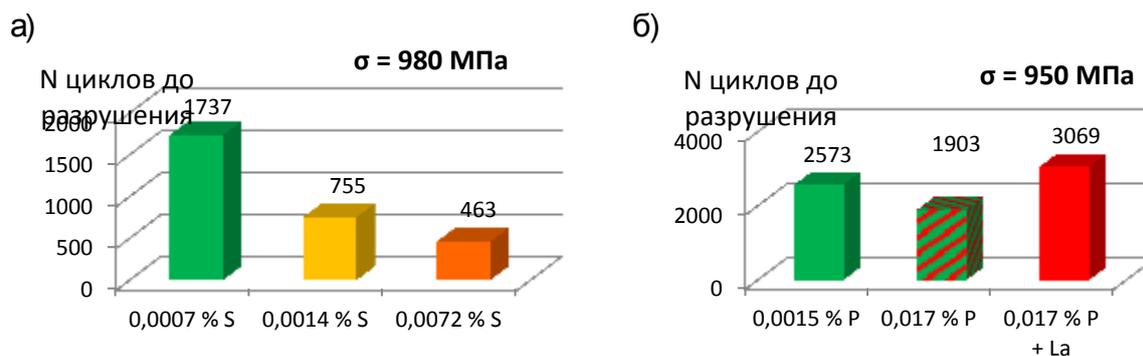


Рис. 6 – МЦУ монокристаллов (<001>) сплава ЖС36-ВИ при $T=900^{\circ}\text{C}$: а) с различным содержанием серы; б) с различным содержанием фосфора и микролегированием лантаном

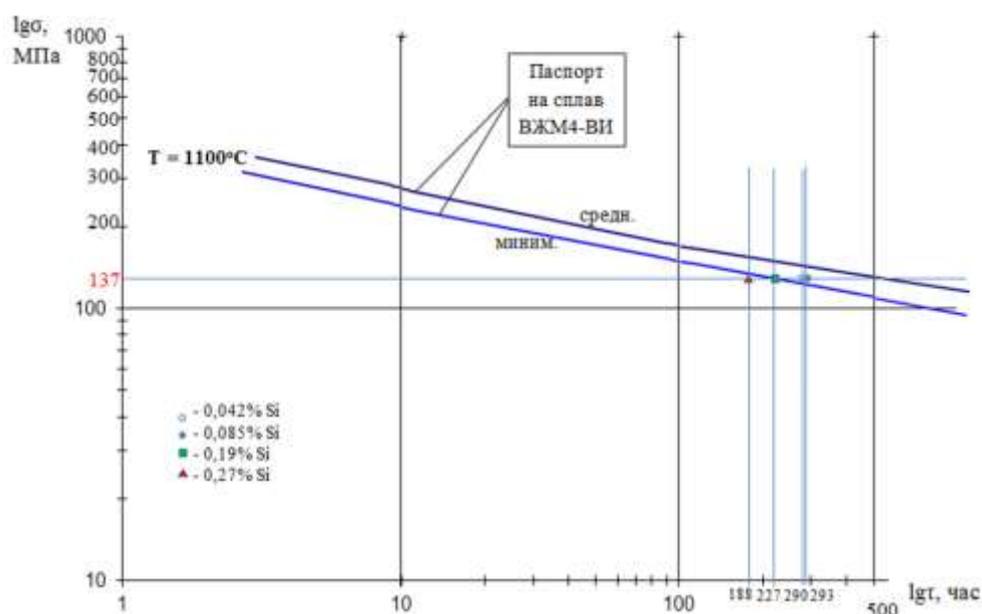


Рис. 7 – Влияние кремния на длительную прочность монокристаллов сплава ВЖМ4-ВИ <001>

Результаты исследования микроструктуры разрушенных образцов, показали, что:

– в сплаве ВЖМ4-ВИ с повышенным содержанием фосфора (0,019% масс.) при испытаниях на длительную прочность при $T=1100^{\circ}\text{C}$, $\sigma=137$ МПа интенсивнее протекает коагуляция упрочняющей γ' -фазы (рис. 8).

– в сплаве ВЖМ4-ВИ с повышенным содержанием кремния (0,27% масс.) при испытаниях на длительную прочность по данному режиму наблюдается аналогичная закономерность (рис. 9).

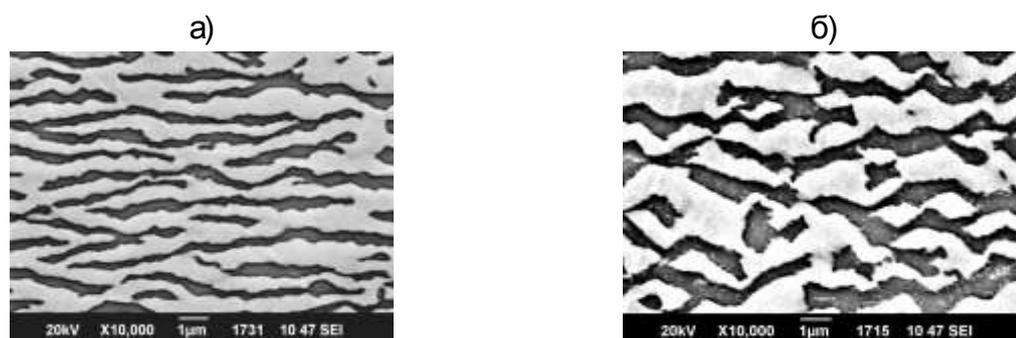


Рис. 8 – Микроструктура сплава ВЖМ4-ВИ (моно) после испытаний на длительную прочность ($T=1100^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 137$ МПа):
а) 0,010% Р ($\tau=798$ ч); б) 0,019% Р ($\tau=360$ ч)

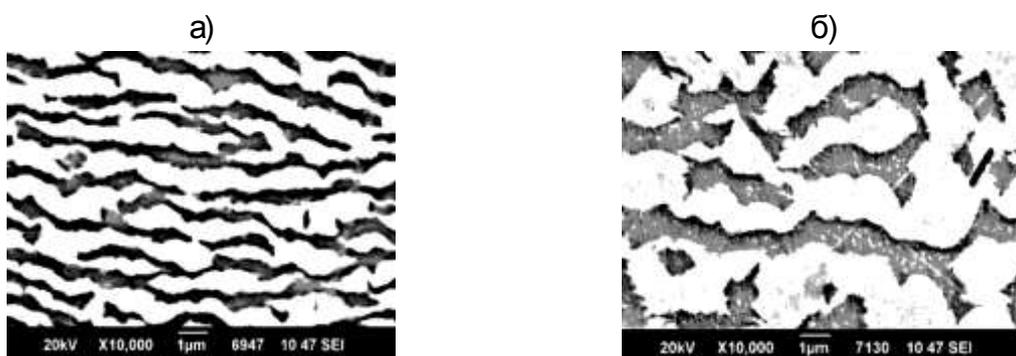


Рис. 9 – Микроструктура сплава ВЖМ4-ВИ (моно) после испытаний на длительную прочность ($T=1100^{\circ}\text{C}$, $\sigma=137$ МПа):
а) 0,085% Si ($\tau=295$ ч); б) 0,27% Si ($\tau=170$ ч)

Для выяснения причин отрицательного влияния примесей на длительную прочность монокристаллов проведены исследования локального распределения серы и фосфора между γ и γ' -фазами монокристаллов сплава ЖС36-ВИ высокоразрешающими методами просвечивающей электронной микроскопии и МРСА.

Установлено, что

– после полной термической обработки (ПТО) сера и фосфор концентрируются преимущественно в прослойках γ -твердого раствора, что подтверждается образованием пиков повышенной концентрации как серы (рис. 10 а), так и фосфора (рис. 11) при прохождении сканирующего зонда через прослойки γ -твердого раствора;

– после испытаний на длительную прочность при $T=1000^{\circ}\text{C}$ и $\sigma=185$ МПа аналогичное распределение примесей фосфора и серы в прослойках γ -

твердого раствора сохраняется, при этом неоднородность распределения серы между γ/γ' -фазами после испытаний сохраняется и проявляется в большей степени, чем до испытаний, особенно на металле с повышенным содержанием серы (0,0072% масс.) (рисунок 10 б).

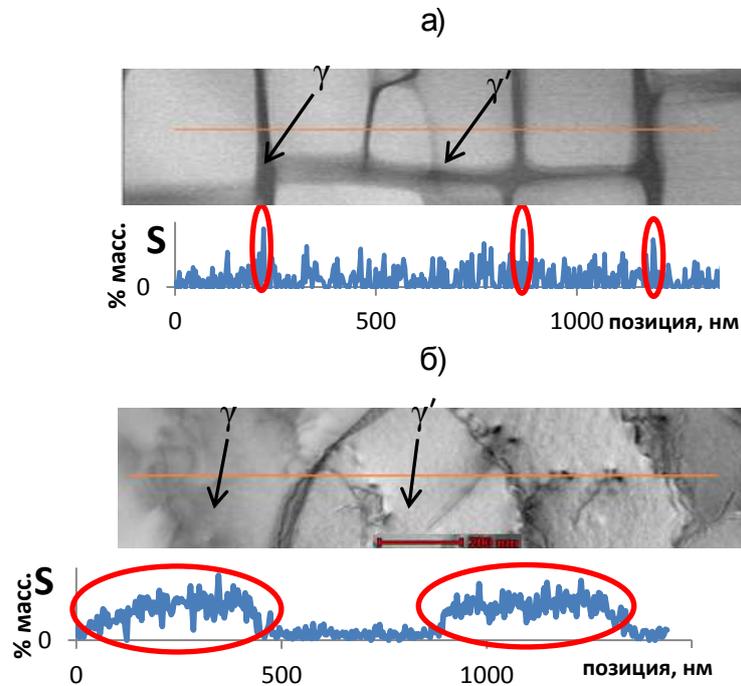


Рис. 10 – Локальное распределение концентрации серы между γ и γ' -фазами монокристаллов сплава ЖС36-ВИ (0,0072% S): а) после ПТО; б) после испытаний на длительную прочность при $T=1000^{\circ}\text{C}$ и $\sigma=185$ МПа

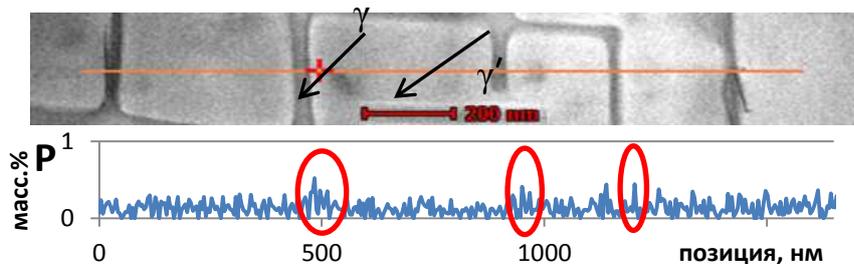


Рис. 11 – Локальное распределение концентрации фосфора между γ и γ' -фазами монокристалла сплава ЖС36-ВИ (0,017% P, после ПТО)

Можно полагать, что при проведении испытаний монокристаллов с повышенным содержанием серы, за счет диффузии происходит ее перераспределение: понижение ее содержания в γ' -фазе и повышение – в γ -твердом растворе.

Вследствие повышенной концентрации серы и фосфора в локальных участках γ -твердого раствора из-за их неравномерного распределения в

металле, нарушается структурная и термодинамическая стабильность монокристаллов. Оказываясь в процессе высокотемпературной ползучести на границах раздела фаз, эти примеси нарушают когерентную связь между γ и γ' -фазами и повышают диффузионную проницаемость межфазных границ [16], что приводит к снижению сопротивления ползучести и уменьшению долговечности.

В связи с тем, что повышенное содержание примесей серы, фосфора и кремния приводит к значительному ухудшению рабочих характеристик МНЖС, возрастает актуальность задачи рафинирования расплава от данных примесей. В данном направлении во ФГУП «ВИАМ» активно ведутся работы и достигнуты определенные успехи. Разработанный способ рафинирования расплава от серы позволяет удалять до 90% этой примеси за счет введения редкоземельных элементов [17], образующих с ней тугоплавкие соединения, которые удаляются из расплава за счет адсорбции на поверхности керамического тигля и фильтрации расплава при разливке [18–23]. Указанный способ также обеспечивает удаление из расплава кремния [22, 24], хотя эффективность его удаления значительно ниже по сравнению с серой. Проведенные исследования показали, что тугоплавкие соединения с фосфором, которые образуются в результате микролегирования редкоземельными элементами, из расплава не удаляются [22, 25]. Однако введение в сплав ЖС36 лантана повысило при рабочей температуре долговечность и МЦУ монокристаллов с повышенным содержанием фосфора (рис. 5, 6 б) [26–30].

В частности, испытания на длительную прочность монокристаллов сплава ЖС36-ВИ с повышенным содержанием фосфора (0,017%) с лантаном и без лантана при температуре 1000°C на базах 100, 500 и 1000 ч с прогнозом до 5000 ч [31] (рис. 12) показали, что путем нейтрализации вредного влияния фосфора за счет присадки лантана, предел длительной прочности повышается: на базе 100 ч – на 5 МПа, на базе 500 и 1000 ч – на 10 МПа, на

базе 5000 ч – на 20 МПа, т.е. при увеличении базы испытания растет преимущество по длительной прочности у сплава с микролегированием лантаном.

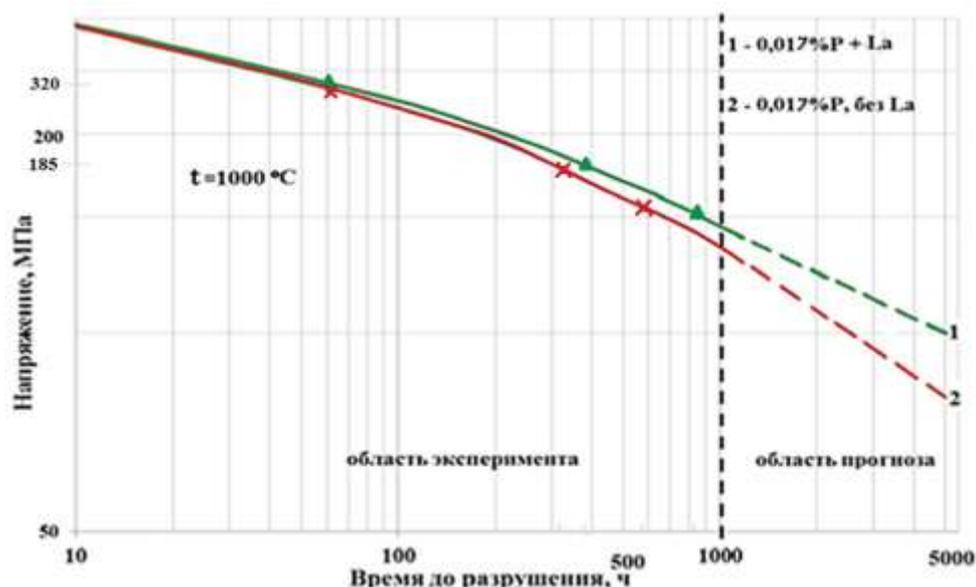


Рис. 12 – Кривые длительной прочности монокристаллов сплава ЖС36-ВИ с содержанием фосфора 0,017 % масс. и добавкой лантана

Выводы и рекомендации

1. Сера, фосфор и кремний способствуют образованию нежелательных фаз, огрублению структуры, повышению микропористости или локальному оплавлению во время термической обработки, что нарушает структуру монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов и ведет к снижению их свойств.

2. Отрицательное влияние этих примесей проявляется при испытаниях на длительную и усталостную прочность на больших базах при рабочих температурах, следовательно, они снижают ресурс работы деталей газотурбинного двигателя.

3. В монокристаллах сплава ВЖМ4-ВИ с повышенным содержанием фосфора и кремния более интенсивно протекает коагуляция упрочняющей γ' -фазы.

4. Снижение механических характеристик монокристаллов с

повышенным содержанием примесей серы и фосфора можно объяснить неоднородностью распределения их между γ - и γ' -фазами, а именно образованием повышенной концентрации в локальных участках γ -твердого раствора, что снижает структурную и термодинамическую стабильность монокристаллов.

5. Для повышения механических свойств монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов во ФГУП «ВИАМ» разработаны технологии рафинирования расплава от примесей серы и кремния и нейтрализации влияния фосфора за счет микролегирования редкоземельными металлами.

Литература

1. Литые лопатки газотурбинных двигателей /под ред. Каблова Е. Н. // М.: Наука. 2006. 632 с.

2. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В., Мин П.Г. Опыт переработки в условиях ФГУП «ВИАМ» литейных отходов жаропрочных сплавов, образующихся на моторостроительных и ремонтных заводах // Металлург. №1. 2014. С. 86–90.

3. Мин П.Г., Горюнов А.В., Вадеев В.Е. Современные жаропрочные никелевые сплавы и эффективные ресурсосберегающие технологии их изготовления // Технология металлов. 2014. №8. С. 12–23.

4. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Мин П.Г., Ригин В.Е. Ресурсосберегающие технологии выплавки перспективных литейных и деформируемых супержаропрочных сплавов с учетом переработки всех видов отходов // Электрометаллургия. 2016. №9. С. 30–41.

5. Мин П.Г., Сидоров В.В. Опыт переработки литейных отходов сплава ЖС32-ВИ на научно-производственном комплексе ВИАМ по изготовлению литых прутковых (шихтовых) заготовок // Авиационные материалы и технологии. 2013. №4. С. 20–25.

6. Сидоров В.В., Мин П.Г. Рафинирование сложнолегированного никелевого расплава от примеси серы при плавке в вакуумной индукционной печи. (часть 1) // Электromеталлургия. №3. 2014. С. 18–23.

7. Мин П.Г., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Исследование серы и фосфора в литейных жаропрочных никелевых сплавах и разработка эффективных способов их рафинирования // Технология металлов. 2015. №12. С. 2–9.

8. Chao Yuan, Fengshi Yin. Effect of Phosphorus on Microstructure and High Temperature Properties of a cast Ni-base Superalloy // J. mater Sci. Technol. 2002. Vol. 18. №6. P. 555–557.

9. Тигрова Г.Д., Коркка С.И., Гребцова Т.М. Влияние кремния на фазовый состав сплавов на никелевой основе // МиТОМ. 1980. №4. С. 38–41.

10. Сидоров В.В., Морозова Г.И., Петрушин Н.В., Кулешова Е.А., Кулебякина А.М., Дмитриева Л.И. Фазовый состав и термостабильность литейного жаропрочного никелевого сплава с кремнием // Металлы. 1990. №1. С. 94–98.

11. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И., Тимофеева О.Б., Филонова Е.В., Исходжанова И.В. Влияние примесей на структуру и свойства высокожаропрочных литейных сплавов и разработка эффективных методов устранения их отрицательного влияния // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2014. № 2. Ст. 03. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 06.10.2017).

12. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И. Влияние фосфора и кремния на структуру и свойства высокожаропрочных литейных сплавов и разработка эффективных методов устранения их отрицательного влияния // МиТОМ. 2015. №6 (720). С. 55–59.

13. Мин П.Г., Сидоров В.В., Вадеев В.Е. Закономерности поведения кремния при выплавке и направленной кристаллизации монокристаллических никелевых жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ:

электрон. науч.-технич. журн. 2017. №4 (52). Ст. 03. С. 24-32. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-3-3 (дата обращения: 06.10.2017).

14. Механик Е.А., Мин П.Г., Гундобин Н.В., Растегаева Г.Ю. Разработка методики определения массовой доли серы в жаропрочных никелевых сплавах и сталях в диапазоне концентраций от 0,0001 до 0,0009% // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2014. №9. Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 06.10.2017) DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-9-12-12.

15. Якимович П.В., Алексеев А.В., Мин П.Г. Определение низких содержаний фосфора в жаропрочных никелевых сплавах методом ИСП-МС // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2014. №10. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 06.10.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-10-2-2].

16. Бокштейн С.З., Гинзбург С.С., Кишкин С.Т., Разумовский И.М., Строганов Г.Б. Авторадиография поверхностей раздела и структурная стабильность сплавов. М.: Металлургия, 1987. 272 с.

17. Сидоров В.В., Мин П.Г. Поведение редкоземельных металлов при плавке в вакууме и направленной кристаллизации жаропрочных никелевых сплавов // Электрометаллургия. 2017. №7. С. 3–11.

18. Сидоров В.В., Мин П.Г. Рафинирование сложнолегированного никелевого расплава от примеси серы при плавке в вакуумной индукционной печи (часть 2) // Электрометаллургия. 2014. №5. С. 26–30.

19. Сидоров В.В., Мин П.Г., Бурцев В.Т., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Компьютерное моделирование и экспериментальное исследование реакций рафинирования в вакууме сложнолегированных ренийсодержащих никелевых расплавов от примесей серы и кремния // Вестник РФФИ. 2015. №1 (85). С. 32–36.

20. Сидоров В.В., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И., Вадеев В.Е. Влияние скорости фильтрации сложнолегированного никелевого расплава через пенокерамический фильтр на содержание примеси серы в металле // Электromеталлургия. 2015. №5. С. 12–15.

21. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И. Исследование процессов рафинирования в вакууме сложнолегированных никелевых расплавов от примеси серы. // Металлы. 2015. №6. С. 37–43.

22. Мин П.Г., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Рафинирование монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов от примесей серы и кремния и нейтрализация вредного влияния фосфора // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №4 (52). Ст. 04. С. 33–41. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-4-4.

23. Сидоров В.В., Мин П.Г., Каблов Д.Е. Десульфурация монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов при плавке в вакууме // Metallurg. 2017. №5. С. 57–62.

24. Мин П.Г., Сидоров В.В. Рафинирование отходов жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ от примеси кремния в условиях вакуумной индукционной плавки // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №9. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru>.

25. Мин П.Г., Сидоров В.В., Вадеев В.Е. Поведение примесей и лантана при направленной кристаллизации монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №7 (55). С. 36–47. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-7-4-4.

26. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Вадеев В.Е. Влияние примесей и лантана на эксплуатационные свойства сплава ЖС36-ВИ. // Metallurgiya mashinostroeniya. 2015. №6. С.19–23.

27. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Пучков Ю.А. Влияние лантана на качество и эксплуатационные свойства монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ЖС36-ВИ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-

технич. журн. 2015. №12. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-2-2.

28. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Пучков Ю.А. Влияние поверхностно-активных примесей и добавки лантана на структуру и свойства монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ЖС36 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №4 (52). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-2-2.

29. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Герасимов В.В., Бондаренко Ю.А. Влияние примесей серы и фосфора на свойства монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ и разработка эффективных способов его рафинирования // Авиационные материалы и технологии 2015. №3 (36). С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-3-3-3-9.

30. Каблов Д.Е., Беляев М.С., Сидоров В.В., Мин П.Г. Влияние примесей серы и фосфора на малоцикловую усталость монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ // Авиационные материалы и технологии 2015. №4 (37). С. 25-28. DOI:10.18577/2071-9140-2015-0-4-25-28.

31. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов – М.: Машиностроение. 1998. – 464с.

УДК 621.74.02

Разработка конструкции литейных блоков и режимов ВНК монокристаллических малогабаритных турбинных лопаток вертолетных ГТД

Толорайя В.Н.¹; Остроухова Г.А.¹; Чубарова Е.Н.¹;
Алешин И.Н.¹; Некрасов С.Н.¹

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

В докладе представлены результаты исследований по разработке технологии литья малогабаритных монокристаллических турбинных лопаток в печах направленной кристаллизации типа УВНК. Рассмотрены особенности разработанных конструкций литейных блоков, в частности, зоны зарождения монокристалльной структуры от затравочных кристаллов (затравок) из сплавов системы Ni-W-C, зоны подвода структуры к отливке, зоны формирования структуры отливки. Приведены результаты исследований ростовой структуры отливок турбинных лопаток.

Ключевые слова:

монокристаллы, турбинные лопатки, жаропрочные никелевые сплавы, высоко градиентная направленная кристаллизация, кристаллографическая ориентация

Введение

В настоящее время в отечественном промышленном производстве монокристаллических отливок турбинных лопаток применяются высокоградиентные установки направленной кристаллизации (ВНК) типа УВНК-8П, УВНК9А с жидкометаллическим охладителем литейного блока расплавом алюминия. На этих установках была разработана и освоена промышленная технология литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД с кристаллографической ориентацией [001] длиной 100–150 мм, таких как лопатки 1-ой ступени турбины двигателя АЛ31-Ф или двигателя Д18Т [1, 2, 3].

Однако, при переходе на малоразмерные турбинные и сопловые лопатки для вертолетных двигателей длиной 30–40 мм возникают трудности связанные с компоновкой моделей лопаток в модельном блоке. Это связано с тем, что при сборке в один ряд по высоте, как для лопаток авиационных ГТД, в блоке можно разместить 9–12 лопаток, что, естественно, не достаточно. Сборка блока в 2–3 ряда по высоте, когда структура прорастает от затравочного кристалла (затравки) к нижней лопатке, а затем к верхней, крайне затруднена. Это связано с малой прочностью мест соединения моделей лопаток друг с другом, то есть блок собранный таким образом обладает крайне низкой технологической прочностью и может разрушиться например, при нанесении слоев керамической суспензии. Кроме того, возникают трудности в питании отливок в процессе ВНК в нижнем по высоте ряду, что ведет, естественно, к появлению повышенной пористости и рыхлоты в отливке. [4]

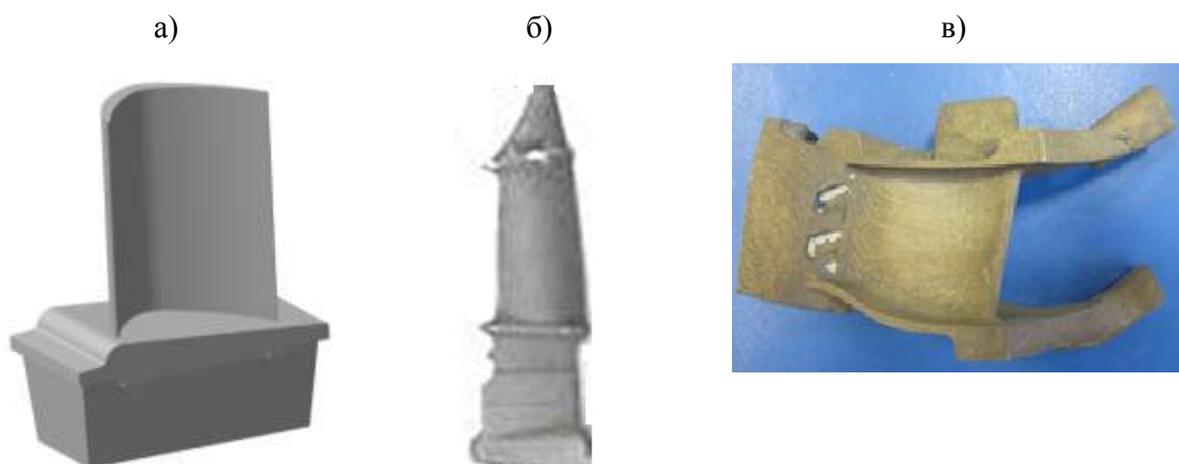
Основной задачей данной работы была разработка конструкций литейных блоков, обеспечивающих максимальное количество лопаток в них и высокий выход годных монокристалльных отливок при использовании обычных температурно–скоростных параметрах процесса ВНК. [5]

Материалы и методики исследований

Опытные плавки проводились на установке УВНК-9А с использованием режимов применяемых при отливке лопаток авиационных ГТД. Условия формирования структуры: скорость роста $R=3-4$ мм/мин, аксиальный температурный градиент $G=7-8^{\circ}\text{C}/\text{мм}$.

Основные экспериментальные плавки для отработки технологии проводились на сплаве ВЖМ5У. Проверка технологии осуществлялась на сплавах ВЖМ5У, ЖС32, ВКНА-25.

Отработка конструкции блока проводилась на 4-х типах лопаток: двух рабочих и двух сопловых, показанных на рисунке 1 а, б, в. Модели рабочих лопаток изготавливались из модельной массы Киндт-Коллинз КС2898, сопловые – из массы ЗГВ 101. Литейные блоки изготавливались по известной технологии для направленной кристаллизации, покраской суспензией из микропорошков электрокорунда со связующим – гидролизированным раствором этилсиликата–40. Всего наносилось 7 слоев керамикой суспензии с присыпкой, восьмой закрывающий слой наносился без присыпки. Обжиг форм при 1000°C – 10 часов.



а), б) – неохлаждаемые рабочие лопатки вертолетных ГТД;
в) – охлаждаемые сопловые лопатки вертолетных ГТД.

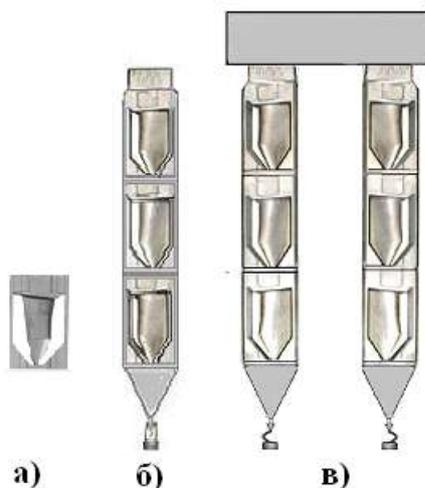
Рис. 1 – Типы лопаток на которых проводилась отработка технологии направленной кристаллизации:

Экспериментальная часть

Первоначально была проведена разработка конструкции литейного блока для отливки неохлаждаемых рабочих лопаток без бандажной полки (рисунок 1а). Конструкция блока разрабатывалась для направленной кристаллизации лопатки от пера к замку («замок вверх») со сборкой блока в 2–3 ряда по высоте, когда монокристалльная структура прорастает от затравки к нижней лопатке, а затем к верхней. Для устранения вышеуказанных недостатков такой сборки (малая технологическая прочность модельного блока, трудность в питании при ВНК отдельных отливок в блоке), модели отдельных лопаток 1 прессовались как единое целое вместе с прибыльной частью данной лопатки 2, прибыльной частью нижерасположенной лопатки 3, питателями – кристалловодами 4, кристаллоотборником 5. В результате получалась модель секции (рисунок 2а), которая и поступала на сборку блока. Две части прибыли, нижняя и верхняя, вместе с питателями–кристалловодами образуют рамку, обеспечивающую достаточную технологическую прочность соединения моделей и всего блока в целом [6].

Модели отдельных лопаток соединялись в секции по 3 штуке по высоте друг над другом. К основанию каждой секции припаивался стартовый конус–кристалловод, в вершине которого устанавливался керамический затравочный узел (рисунок 2б).

Собранные секции двумя рядами по 4 секции в каждом присоединялись к модели прямоугольной литейной чаши (рисунок 2в).

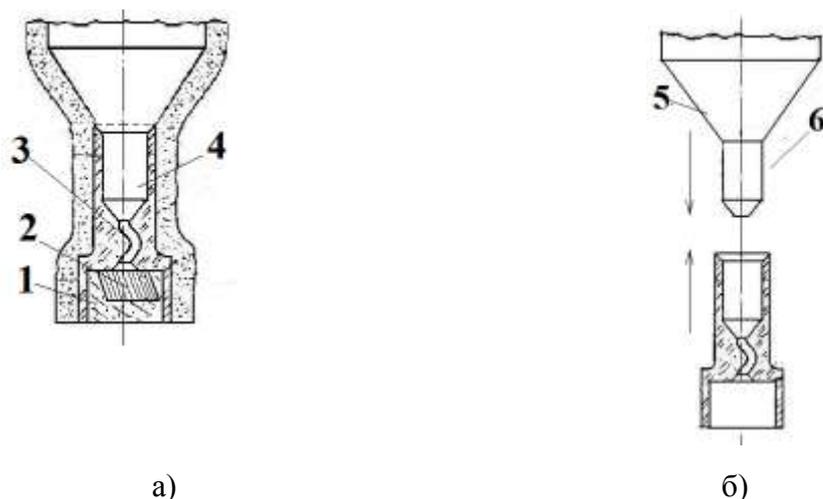


а) – модель лопатки; б) – секция моделей лопаток; в) – модельный блок.

Рис. 2 – Модельный блок для отливки неохлаждаемых рабочих лопаток вертолетного ГТД

Затравочный узел изготавливался методом прессования из стержневой массы, применяемой при литье охлаждаемых лопаток методом ВНК. Затравочный узел (рисунок 3а) включает полость 1 для установки затравки 2, спиральный литниковый ход 3, полость 4, соединяющая затравочный узел и модель стартового конуса 5 данной секции (рисунок 3б). Спиральный литниковый ход выполняется достаточно малого диаметра $\sim 1,2$ мм, что препятствует прорастанию посторонних кристаллов в литейный блок, если они зародились при передаче структуры от затравки. Спиральная форма данного литникового хода также препятствует прорастанию посторонних кристаллов, поскольку через него может прорасти только один кристалл с разориентацией менее 1,5 град. [7,8]

В основании модели стартового конуса каждой секции выполнен выступ, на который надевается и закрепляется керамический затравочный узел. Собранный таким образом модельный блок направляется на покраску.



а) – схема затравочного узла; б) – присоединение затравочного узла к модели

Рис. 3 – Единый затравочный узел.

В готовые блоки устанавливались затравки из сплава системы Ni-W-C имеющие кристаллографическую ориентацию (КГО) [001] с точностью 5 град. Затравки изготовлялись методом ориентированной вырезки из цилиндрических монокристалльных заготовок произвольной КГО. [9]

Данная конструкция позволяет отливать по 24 лопатки в блоке или 48 лопаток за одну плавку в печи УВНК-9А.

Для второго типа неохлаждаемых лопаток (рисунок 1б) был разработан аналогичный литейный блок. Блок собирался из 10 секций по 3 лопатки в каждой, всего 30 моделей или 60 лопаток за одну плавку в печи УВНК-9А. (рисунок 4 а, б, в).

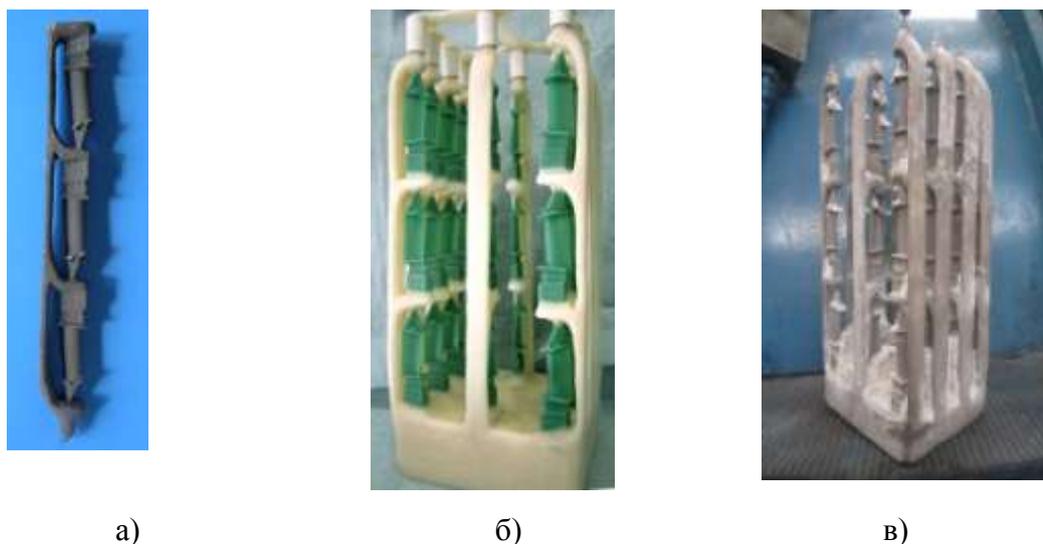


Рис. 4 – Блок неохлаждаемых рабочих лопаток (вертикальный вариант сборки)
а) – секция из 3-х лопаток; б) – модельный блок; в) – отлитые лопатки

Проведенные экспериментальные плавки по отливке двух типов рабочих лопаток из сплава ВЖМ5У показали, что выход годного по структуре составляет 85–90% для лопаток 1 типа и 90–92% для лопаток 2 типа.

Исследование макроструктуры полученных отливок лопаток показали, что структура лопатки сформирована осями дендрита 1-го порядка, параллельными оси Z отливки. Такая структура является типичной для данной КГО [001]. Передача структуры [001] от затравки к отливке наблюдается практически во всех случаях. Контроль КГО отливок показал, что максимальное отклонение [001] от оси Z отливки лопатки составляет 9 град.

Посторонние кристаллы возникают преимущественно от входной и выходной кромок лопатки. При этом к недостаткам данной конструкции блока относится то, что зарождение постороннего кристалла на нижней лопатке приводит к его прорастанию в выше расположенные лопатки, что приводит к браку во всех 3 лопатках секции.

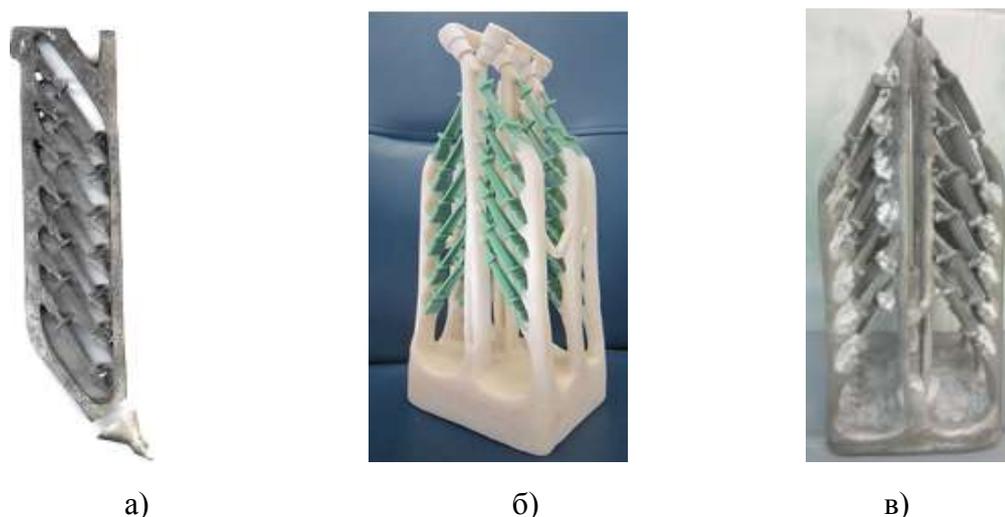
Следующим этапом исследований стала разработка аналогичной технологии для сопловых лопаток, имеющих внутреннюю полость

оформляемую стержнем (рисунок 1*в*).

Вертикальная сборка блоков, когда аксиальный градиент температуры на фронте роста G_z параллелен оси Z отливки, для данных лопаток не применима. Это связано с тем, что знаки стержней препятствуют надежному прорастанию монокристалльной структуры от нижней лопатки к верхней. Поэтому для такого типа лопаток была использована другая схема блока, в которой лопатки наклонены относительно направления роста или, что то же самое, относительно G_z .

Первоначально отработка конструкции блоков с наклонным расположением отливок проводилась на рабочих неохлаждаемых лопатках, использованных ранее в блоках с вертикальным расположением отливок. [10] Использование одних и тех же лопаток в двух вариантах сборки позволяет провести объективное сравнение между этими вариантами.

На рисунке 5 *а, б, в* представлена схема сборки такого блока. Модели лопаток наклонены относительно направления роста на угол 35–40 град. Как и в случае вертикальной сборки неохлаждаемых лопаток, блок собирался из отдельных секций по 6–7 лопаток в каждой. В основании секции устанавливался затравочный узел 1, вертикальная ось которого располагается параллельно вертикальной оси Z всех лопаток в секции, то есть затравка наклонена к направлению роста под тем же углом, что и отливка. Наклон затравки не препятствует передачи структуры от нее к отливке, что характерно для затравок из сплавов системы Ni-W-C, имеющих температуру ликвидуса выше, чем сплав отливки, в данном случае ВЖМ5У. Передача структуры от таких затравок происходит при наклоне последних до 90 град.



а) – секция из 7 лопаток; б) – модельный блок; в) – отлитые лопатки
Рис. 5 – Блок неохлаждаемых рабочих лопаток (наклонный вариант сборки)

К затравочному узлу присоединялся основной вертикальный кристалловод 2 с расположенными на нем дополнительными кристалловодами 3, подводщими монокристалльную структуру непосредственно к лопаткам. С противоположной стороны модели лопаток соединялись друг с другом питателем 4, сообщающимся с моделью литейной чаши. Блок собирается из 6-ти таких секций, то есть в блоке от 36 до 42 лопаток, на 6-12 лопаток больше, чем при вертикальной сборке.

Формирование структуры в наклоненной отливке происходит одновременно в вертикальном (аксиальном) и радиальном направлении. Их соотношение зависит от величины угла наклона отливки относительно направления роста. За единицу времени τ в направлении, противоположном направлению вытягивания формы из нагревателя (вертикальное или аксиальное направление), монокристалльная структура прорастает на величину $R_{\text{акс}} \times \tau$, где $R_{\text{акс}}$ – скорость роста в аксиальном направлении. За это же время структура прорастает в радиальном направлении на $R_{\text{рад}} \times \tau$, где $R_{\text{рад}}$ – скорость роста в аксиальном направлении. Их отношение $R_{\text{рад}} \times \tau / R_{\text{акс}} \times \tau$

будет равно тангенсу угла наклона отливки α . Таким образом, скорость в осевом и радиальном направлении будут связаны зависимостью:

$$R_{\text{рад}} = R_{\text{акс}} \times \text{tg}\alpha$$

При установившемся режиме ВНК скорость роста $R_{\text{акс}}$ по абсолютной величине равна скорости вытягивания литейного блока из нагревателя W . В итоге получается:

$$R_{\text{рад}} = W \times \text{tg} \alpha$$

Таким образом, $R_{\text{рад}}$ зависит от скорости роста $R_{\text{акс}}$ и от угла наклона отливки α . При угле 45 град эти скорости равны, при угле равным 0 град., когда отливка располагается вертикально радиальный рост отсутствует ($R_{\text{рад}}=0$).

Следует отметить, что такой тип роста, одновременно в аксиальном и радиальном направлении, наблюдается в стартовом конусе отливки, подводящем монокристалльную структуру к основанию полости литейной формы, образующей собственно отливку. При литье монокристалльных лопаток 1-х ступеней авиационных ГТД высотой 120–150 мм структура от затравки, то есть, от монокристалла диаметром $\sim 1,5$ мм, должна прорасти в обе стороны на 10-20 мм. Как было доказано экспериментально, при разработке промышленной технологии монокристалльного литья, оптимальная конусность кристалловода составляет 30–45° на сторону. При величине угла больше 45° вероятность возникновения посторонних кристаллов в этом месте возрастает, при углах меньше 30° неоправданно возрастает высота литейной формы. При угле 90 град. рост в радиальном направлении происходит в слое переохлажденного расплава по чисто дендритному механизму. [11] Так формируется монокристалльная структура в полках турбинных лопаток.

Следует отметить, что такой тип роста, одновременно в аксиальном и

радиальном направлении, наблюдается в стартовом конусе отливки, подводящем монокристалльную структуру к основанию полости литейной формы, образующей собственно отливку. При литье монокристалльных лопаток 1-х ступеней авиационных ГТД высотой 120–150 мм структура от заправки, то есть, от монокристалла диаметром $\sim 1,5$ мм должна прорасти в обе стороны на 10–20 мм, подводя ее к замку или бандажной полке лопатки.

На рисунке 6 показана микроструктура монокристалла [001] в стартовом конусе с конусностью $\sim 30^\circ$, сформированная в процессе ВНК при $G_z=7,0-8,0^\circ\text{C}/\text{мм}$, $R=3,0-4,0$ мм/мин. Из приведенных микрофотографий видно, что рост в радиальном направлении осуществляется осями дендритов 2-го порядка в прилегающей к стенке формы переохлажденной области расплава. Наибольшая длина прорастания дендритных осей 2-го порядка при данных режимах роста равна расстоянию между осями дендритов 1-го порядка $\lambda = 300-350$ мкм. После прорастания оси 2-го порядка на эту длину от нее зарождается новая дендритная ось 1-го порядка и процесс повторяется снова. Таким образом, рост в радиальном направлении сопровождается зарождением новых осей дендритов 1-го порядка.

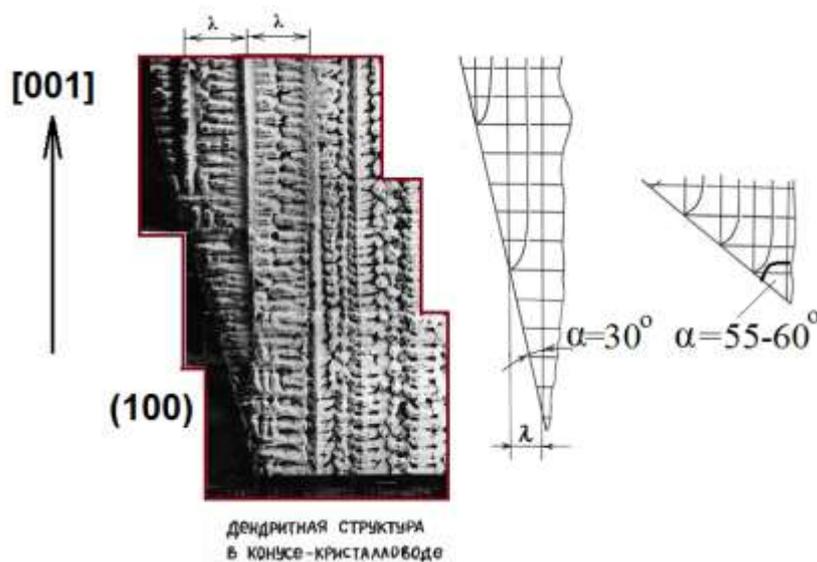


Рис. 6 – Структура монокристалла [001] в стартовом конусе с конусностью $\sim 30^\circ$, сформированная в процессе ВНК при $G_z=7,0-8,0^\circ\text{C}/\text{мм}$, $R=3,0-4,0$ мм/мин

При конусности $\sim 55\text{--}60$ град от каждой оси 2-го прядка формируется дендритная ось 1-го порядка с постоянной величиной максимального прорастания в радиальном направлении относительно оси Z. То есть, при конусности от 0 до $55\text{--}60$ град максимальная величина прорастания постоянна и равна междендритному расстоянию λ . Рост оси 2-го порядка происходит перпендикулярно G_z в области переохлажденного расплава, образующейся между стенкой конической стартовой полости и растущим кристаллом. В этой переохлажденной области наиболее вероятно образование посторонних кристаллов.

При большей конусности, в диапазоне $60\text{--}90$ град от одной дендритной оси 2-го порядка формируются несколько осей 1-го порядка, а величина прорастания в радиальном направлении, то есть в переохлажденном расплаве, увеличивается. Соответственно, возрастает вероятность возникновения посторонних кристаллов.

Следует отметить, что при увеличении конусности высота стартовой полости уменьшается и соответственно, уменьшается высота литейной формы, а значит, сокращается время процесса ВНК.

Однако, с учетом уменьшения вероятности образования посторонних кристаллов, конусность стартовой полости формы выбирается в области углов до $55\text{--}60$ град.

Как было показано экспериментально при разработке промышленной технологии монокристалльного литья методом ВНК, оптимальная конусность кристалловода составляет $45\text{--}30^\circ$ на сторону. При углах больше 45° вероятность возникновения посторонних кристаллов в этом месте возрастает, при углах меньше 30° неоправданно возрастает высота литейной формы.

На рисунке 7 схематически показана дендритная структура отливки $[001]$, кристаллизующаяся под углом 45 град к направлению основного термического градиента G_z . В отличие от роста в стартовом конусе, рассмотренном выше, рост в данном случае происходит без генерации новых

дендритных осей 1-го порядка. Скорость роста кристалла определяется величиной переохлаждения на фронте кристаллизации. Эти величины могут быть связаны простой зависимостью:

$$R = k \times \Delta T,$$

где ΔT величина переохлаждения на фронте роста. [12]

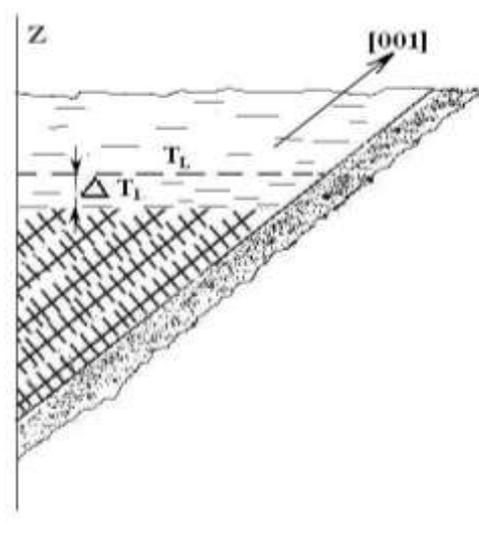


Рис. 7 – Дендритная структура отливки [001] кристаллизующаяся под углом 45 град к направлению основного термического градиента G_z

В случае наклона отливки реальная скорость роста дендритных ветвей отличается от скорости роста, когда направление роста дендритных осей 1-го порядка [001] совпадает с G_z . То есть скорость роста зависит еще от ориентации вертикальной оси отливки [001] относительно G_z . В случае роста под углом α к G_z :

$$R_{\text{накл}} = R_{[001]} / \cos \alpha,$$

где: $R_{[001]}$ – скорость роста осей дендритов 1-го порядка в отливке с КГО [001] расположенной параллельно G_z , $R_{\text{накл}}$ – скорость роста осей дендритов 1-го порядка в отливке с КГО [001] расположенной под углом α к G_z . При $\alpha = 45$ град:

$$R_{\text{накл}} = 1,41 R_{[001]}$$

Исходя из условия постоянства G_z/R – величины характеризующей тип структуры отливки, при кристаллизации под углом α к G_z необходимо

снижать скорость роста R . Скорость роста дендритных ветвей монокристалльной отливки $[001]$, при вертикальном ее расположении в нагревателе печи ВНК, составляет $R_{[001]} = 4\text{--}5$ мм/мин. Что бы сохранить ту же величину G_z/R при наклоне отливки на угол 45 град, скорость роста $R_{[нкл]}$ необходимо уменьшить \sim в $1,4$ раза, то есть до $3\text{--}3,5$ мм/мин. В этом случае G_z/R не изменится.

На рисунке *8а* показана дендритная структура неохлаждаемой рабочей турбинной лопатки, полученная при $\alpha=45$ град, $R=3,5$ мм/мин, $G_z = 7\text{--}8^\circ\text{C}/\text{мм}$. Видно, что структура отливки сформирована дендритными осями 1-го порядка двух направлений $[100]$ и $[001]$, как при росте монокристалла $[011]$. [13, 14] В принципе, такая структура для монокристалла, учитывая высокотемпературные режимы гомогенизирующего отжига, резко уменьшающая дендритную ликвацию, не должна привести к снижению прочностных характеристик. Однако желательно иметь в отливке структуру характерную для КГО $[001]$. Для этого достаточно несколько уменьшить угол α до $35\text{--}40$ град. Для проверки этого утверждения такой блок неохлаждаемых рабочих лопаток был изготовлен и залит в печи УВНК9А.

На рисунке *8б* показана дендритная структура отливки лопатки, полученная в этом блоке при угле наклона отливок $\alpha=35$ град. Видно, что структура отливки сформирована ветвями дендритов 1-го порядка одного направления $[001]$, параллельными ее вертикальной оси Z . Такая структура характерна для отливок КГО $[001]$. Выход годных по структуре рабочих неохлаждаемых лопаток, отлитых в блоках с наклоном отливок, составил 95% .

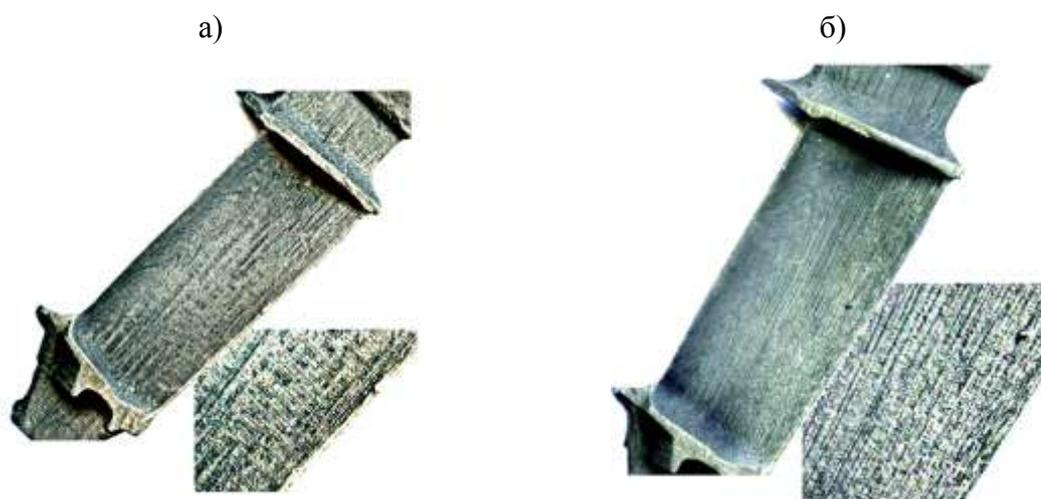
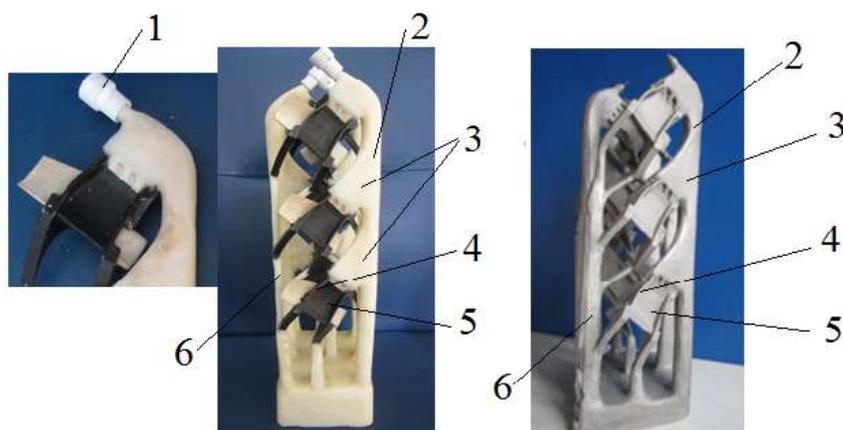


Рис. 8 – Дендритная структура неохлаждаемой рабочей турбинной лопатки
а) – полученная при $\alpha = 45$ град; б) – полученная при $\alpha = 35$ град

По вышеуказанным схемам были собраны модельные блоки сопловых лопаток с развитыми полками КГО [001] (рисунок 1в). По ним изготовлены литейные блоки для проведения экспериментальных плавов на установке УВНК-9А. (рисунок 9 а, б, в) Каждый блок состоял из трех секций по 3 лопатки в каждой, то есть в блоке отливало по 9 сопловых лопаток. Структура от затравки [001] в затравочном узле 1 прорастала в основной кристалловод 2, далее через дополнительные кристалловоды 3 к полости формы образующей полки 4 сопловой лопатки и затем к ее перу 5. На противоположной стороне от основного кристалловода расположены питатели 6.



а) – затравочный узел; б) – модельный блок; в) – отлитые лопатки

Рис. 9 – Блок для отливки сопловых лопаток

Результаты контроля отливок сопловых лопаток, полученных в экспериментальных плавках, показали, что выход годного по структуре составляет 80–90%, при повышении производительности литья в 1,5–2,0 раза за счет увеличения количества турбинных лопаток в блоке. Результаты, полученные для сопловых лопаток, повторяют результаты, приведенные выше, для малогабаритных рабочих неохлаждаемых турбинных лопаток.

Литература

1. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД //Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 6–16.

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. С. 3–33.

3. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н. ВИАМ – основоположник отечественной технологии литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД и ГТУ //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С.105–117.

4. Толорайя В.Н., Филонова Е.В., Остроухова Г.А., Алешин И.Н.

Микрорыхлота в монокристаллических отливках безуглеродистых жаропрочных сплавов //Авиационные материалы и технологии. 2010. №4. С. 12–16.

5. Толорайя В.Н., Каблов Е.Н., Демонис И.М. Технология получения монокристаллических отливок лопаток ГТД заданной кристаллографической ориентации из ренийсодержащих жаропрочных сплавов // В кн.: Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина, М.: Наука. 2006. С. 206–219.

6. Толорайя В.Н, Каблов Е.Н., Демонис И.М., Остроухова Г.А., Елютин Е.С., Орехов Н.Г. Патент РФ № 2325971 «Устройство для получения отливки монокристаллической турбинной лопатки».

7. Толорайя В.Н, Каблов Е.Н., Орехов Н.Г., Чубарова Е.Н., Остроухова Г.А. Методы получения монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2005. Функциональные материалы. С. 172–189.

8. Толорайя В.Н, Каблов Е.Н. Патент РФ № 2184010 «Устройство для получения отливок с монокристаллической структурой».

9. Толорайя В.Н, Остроухова Г.А., Алешин И.Н. Патент РФ № 2492025 «Способ получения монокристаллических изделий из никелевых жаропрочных сплавов с заданной кристаллографической ориентацией».

10. Толорайя В.Н, Каблов Е.Н., Остроухова Г.А., Алешин И.Н. Патент РФ № 2532621 «Устройство для получения отливки турбинной лопатки с монокристаллической структурой».

11. Толорайя В.Н, Демонис И.М., Остроухова Г.А. Формирование монокристаллической структуры литых крупногабаритных турбинных лопаток ГТД и ГТУ на установках высокоградиентной направленной кристаллизации. // МиТОМ, 2011. №1. С. 25–33.

12. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н. Исследование процесса конкурентного роста при направленной кристаллизации никелевых жаропрочных сплавов //МиТОМ. 2006. №5. С. 17–24.

13. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Толорайя В.Н. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов//М: Машиностроение,1997. С. 157–206.

14. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н., Остроухова Г.А. Ростковая структура монокристаллических отливок из никелевых жаропрочных сплавов //В кн.: Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина, М.: Наука. 2006. С. 219–246.

15. Толорайя В.Н., Филонова Е.В., Чубарова Е.Н., Комарова Т.И., Остроухова Г.А. Исследование влияния ГИП на микропористость в монокристаллических отливках безуглеродистых жаропрочных сплавов //Авиационные материалы и технологии. 2011. №1. С. 20–26.

УДК 669.018.44:669.245

Монокристаллические жаропрочные сплавы: состав, технология, структура и свойства

Петрушин Н.В.¹, д.т.н.; Елютин Е.С.¹; Королев А.В.¹

nv_petrushin@mail.ru, urchin13@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Представлен анализ современных монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов 1-5 поколений для турбинных лопаток ГТД, включая их химический состав и компьютерное конструирование, особенности технологии литья и термической обработки, структурно-фазовые характеристики и механические свойства. Рассмотрены температурно-ориентационные зависимости модуля упругости, предела прочности, предела текучести, пластичности, длительной прочности, малоциклового усталости и многоциклового усталости монокристаллов с кристаллографическими ориентациями $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ из перспективных жаропрочных никелевых рений-рутениеисодержащих сплавов четвертого и пятого поколений ВЖМ4 и ВЖМ8, ренийсодержащего сплава третьего поколения с низкой плотностью ВЖМ7.

Ключевые слова:

жаропрочные никелевые сплавы, монокристалл, рений, рутений, компьютерное конструирование, Направленная кристаллизация, термическая обработка, микроструктура, модуль упругости, предел прочности, предел текучести, пластичность, длительная прочность, малоциклового усталость, многоциклового усталость, анизотропия свойств монокристаллов

Введение

Создание газотурбинного двигателя (ГТД) с температурой газа перед турбиной высокого давления не менее 2000–2200°С является перспективной задачей авиационного двигателестроения. В связи с этим, во многих авиационных странах мира ведутся интенсивные научно-исследовательские работы по повышению температуры рабочего газа и эффективности термодинамического цикла работы ГТД, оптимизации системы охлаждения и снижению расхода охлаждающего воздуха, уменьшению веса лопаток и дисков ГТД, повышению ресурса работы двигателя. Во многом успешное решение этих задач зависит от создания и применения новых высокотемпературных жаропрочных материалов для рабочих лопаток турбины высокого давления.

Переход от равноосной к направленной кристаллизации, т. е. создание в отливках лопаток столбчатой структуры зёрен, позволило одновременно повысить их характеристики жаропрочности и пластичности. Естественным развитием этой технологии явилось получение монокристаллических отливок лопаток и создание жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) специально предназначенных для монокристалльного литья турбинных лопаток [1]. Механические свойства при растяжении, длительная статическая и циклическая прочность монокристаллов ЖНС, из которых изготавливают турбинные лопатки, существенно зависят от кристаллографических направлений, вдоль которых эти свойства определяются. Анизотропия этих характеристик учитывается при расчетах конструкционной прочности монокристаллических лопаток при ресурсном проектировании газовых турбин [2].

Эволюционное развитие литейных ЖНС привело к созданию монокристаллических ЖНС четвертого и пятого поколений, температура плавления которых увеличивалась за счёт легирования тугоплавкими элементами, такими как рений, вольфрам и рутений, и, как следствие,

повышалась их жаропрочность [3–7]. Рабочая температура новых перспективных монокристаллических ЖНС достигла 1100–1150°C, что составляет 80-85% от их температуры плавления.

Среди литейных ЖНС эвтектические (естественные) композиты на никелевой основе γ/γ' -MeC, получаемые методом высокоградиентной направленной кристаллизации, имеют наиболее высокую температурную работоспособность. Например эвтектический композит γ/γ' -MeC марки ВКЛС-20Р с 4% (по массе) Re, матрицей которого является никелевый жаропрочный сплав, а упрочнителем – нитевидные кристаллы монокарбида NbC, имеет примерно такую же температуру плавления (эвтектическая температура), как и монокристаллические ЖНС, но обладает рекордной жаропрочностью за счёт комбинированного упрочнения – композиционного нитевидными кристаллами NbC с теоретической прочностью и дисперсионного упрочнения γ матрицы частицами γ' -фазы на основе интерметаллида Ni_3Al [8]. Однако получение композиционной структуры в лопатках из эвтектических жаропрочных сплавов γ/γ' -MeC связано с необходимостью их направленной кристаллизации в условиях плоского фронта роста фаз, т. е. в условиях высокого температурного градиента (более 120°C/см) и очень низкой скорости кристаллизации (менее 10 мм/ч. Последнее сдерживает практическое применение жаропрочных эвтектических жаропрочных сплавов γ/γ' -MeC.

В настоящее время для дальнейшего повышения рабочей температуры материала лопаток актуальным является поиск высокотемпературных сплавов, способных заменить монокристаллы традиционных ЖНС. Одними из перспективных для этой цели считаются естественные композиты на основе тугоплавких металлов, упрочненные интерметаллидами – в частности ниобиевые Nb-Si композиты [9]. С учетом высокой температуры плавления (~1750°C) и термодинамической стабильности микроструктуры эти композиты способны работать при температуре 1350°C, что на 200–250°C

превышает температурную способность современных монокристаллических ЖНС.

Цель настоящей работы состояла в обзоре основных результатов, полученных во ФГУП «ВИАМ» при создании перспективных монокристаллических ЖНС (рений-рутенийсодержащих сплавов четвертого и пятого поколений ВЖМ4 и ВЖМ8, ренийсодержащего сплава третьего поколения с низкой плотностью ВЖМ7) и исследовании температурно-ориентационных зависимостей прочностных характеристик монокристаллов с ориентациями $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ из этих сплавов [6, 7, 10–25] в рамках реализации стратегического направления в области разработки монокристаллических жаропрочных суперсплавов и технологии их переработки на период до 2030 года [26].

Химический состав, микроструктура и фазовая стабильность

В настоящее время разработаны пять поколений ЖНС для литья монокристаллических лопаток ГТД. Типичный химический состав наиболее известных сплавов этого класса приведен в табл. 1.

Общим для жаропрочных никелевых сплавов монокристаллического строения является многокомпонентное легирование и гетерофазная структура, которая состоит только из двух фаз – неупорядоченного никелевого γ -твёрдого раствора и высокодисперсных частиц γ' -фазы на основе упорядоченного интерметаллида Ni_3Al . После термической обработки объёмная доля γ' -фазы составляет $\sim 70\%$, частицы фазы имеют кубовидную форму размером 0,3–0,5 мкм, равномерно распределены в матрице γ -твёрдого раствора и разделены прослойками γ -твёрдого раствора толщиной $\sim 0,05$ мкм (рис. 1, а).

Химический состав и плотность монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС)

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)											Плотность, г/см ³
	Cr	Ti	Mo	W	Re	Ta	Al	Co	Nb	Hf	Другие	
Первое поколение ЖНС												
ЖС40	6,1	-	4,0	6,9	-	7,0	5,6	0,5	0,2	-	-	8,84
PWA1480	10,0	1,5	-	4,0	-	12,0	5,0	5,0	-	-	-	8,70
CMSX-2	8,0	1,0	0,6	8,0	-	6,0	5,6	5,0	-	-	-	8,56
AM1	7,8	1,1	2,0	5,7	-	7,9	5,2	6,5	-	-	-	8,60
AM3	8,0	2,0	2,25	5,0	-	3,5	6,0	5,5	-	-	-	8,25
MC2	8,0	1,5	2,0	8,0	-	6,0	5,4	5,0	-	-	-	8,63
DD3	9,5	2,0	4,0	5,5	-	-	5,8	5,0	-	-	-	8,2
Второе поколение ЖНС												
ЖС32У/ВЖМ3	5,5	-	1,1	7,3	4,0	4,8	5,8	9,0	0,8	-	0,09C 0,01B	8,87
ЖС36	4,0	1,1	1,6	11,7	2,0	-	5,8	7,0	1,1	-	-	8,724
ВЖМ5	4,5	0,8	1,9	6,3	3,8	6,0	5,9	9,0	0,15	-	0,015C 0,002B	8,8
CMSX-4	6,5	1,0	0,6	6,0	3,0	6,5	5,6	9,0	-	0,1	-	8,70
RENE N5	7,0	-	2,0	5,0	3,0	7,0	6,2	8,0	-	0,2	0,05C 0,004B	8,70
SMP14	4,8	-	1,0	7,6	3,9	7,2	5,4	8,1	1,4	-	-	9,02
PWA-1484	5,0	-	2,0	6,0	3,0	8,7	5,6	10,0	-	0,1	-	8,95
DD6	4,3	-	2,0	8,0	2,0	7,5	5,6	9,0	0,5	0,1	-	8,83
Третье поколение ЖНС												
ЖС47/ВЖМ1	2,5	-	2,0	1,3	9,3	8,8	5,75	11,0	-	-	-	9,089
RENEN6	4,2	-	1,4	6,0	5,4	7,2	5,75	12,5	-	0,15	0,05C 0,004B	8,87
CMSX-10	2,0	0,2	0,4	5,0	6,0	8,0	5,7	3,0	0,1	0,03	-	9,05
TMS-75	3,0	-	2,0	6,0	5,0	6,0	6,0	12,0	-	0,1	-	8,90
Четвёртое поколение ЖНС												
ВЖМ4	2,7	-	4,0	4,0	6,0	4,5	6,0	6,0	-	-	4,0Ru	8,871
MC-NG	4,0	0,5	1,0	5,0	4,0	5,0	6,0	-	-	0,1	4,0Ru 0,1Si	8,75
TMS-138	3,2	-	2,8	5,9	5,0	5,6	5,9	5,8	-	0,1	2,0Ru	8,95
ЕРМ-102/ МХ-4/ PWA1497	2,0	-	2,0	6,0	5,95	8,25	5,55	16,5	-	0,15	0,03C 3,0Ru	9,20
Пятое поколение ЖНС												
ВЖМ8	3,0	-	3,5	4,2	6,3	6,0	5,7	5,5	-	-	6,0Ru	9,08
TMS-162	2,9	-	3,9	5,8	4,9	5,6	5,8	5,8	-	0,1	6,0Ru	9,19
TMS-196	4,6	-	2,4	5,0	6,4	5,6	5,6	4,6	-	0,1	5,0Ru	9,01
TMS-238	6,5	-	1,1	4,0	6,4	7,6	5,9	4,6	-	0,1	5,0Ru	9,12

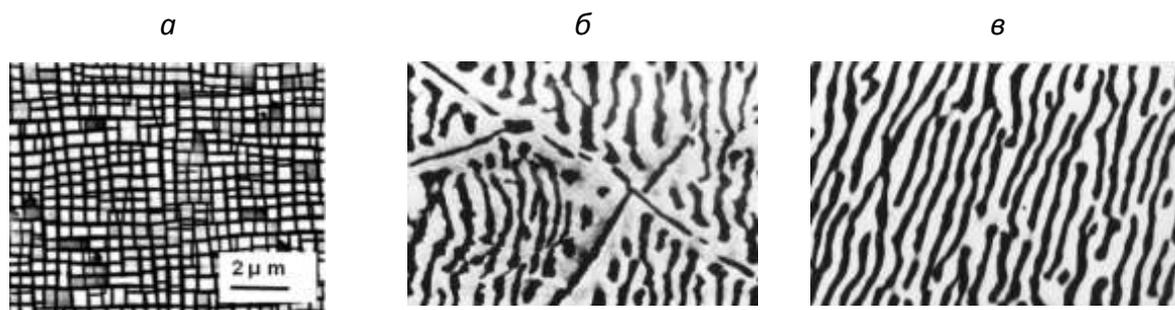


Рис. 1 – Микроструктура монокристаллических жаропрочных сплавов в исходном состоянии и после испытаний на длительную прочность при 1000°C и $\sigma=250$ МПа: *a* – до испытаний, *б* – сплав с 6% Re после испытаний, время до разрушения 362 ч, *в* – сплав с 6% Re и 4% Ru после испытаний, время до разрушения 603 ч

Обе фазовые составляющие имеют изоморфные ГЦК кристаллические решётки, но различаются периодами кристаллических решёток, модулями упругости и другими физико-химическими свойствами, определяемыми химическим составом фаз. Типичная величина несоответствия периодов кристаллических решеток γ - и γ' -фаз (γ/γ' -мисфит) Δa для большинства жаропрочных никелевых монокристаллических сплавов поколений *I*, *II* и *III* при температуре 20°C составляет 0,1–0,2%, т. е. $a_\gamma > a_{\gamma'}$. В данной работе γ/γ' -мисфит Δa определяется следующим соотношением: $\Delta a = (a_\gamma - a_{\gamma'}) / a_\gamma$, где a_γ и $a_{\gamma'}$ – периоды кристаллических решёток γ - и γ' -фаз соответственно.

Многочисленные экспериментальные данные свидетельствуют о положительном влиянии Re на характеристики жаропрочности никелевых сплавов. В качестве примера на рис. 2 приведены данные о влиянии легирующих элементов на длительную прочность монокристаллов ЖНС. Из приведенных данных следует, что рений является одним из наиболее эффективных легирующих элементов. Этот положительный эффект связан с низкой диффузионной подвижностью и высокой растворимостью рения в никелевом γ -твердом растворе ЖНС.

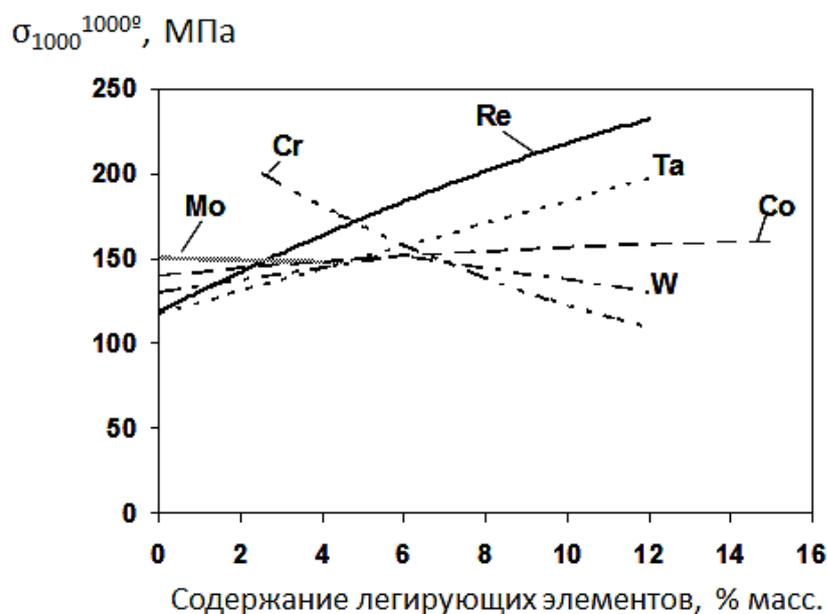


Рис. 2 – Влияние легирующих элементов на длительную прочность монокристаллов ЖНС с ориентацией $\langle 001 \rangle$

Вольфрам, также является эффективным упрочняющим элементом, как имеющий низкий коэффициент диффузии в никеле, и играет схожую с рением роль в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах. Однако влияние вольфрама по сравнению с рением менее значительно, ввиду не столь высокого влияния на температуру солидуса и существенно меньшей растворимости в γ -фазе.

Структурная особенность монокристаллических ренийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов – выделение ТПУ фаз (ромбоэдрическая μ -фаза, тетрагональная σ -фаза, орторомбическая P -фаза, ромбоэдрическая R -фаза и др.) в процессе длительных высокотемпературных нагревов или механических испытаний (рис. 1, б). Объёмная доля ТПУ фаз в структуре сплавов определяется не только химическим составом сплава, но и температурой и продолжительностью выдержки при этой температуре, т. е. кинетическим фактором, а именно – процессом диффузии в никелевом твёрдом растворе атомов тугоплавких элементов (W, Re, Mo), которые входят в состав ТПУ фаз. Именно образованием ТПУ фаз в процессе длительных высокотемпературных испытаний на ползучесть можно

объяснить немонотонный характер параметрической кривой Ларсена-Миллера монокристаллов ренийсодержащего сплава типа CMSX-10 (рис. 3). Наиболее опасная область выделения ТПУ фаз совпадает с интервалом рабочих температур (1000-1100 °С) монокристаллических лопаток из жаропрочных ренийсодержащих сплавов.

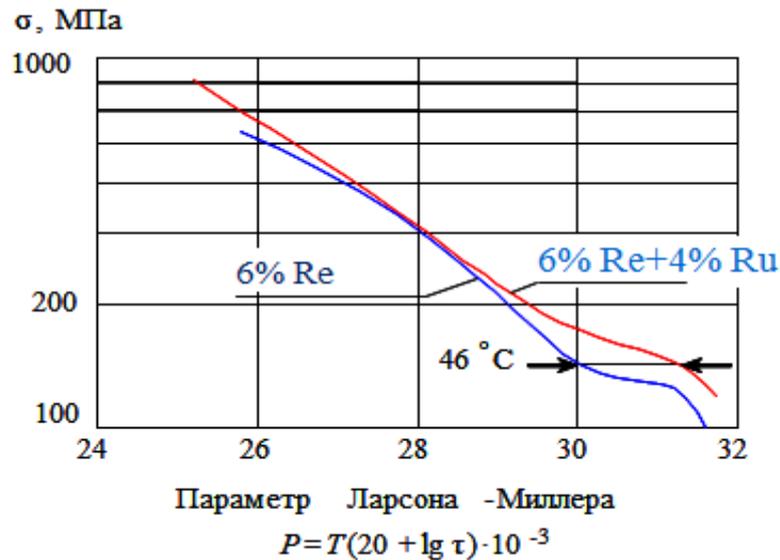


Рис. 3 – Длительная прочность Re- и Re-Ru-содержащих монокристаллических сплавов в зависимости от параметра Ларсона-Миллера

Для стабилизации фазового состава и снижения вероятности выделения ТПУ фаз при длительном высокотемпературном воздействии монокристаллические ренийсодержащие жаропрочные никелевые сплавы легируют рутением. Рутений, как и рений, имеет низкий коэффициент диффузии в никеле и повышает температуры солидуса и ликвидуса никелевых сплавов. Он обладает рядом несомненных преимуществ по сравнению с рением: имеет почти в два раза меньшую плотность, препятствует образованию ТПУ-фаз, повышая тем самым длительную прочность (рис. 1, в) и температурную работоспособность (рис. 3). Недостатком рутения является его более высокая стоимость по сравнению с рением.

Проведенные исследования рений-рутенийсодержащих никелевых композиций привели к разработке четвертого и пятого поколений монокристаллических ЖНС. К ним относятся ренийсодержащие сплавы, дополнительно легированные Ru в количестве 2-4% и 5-6% (по массе) соответственно (см. табл. 1). Наиболее известными сплавами четвертого и пятого поколений являются зарубежные сплавы NC-NG (ONERA, Франция), EPM-102/MX4/PWA1497 (GE/Pratt&Whitney/NASA, США), TMS-138, TMS-162, TMS-196, TMS-238 (NIMS и ИИ, Япония) и отечественные сплавы ВЖМ4, ВЖМ6 и ВЖМ8 (ВИАМ, РФ). Вполне естественно, что в различных сплавах, условно относящихся к одному из указанных поколений, основные легирующие элементы присутствуют в различных комбинациях.

Монокристаллические рений-рутениевые ЖНС имеют наибольшую длительную прочность (табл. 2). Их температурная работоспособность (температура, при которой достигается определённое время работы при заданном уровне напряжения) примерно на $\sim 60^{\circ}\text{C}$ выше, чем у сплавов предыдущих поколений (рис. 4). При этом увеличение жаропрочности сопровождается сопутствующим возрастанием плотности сплавов – до $9,2 \text{ г/см}^3$ как результат возрастающего количества тугоплавких легирующих компонентов в сплаве.

Разработка монокристаллических ЖНС проводилась методом компьютерного конструирования, упрощенная схема расчетов в котором приведена на рис. 5.

Особенности легирования и свойства отечественных и зарубежных монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [25]

Сплав	Содержание элементов, %		Длительная прочность, МПа, при температуре, °С			Плотность, г/см ³
	Re	Ru	900	1000	1100	
CMSX-2	-	-	425/280	220/140	120/80*	8,56
ЖС40	-	-	440/315	240/165	140/80	8,84
CMSX-4	3,0	-	520/360	260/165	140/-	8,70
ЖС36	2,0	-	485/350	255/160	140/85	8,72
ВЖМ5	3,75	-	525/430*	275/210*	150/115*	8,79
CMSX-10	6,0	-	530/400	290/185	150/-	9,05
ВЖМ1	9,0	-	585/450	330/215	165/95	9,09
NC-NG	4,0	4,0	475/360	275/190	145/95	8,75
TMS-138	5,0	2,0	410/345	290/220	170/95	8,95
ЕРМ-102	5,95	3,0	503/385	325/200	160/97	9,20
ВЖМ4	6,0	4,0	575/410	305/200	170/120	8,87
TMS-162	4,9	6,0	565/425	320/220	180/130	-
TMS-196	6,4	5,0	590/430	320/200	210/135	9,01
ВЖМ6	6,3	5,0	595/435	315/220	180/130	8,92
ВЖМ8	6,3	6,0	620/400	320/200	185/135	9,08

Примечания: В числителе – за 100 ч, в знаменателе – за 1000 ч (для сплавов CMSX-2 и ВЖМ5 в знаменателе – за 500 ч). Для сплавов CMSX-2, CMSX-4, CMSX-10, NC-NG, TMS-138, ЕРМ-102, TMS-162, TMS-196 приведены оценки длительной прочности, полученные обработкой с использованием параметрического уравнения Ларсона-Миллера соответствующих частных значений времени до разрушения при различных температурах и напряжениях, взятых из литературных источников.

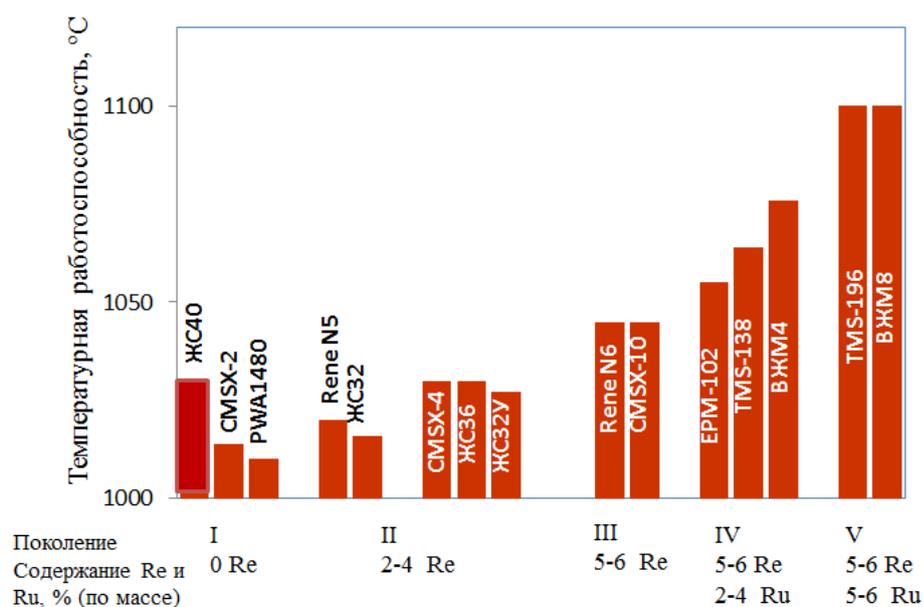


Рис. 4 – Температурная работоспособность ($\sigma=137$ МПа, $\tau=1000$ ч) монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов первого – пятого поколений [22, 27]



Рис. 5 – Схема метода компьютерного конструирования жаропрочных никелевых сплавов

Алгоритм компьютерного поиска нового сплава состоял в следующем. В выбранной системе легирования концентрации компонентов задавали в соответствии с матрицей плана полного факторного эксперимента (ПФЭ) типа (2^n+1) , где n – количество переменных факторов (легирующие элементы). Далее в компьютерном эксперименте проводили оценку сбалансированности химических составов всех (2^n+1) вариантов сплава на основе расчета параметров фазовой стабильности, которые оценивали по методам баланса легирования ΔE , New PHACOMP Md и индекса растворимости SI .

Для фазово-стабильных композиций сплава рассчитывались физико-химические свойства и структурно-фазовые характеристики. По результатам

расчетов выбирался состав сплава, обеспечивающий выполнение заданных условий конструирования. Основным фактором при выборе наиболее перспективного состава сплава являлся параметр размерного несоответствия периодов кристаллических решеток фаз (γ/γ' -мисфит).

Другими факторами, на основе которых выбирался перспективный состав сплава, были температура полного растворения γ' -фазы в γ -твердом растворе (температура γ' -солвуса), объемная доля γ' -фазы, плотность, температура плавления эвтектической (перитектической) γ' -фазы, температуры солидуса и ликвидуса, «окно» термической обработки, отсутствие струйной ликвации (*freckles*) при направленной кристаллизации отливок и др.

С применением метода компьютерного конструирования были оптимизированы промышленные сплавы ЖС6У (ЖС6УМ), ЖС32 (ЖС32У), ВЖЛ12Э (ВЖЛ20) и созданы новые поликристаллические сплавы ВЖЛ21, ВЖЛ22, монокристаллические сплавы ВЖМ4, ВЖМ6, ВЖМ7, ВЖМ8 и ВИНЗ.

Получение монокристаллических отливок и их микроструктура

Монокристаллические отливки образцов из сплавов ВЖМ4, ВЖМ6, ВЖМ7 и ВЖМ8 с заданной кристаллографической ориентацией (КГО) получали³ на установке для направленной кристаллизации УВНК-9А по методу LMC (Liquid Metal Cooling) [28]. Схема теплового узла установки УВНК-9А представлена на рис. 6.

Для формирования монокристаллического строения отливок с заданной КГО использовались специальные затравочные монокристаллы (затравки) из сплава Ni-W. Использование затравочной технологии литья позволило получить монокристаллические отливки образцов из сплавов ВЖМ4, ВЖМ7 и ВЖМ8 с кристаллографическими ориентациями (КГО) $\langle 001 \rangle$ $\langle 011 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$ в аксиальном направлении (рис. 7, а). Исследования показали, что

³ В.В. Герасимов, Е.М. Висик (ФГУП «ВИАМ»).

технологические параметры литья оказывают существенное влияние на выход годных отливок по монокристальности и размер дендритных ячеек в отливках, тогда как концентрации литейных микропор и выделений эвтектической γ' -фазы в отливках не изменяются и составляют примерно 0,03% и 5% соответственно [29]. Отметим, что выход годных отливок по монокристаллической структуре с заданной КГО повышается при увеличении температуры нижнего нагревателя установки УВНК-9А и уменьшении скорости кристаллизации расплава.

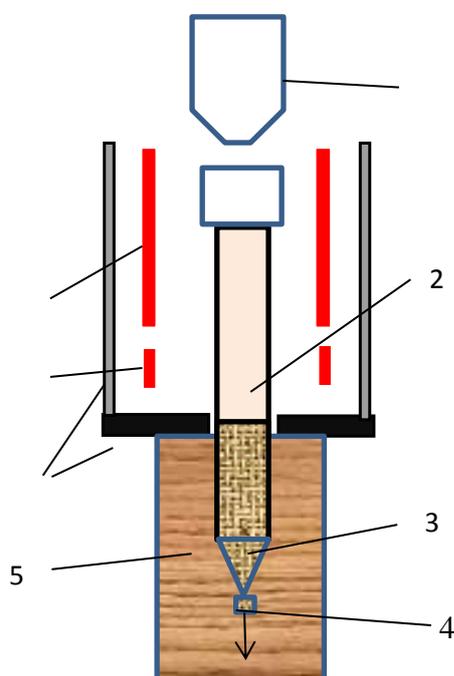


Рис. 6 – Схема теплового узла и кристаллизатора установки УВНК-9А [29]:
1 – плавильный тигель; 2 – блок керамических форм с расплавом кристаллизующего сплава, 3 – стартовый конус; 4 – затравочный узел; 5 – расплав алюминия; 6 – тепловые экраны; 7 – нижний нагреватель; 8 – верхний нагреватель

После направленной кристаллизации монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов независимо от КГО имеют дендритно-ячеистое строение с расстоянием между осями дендритов 1-го порядка 250-300 мкм (рис. 7, б).

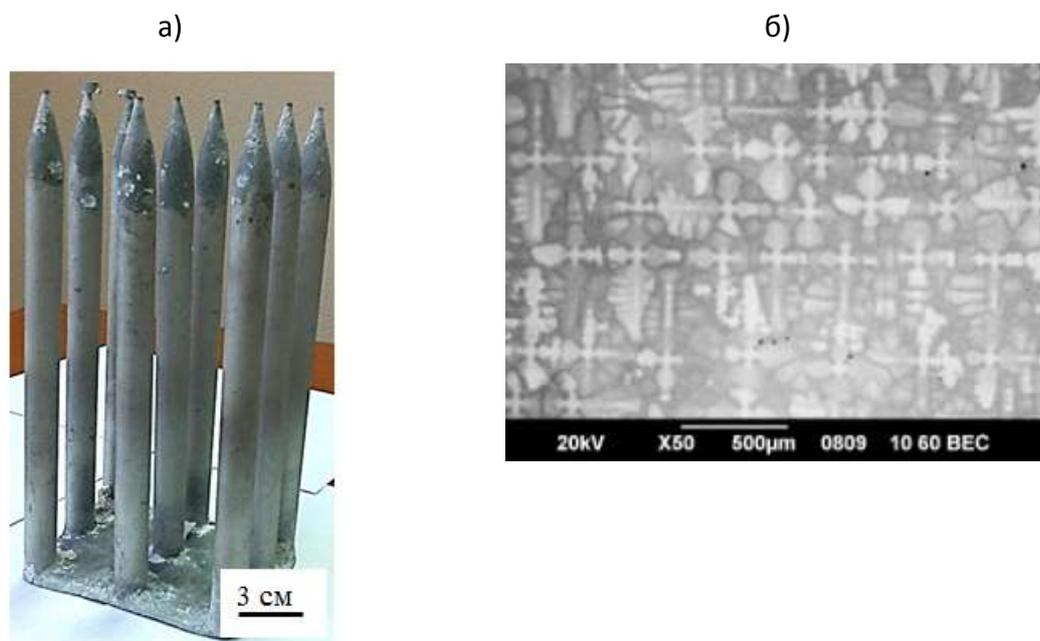


Рис. 7 – Блок монокристаллических отливок образцов (а) и дендритно-ячеистая структура монокристалла жаропрочного сплава с КГО <001> (б, поперечное сечение)

Микроструктура сплавов состоит из матричной γ -фазы – никелевый γ -твердый раствор и выделений γ' -фазы на основе интерметаллического соединения Ni_3Al . Выделения фазы γ' представлены дисперсными частицами, расположенными γ -матрице ветвей дендритов и междендритных областей, и крупными частицами эвтектического (перитектического) происхождения, залегающими между ветвями дендритов второго порядка (рис. 8, а). Эвтектическая (перитектическая) γ' -фаза образуется в конце кристаллизации остатков расплава междендритных областей. Там же располагаются литейные микропоры (рис. 8, б).

Размер и форма частиц γ' -фазы в литых монокристаллах из сплавов значительно различаются в материале дендритов и междендритных областей, в последних частицы γ' -фазы значительно крупнее (рис. 8, в, г).

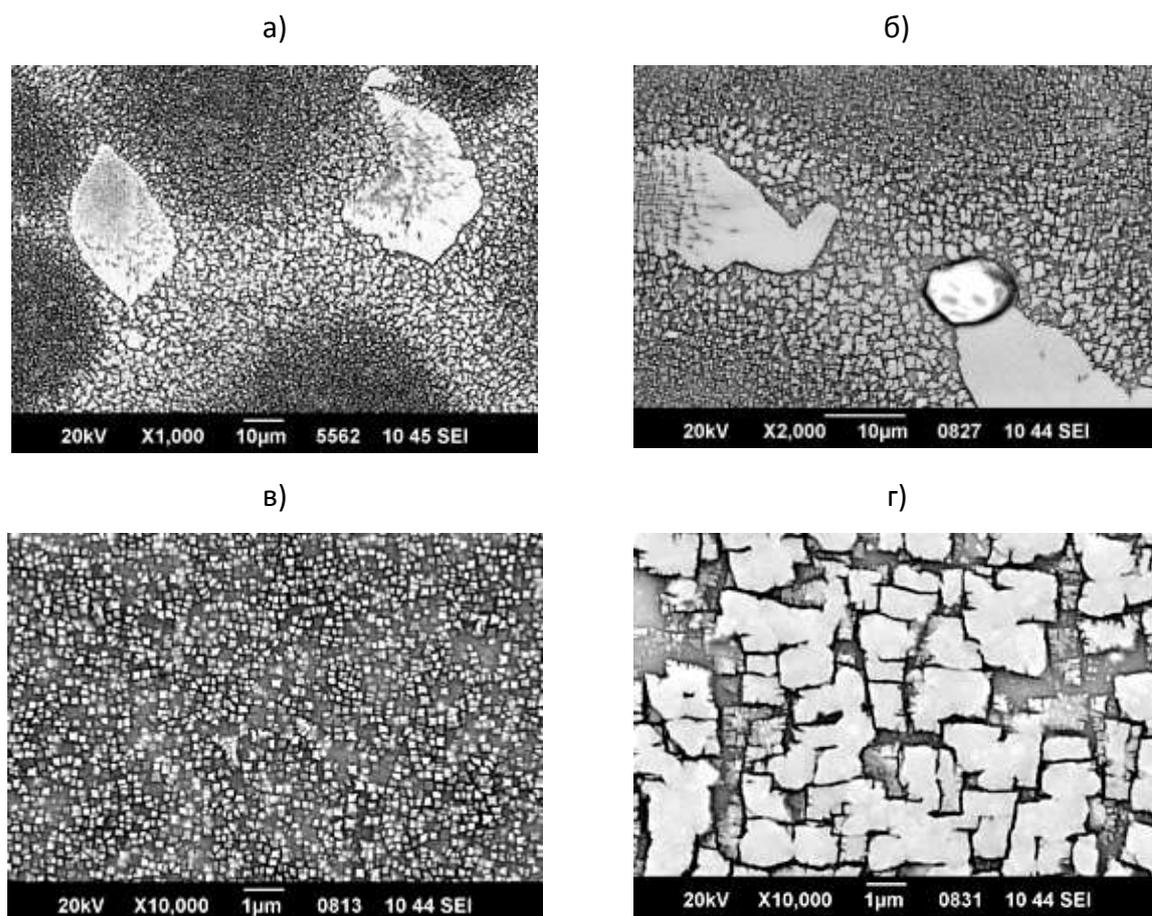


Рис. 8 – Микроструктура монокристалла сплава ВЖМ4 с ориентацией $\langle 001 \rangle$ после литья (поперечное сечение):

a, б – эвтектическая (перитектическая) γ' -фаза и литейная микропора в междендритной области; *в, г* – частицы γ' -фазы в γ -матрице оси дендрита первого порядка (*в*) и в междендритной области (*г*)

Наблюдаемая размерная неоднородность частиц γ' -фазы и наличие выделений эвтектической (перитектической) γ' -фазы в литых монокристаллах сплавов обусловлена сегрегацией легирующих элементов в пределах дендритных ячеек в процессе направленной кристаллизации. Количественно дендритная сегрегация характеризуется коэффициентом сегрегации: $K_c = n(C_{\text{мд}}/C_{\text{одп}})^n$, где $C_{\text{мд}}$ и $C_{\text{одп}}$ – концентрации элемента в междендритных участках и осях дендритов 1-го порядка соответственно, $n = \pm 1$. Если $C_{\text{мд}} > C_{\text{одп}}$ тогда $n = +1$ и $K_c = (C_{\text{мд}}/C_{\text{одп}}) > 1$. В этом случае сегрегация считается «прямой». Если легирующие элементы концентрируются в осях

дендритов ($C_{мд} < C_{одп}$), тогда $n = -1$ и $K_c = -(C_{одп}/C_{мд}) < -1$, то сегрегация считается «обратной».

В табл. 3 представлены типичные значения коэффициентов микросегрегации для монокристаллических отливок из ЖНС четвертого (ВЖМ4) и пятого (ВЖМ8) поколений. Из данных табл. 3 следует, что легирующие элементы Та и Al имеют $K_c > 1$, т. е. они обогащают междендритные области отливки. Другие легирующие элементы – W, Re и Co показывают обратную сегрегацию ($K_c < -1$). Рений – наиболее эффективный упрочняющий легирующий элемент в монокристаллических ЖНС значительно сегрегирует в оси дендритов ($K_c \approx -3,3$), рутений, также являющийся эффективным упрочняющим элементом, незначительно сегрегирует в процессе кристаллизации ($K_c = -1,1$).

Таблица 3

Коэффициенты дендритной сегрегации легирующих элементов
в сплавах ВЖМ4 и ВЖМ8

Сплав	$K_c = C_{м.д}/C_{о.д.п.}$							
	Cr	Mo	Al	W	Ta	Co	Re	Ru
ВЖМ4	-1,4	-1,3	1,4	-1,7	2,2	-1,4	-4,9	-1,3
ВЖМ8	-1,2	1,1	1,3	-2,3	2,1	-1,1	-3,1	-1,1

Закономерности микросегрегации легирующих элементов определяются видом поверхностей солидус и ликвидус на фазовых диаграммах состояния. Легирующий элемент, повышающий температуру солидуса ЖНС, обогащает оси дендритов, иначе он концентрируется в междендритных областях. Экспериментально установлено (рис. 9), что W и Re значительно повышают температуру солидуса ЖНС, кобальт повышает ее незначительно; данные о влиянии рутения отсутствуют; все другие элементы (Al, Cr, Ta, Nb, Ti, V, Mo, Hf, Zr, C) понижают температуру солидуса.

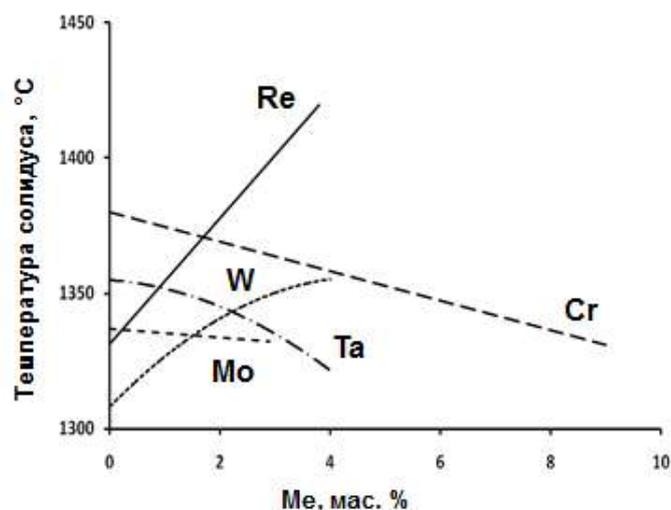


Рис. 9 – Влияние легирующих элементов на температуру солидуса ЖНС

Отметим, что легирующие элементы Cr и Mo в сплаве ВЖМ4 концентрируются в осях дендритов, выпадая из выше указанной общей закономерности, как элементы понижающие температуру солидуса ЖНС. Причина такого аномального поведения этих двух элементов неизвестна.

Термическая обработка монокристаллических сплавов

Для устранения химической и структурной неоднородности и формирования однородных по размеру и форме упрочняющих частиц γ' -фазы и достижения требуемых значений механических свойств монокристаллические отливки из ЖНС подвергаются многоступенчатой термической обработке.

Гомогенизирующий отжиг является первой ступенью термической обработки отливок из ЖНС. Цель гомогенизирующего отжига – выравнивание концентраций легирующих элементов в пределах дендритной ячейки и растворение неравновесной эвтектики $\gamma+\gamma'$ (или перитектической γ' -фазы). Температуру гомогенизирующего отжига выбирают таким образом, чтобы она находилась выше температуры полного растворения γ' -фазы и ниже температуры начала плавления неравновесной эвтектики $\gamma+\gamma'$ т.е. в пределах так называемого «окна» термообработки. При высокотемпературной гомогенизации протекают два процесса: вначале растворяется неравновесная эвтектика $\gamma+\gamma'$, а затем происходит диффузионное выравнивание химического состава в пределах дендритных

ячеек. Следствием растворения выделений эвтектик $\gamma+\gamma'$ является образование в междендритных участках микропор (рис. 10, *a*) в количестве до ~0,5% (объемн.). Если гомогенизация прошла достаточно полно, то размер γ' -частиц и их форма по дендритной ячейке идентичны, так как они выделяются из γ -твердого раствора одинакового состава.

Скорость охлаждения от температуры гомогенизирующего отжига является критическим параметром первой ступени термической обработки монокристаллических ЖНС. Обычно применяются высокие (~100 °С/мин) скорости охлаждения. Такие скорости охлаждения отливок после гомогенизирующего отжига достигаются путем напуска в вакуумную камеру инертного газа аргона.

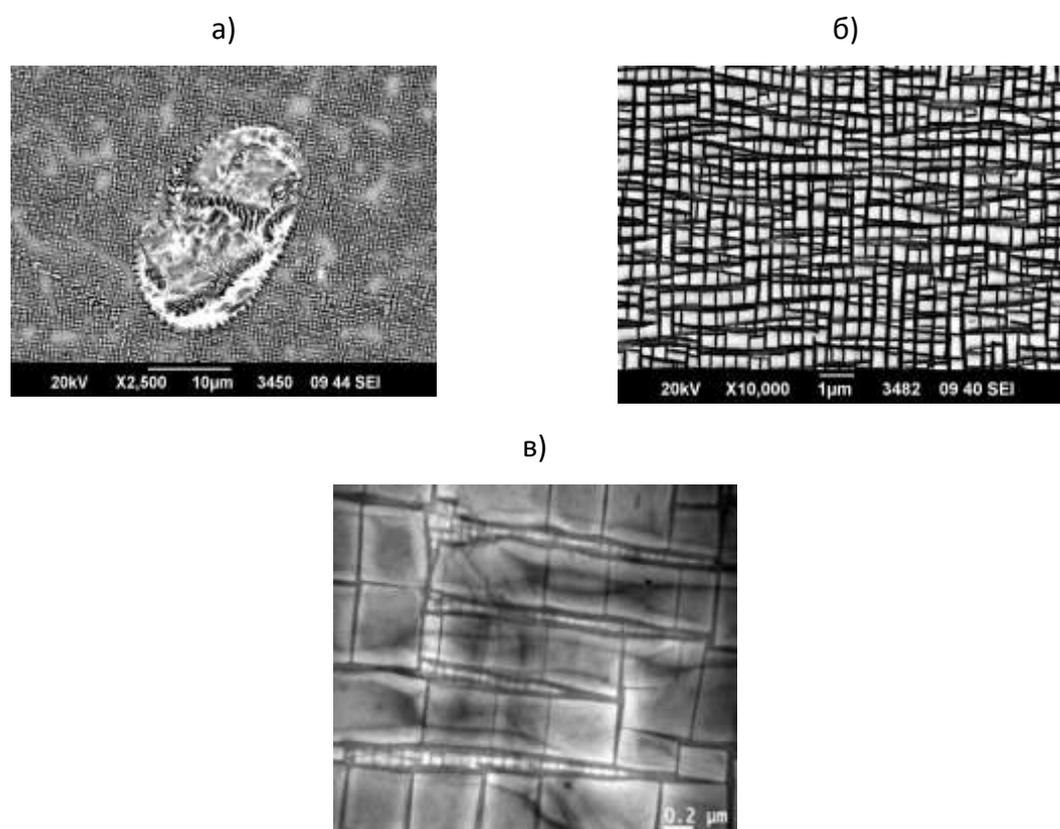


Рис. 10 – Микроструктура монокристалла рений-рутенийсодержащего ЖНС после термической обработки:

a – микропора, образовавшаяся при гомогенизации (гомогенизационная микропора); *б* – частицы γ' -фазы в γ -матрице после двухстадийного старения (светлые частицы – γ' -фаза, прослойки между ними – γ); *в* – выделения наночастиц γ' -фазы в прослойках матричного γ -твердого раствора

После охлаждения отливок ЖНС с температуры гомогенизирующего отжига с такими скоростями частицы γ' -фазы имеют средний размер $\sim 0,2$ мкм. Охлаждение с более низкими скоростями приводит к образованию крупных частиц γ' -фазы в форме субкубов, что не обеспечивает достижение высоких механических свойств.

Хорошо известно, что оптимальные жаропрочные свойства монокристаллов из ЖНС достигаются при определенных размерах частиц γ' -фазы, равных примерно 0,5 мкм. Помимо оптимального размера важны также их однородность по размеру, правильная кубовидная морфология и упорядоченное расположение в матрице γ -твердого раствора. Все эти параметры обеспечиваются высокой скоростью охлаждения после гомогенизации и последующим двухстадийным старением.

Первое (высокотемпературное) старение осуществляется в интервале 1000–1150°C в течение 4...8 ч в зависимости от химического состава сплава. Охлаждение лопаток после первого (высокотемпературного) старения также должно быть высокоскоростным. В процессе высокотемпературного старения примерно 10–15% частиц γ' -фазы растворяются, а оставшиеся приобретают кубоидальную форму и увеличиваются в размере до примерно 0,5 мкм и образуют псевдорегулярную структуру.

Второе (низкотемпературное) старение проводится в области температур начала растворения γ' -фазы (850...900°C) в течение 16...48 ч. В процессе низкотемпературного старения габитусные поверхности крупных частиц приобретают плоскую огранку (рис. 10, б, в), причем средний размер частиц γ' -фазы остается практически неизменным, а в прослойках γ -твердого раствора между частицами γ' -фазы в соответствии с кривой растворимости выделяются ультрамелкие γ' -частицы размером 50 нм (рис. 10, в). Таким

образом распределение частиц по размерам после второго старения приобретает бимодальный характер: в γ -матрице расположены микрочастицы γ' -фазы кубоидной морфологии размером примерно 0,4 мкм с псевдорегулярным пространственным расположением, а между ними в прослойках γ -твёрдого раствора – ультра мелкие выделения γ' -фазы размером примерно 50 нм, Такая исходная микроструктура монокристаллов из ЖНС обеспечивает максимальное сопротивление высокотемпературной ползучести.

Механические свойства монокристаллов

Модуль упругости. В табл. 4 приведены экспериментальные значения статического модуля упругости в интервале температур 20-1150°C, полученные при испытании на растяжение монокристаллов трёх КГО $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ из сплавов ВЖМ4, ВЖМ7 и ВЖМ8. Представленные в табл. 4 значения модуля упругости для каждой КГО достаточно хорошо согласуются между собой, а также с известными научными литературными данными, полученными для монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов марок ЖС6Ф, ЖС32, ЖС32У, ЖС36 и CMSX-4. Во всем исследованном температурном интервале 20-1150°C наибольший модуль упругости (E) имеют монокристаллы ЖНС с ориентацией $\langle 111 \rangle$, а наименьший – с ориентацией $\langle 001 \rangle$. Промежуточные значения модуля упругости характерны для монокристаллов с КГО $\langle 011 \rangle$.

Статический модуль упругости монокристаллов жаропрочных сплавов ВЖМ4, ВЖМ7 и ВЖМ8 с различной кристаллографической ориентацией

Температура испытания, °С	Модуль упругости, ГПа, сплава								
	ВЖМ4			ВЖМ7			ВЖМ8		
	<001>	<011>	<111>	<001>	<011>	<111>	<001>	<011>	<111>
20	130	233	300	149	256	292	130	235	300
100	127	228	299	-	-	-	-	-	-
200	125	222	289	-	-	-	-	-	-
300	122	215	280	-	-	-	-	-	-
400	118	207	271	119	225	253	-	-	-
500	114	200	261	111	217	243	-	-	-
600	108	192	252	103	208	233	-	-	-
700	103	184	240	95	200	223	113	194	260
800	94	175	233	87	192	213	102	177	250
900	92	-	216	79	184	203	95	161	238
1000	86	-	-	71	175	192	82	137	205
1100	-	-	-	63	167	182	-	-	-
1150	-	-	-	59	163	177	-	-	-

Сопоставление данных по модулю упругости монокристаллов ЖНС различных систем легирования показывает, что все они имеют аналогичные температурно-ориентационные зависимости, отличаясь незначительно по величине в пределах одной кристаллографической ориентации, и могут быть описаны следующими уравнениями [25]:

$$E_{\langle 001 \rangle} = -3 \cdot 10^{-5} T^2 - 0,0195 \cdot T + 132,7; R^2 = 0,899 \quad (1)$$

$$E_{\langle 011 \rangle} = -2 \cdot 10^{-5} T^2 - 0,0551 \cdot T + 235,6; R^2 = 0,863 \quad (2)$$

$$E_{\langle 111 \rangle} = -3 \cdot 10^{-5} T^2 - 0,0624 \cdot T + 302,6; R^2 = 0,795 \quad (3)$$

где $E_{\langle hkl \rangle}$ ($\langle hkl \rangle$: $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$) – модули упругости, ГПа; T – температура, °С; R – корреляционный множитель.

Из данных табл. 4 и уравнений (1–3) следует, что модуль упругости ЖНС с увеличением температуры монотонно снижается независимо от КГО

монокристаллов (рис. 11). Существенная анизотропия модуля упругости монокристаллов этих сплавов сохраняется вплоть до температуры 1150°C.

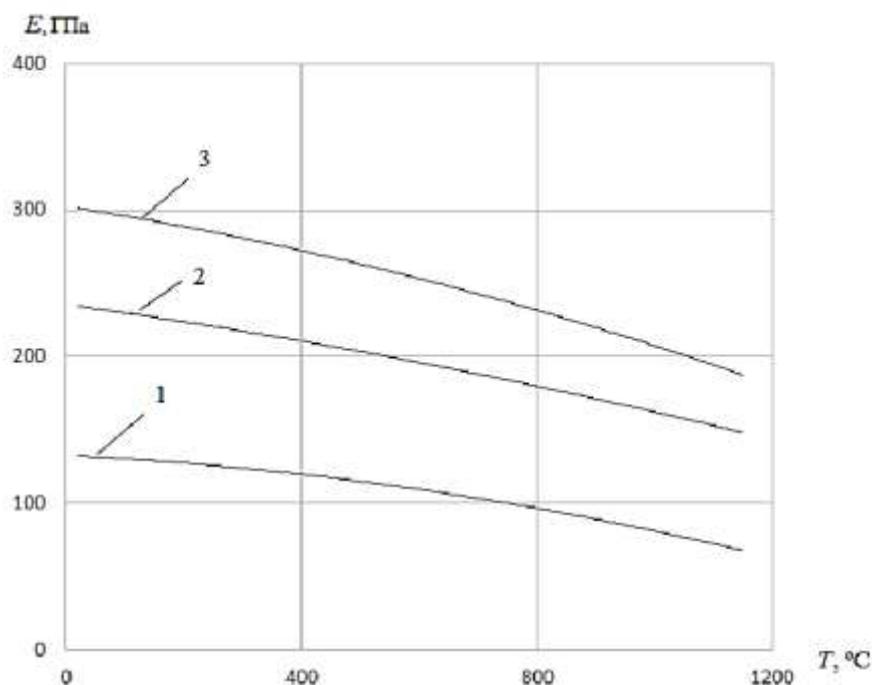


Рис. 10 – Температурно-ориентационная зависимость модуля упругости монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов с ориентациями $\langle 001 \rangle$ (1), $\langle 011 \rangle$ (2) и $\langle 111 \rangle$ (3)

Прочность и пластичность. Температурно-ориентационные зависимости кратковременных механических свойств монокристаллов ЖНС рассмотрим на примере сплава ВЖМ4. На рис. 11 представлены температурные зависимости предела прочности σ_b и предела текучести $\sigma_{0,2}$, относительного удлинения δ и сужения ψ монокристаллов с ориентацией $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ сплава ВЖМ4.

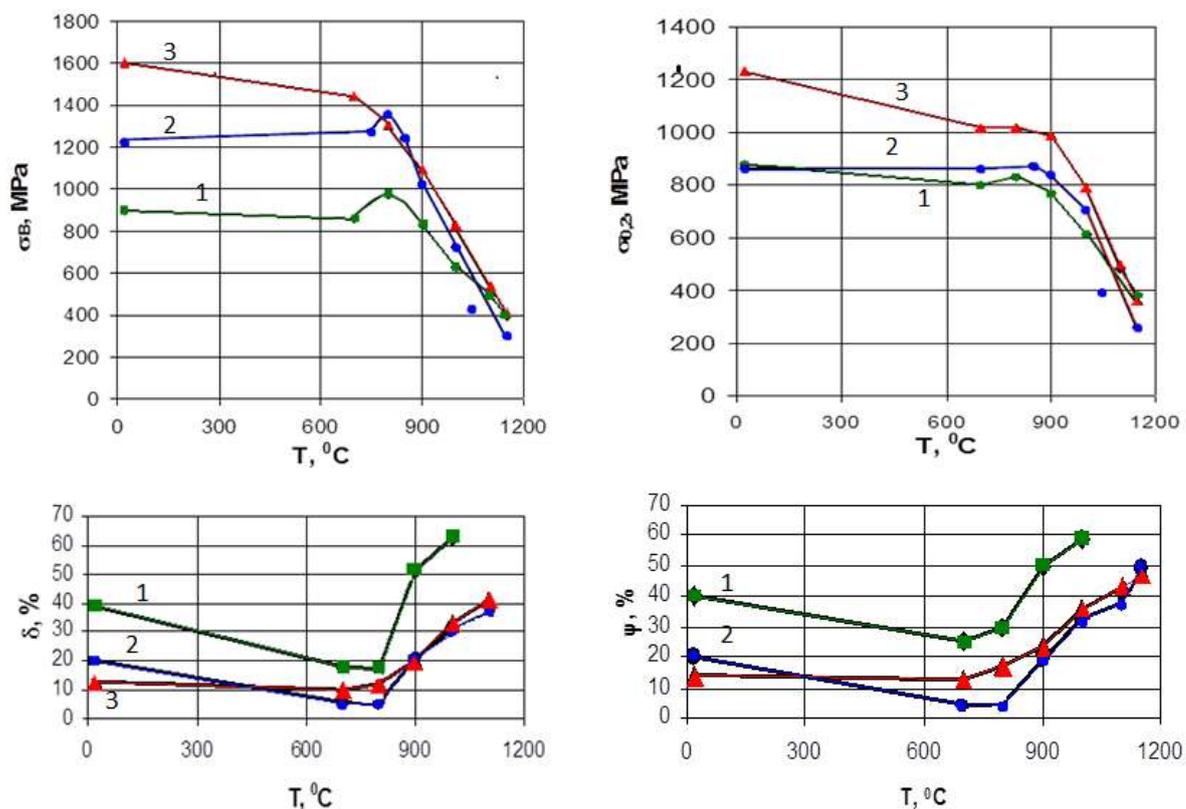


Рис. 11 – Температурные зависимости предела прочности σ_B и предела текучести $\sigma_{0,2}$, удлинения и сужения монокристаллов с ориентацией $\langle 001 \rangle$ (1), $\langle 011 \rangle$ (2), $\langle 111 \rangle$ (3) сплава ВЖМ4

Как следует из рис. 11, в интервале температур от 20 до 700°C сплав ВЖМ4 с КГО $\langle 001 \rangle$ и $\langle 011 \rangle$ имеет слабую температурную зависимость пределов прочности σ_B и текучести $\sigma_{0,2}$. При дальнейшем повышении температуры наблюдается возрастание этих характеристик до максимальных значений при пиковой температуре 800°C, выше которой происходит разупрочнение сплава и снижение пределов прочности и текучести монокристаллов $\langle 001 \rangle$ и $\langle 011 \rangle$ сплавов по закону, близкому к линейному. Подобное изменение σ_B и $\sigma_{0,2}$ двухфазных монокристаллов исследуемого сплава при повышенных температурах объясняется аномальной температурной зависимостью предела текучести частиц интерметаллидной γ' -фазы [1]. Для монокристаллов $\langle 111 \rangle$ характерно монотонное снижение пределов прочности и текучести во всем исследованном температурном интервале.

Для всех исследованных сплавов в области температур 20–800°C монокристаллы с КГО <111> имеют пределы прочности и текучести значительно большие, чем монокристаллы с КГО <001> и <011>, а наименьшими характеристиками кратковременной прочности обладают монокристаллы сплавов с ориентацией <011>, т.е. имеет место значительная анизотропия этих прочностных характеристик при температурах 20–800°C. При более высоких температурах анизотропия пределов прочности и текучести практически вырождается и все ориентации монокристаллов ЖНС соответствующих сплавов становятся приблизительно равнопрочными.

Характеристики пластичности монокристаллов ЖНС снижаются до минимальных значений при пиковой температуре 800°C, выше которой наблюдается существенное повышение удлинения и сужения. Подобный «провал» пластичности при пиковых температурах типичен для всех никелевых жаропрочных сплавов с той лишь разницей, что величина минимальной пластичности различна для сплавов разных поколений.

Длительная прочность. На рис. 12 а, б приведены средние значения предела длительной прочности за 100 и 1000 ч для монокристаллов сплава ВЖМ4 трех кристаллографических ориентаций <001>, <011> и <111>, полученных⁴ по результатам испытаний на длительную прочность в интервале температур 750–1150°C.

Для оценки кристаллографической анизотропии длительной прочности монокристаллов сплава использовали коэффициенты анизотропии $K_{\phi}^{<hkl>}$, которые рассчитывали по формуле [30]:

$$K_{\phi}^{<hkl>} = \frac{y_{\phi}^{<hkl>}}{y_{\phi}^{<001>}}, \quad (4)$$

где $y_{\phi}^{<hkl>}$ и $y_{\phi}^{<001>}$ – пределы длительной прочности монокристалла с ориентацией растягивающей силы в направлениях соответственно <hkl> и <001> за время τ .

⁴ С.А. Голынец, Ф.В. Юшакова (ФГУП «ВИАМ»).

На рис. 12 *в, г* показаны особенности изменения рассчитанных коэффициентов анизотропии длительной прочности $K_{\phi}^{<011>}$ и $K_{\phi}^{<111>}$ монокристаллов сплава ВЖМ4 в зависимости от температуры и длительности испытаний. Видно, что коэффициенты анизотропии являются немонотонными функциями температуры с максимумами.

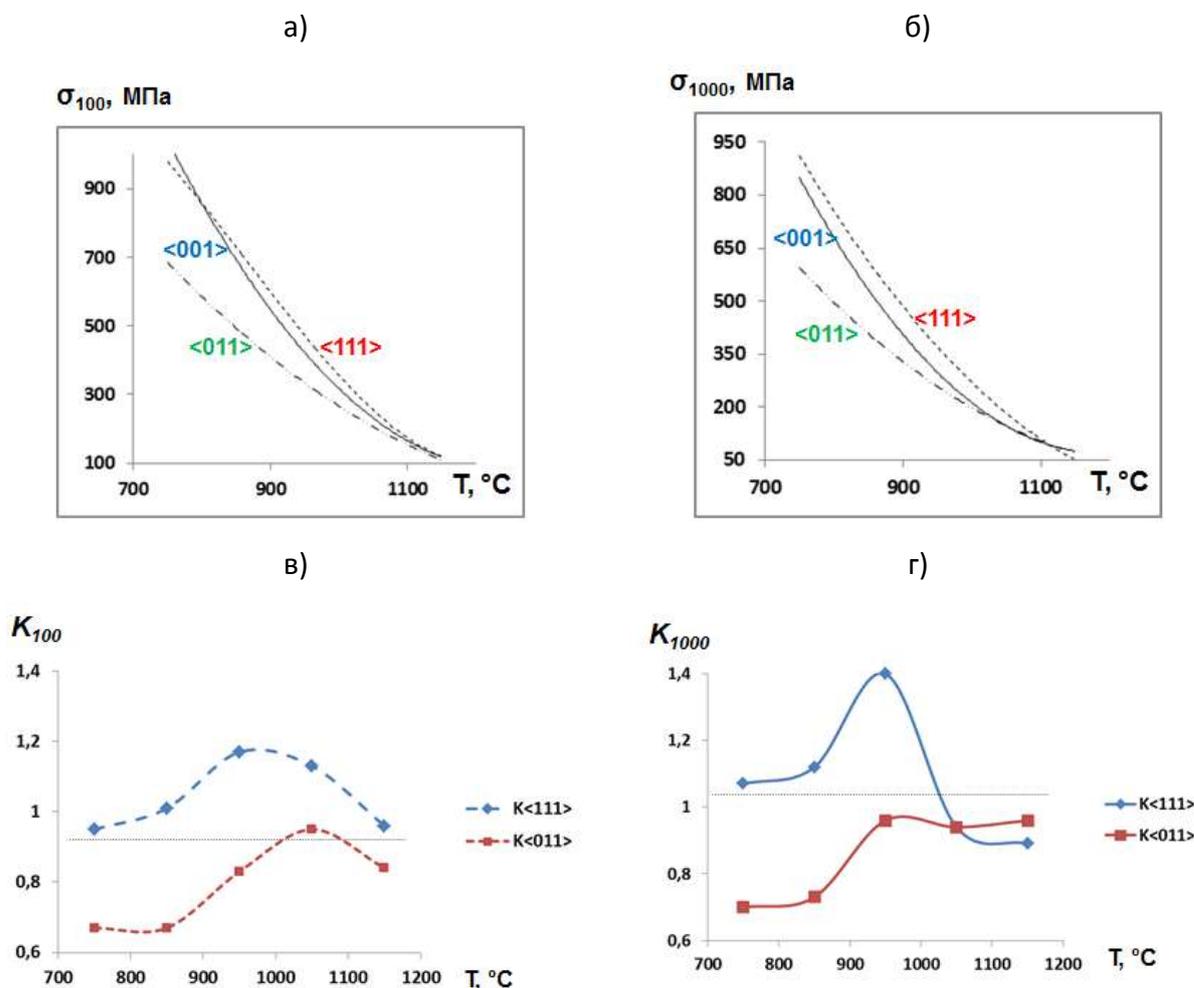


Рис. 12 – Длительная прочность на базах 100 ч (*а*) и 1000 ч (*б*) и коэффициенты анизотропии длительной прочности (*в, г*) монокристаллов сплава ВЖМ4 с ориентировкой $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ в интервале температур 750–1150°C

Как следует из рис. 12 *в, г*, коэффициенты анизотропии $K_{100}^{<011>}$ в интервале температур 900–1150°C и $K_{1000}^{<011>}$ при температурах 750 и 850°C значительно меньше 1, т. е. монокристаллы сплава ВЖМ4 с ориентацией $\langle 001 \rangle$ имеют существенно более высокие значения длительной прочности, чем

с ориентацией $\langle 011 \rangle$. В интервале температур 950-1150°C коэффициент $K_{1000}^{\langle 011 \rangle}$ примерно равен 1 и монокристаллы сплава ВЖМ4 с ориентацией $\langle 011 \rangle$ по уровню длительной прочности незначительно уступают монокристаллам с КГО $\langle 001 \rangle$. Коэффициенты анизотропии $K_{\tau}^{\langle 111 \rangle}$ сплава ВЖМ4 возрастают, достигая при 950°C значений больше 1, и затем снижаются. При этом коэффициент $K_{100}^{\langle 111 \rangle}$ остается больше 1 до 1150°C и длительная прочность на базе 100 ч монокристаллов сплава ВЖМ4 с ориентацией $\langle 111 \rangle$ выше, чем у монокристаллов с ориентацией $\langle 001 \rangle$. Коэффициент $K_{1000}^{\langle 111 \rangle}$ при температурах 1050 и 1150°C меньше 1 и длительная прочность на базе 1000 ч монокристаллов сплава ВЖМ4 с ориентацией $\langle 111 \rangle$ меньше, чем у монокристаллов с ориентацией $\langle 001 \rangle$.

Исследования длительной прочности монокристаллов других ЖНС показали, что они имеют примерно аналогичные температурно-временные зависимости анизотропии длительной прочности, которая обусловлена особенностями эволюции γ/γ' -микроструктуры монокристаллов при длительном воздействии температуры и напряжений, а именно формированием и деградацией «рафт-структуры» монокристаллов разных ориентаций.

Циклическая прочность. Результаты испытаний⁵ на малоцикловую усталость (МЦУ) при температуре 850°C («жесткий» цикл нагружения) и многоцикловую усталость (МнЦУ) при температурах 900 и 1000°C (изгиб при вращении) гладких образцов монокристаллов сплавов ВЖМ4, ВЖМ7 и ВЖМ8 трех КГО $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ представлены в табл. 5. Как следует из табл. 5, наиболее предпочтительной КГО монокристаллов сплавов ВЖМ4, ВЖМ7 и ВЖМ8, оказывающей повышенное сопротивление МЦУ в данных условиях «жесткого» цикла нагружения, является ориентация $\langle 001 \rangle$. При испытаниях на МнЦУ по пределу выносливости при 900 и 1000°C монокристаллов сплавов с КГО $\langle 111 \rangle$ имеют преимущество в сравнении с ориентациями $\langle 001 \rangle$ и $\langle 011 \rangle$

⁵ М.А. Горбовец, М.С. Беляев.

Характеристики малоциклового (МЦУ) и многоциклового (МнЦУ) усталости монокристаллов ЖНС

Температура испытаний, °С	МЦУ: $\Delta\epsilon$, % на базе $1 \cdot 10^4$ цикл монокристалла с ориентацией			Температура испытаний, °С	МнЦУ: σ_{-1} , МПа на базе $2 \cdot 10^7$ цикл монокристалла с ориентацией		
	<001>	<011>	<111>		<001>	<011>	<111>
Сплав ВЖМ4							
850	1,16	0,56	0,68	1000	300	285	310
Сплав ВЖМ7							
850	1,10	0,70	0,30	900	400	415	490
Сплав ВЖМ8							
850	1,30	0,66	0,44	1000	380	380	460

В табл. 6. Представлены для сравнения механические свойства (кратковременные, длительные статические и циклические) некоторых отечественных и зарубежных монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов (КГО <001>). Представленные в табл. 6 результаты показывают преимущество рений-рутенийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов во всём температурно-временном диапазоне и, следовательно, свидетельствует о более высокой структурно-фазовой стабильности высокорениевых сплавов, легированных рутением.

В заключение необходимо отметить, что согласно прогнозу, в ближайшие годы для монокристаллических лопаток турбин перспективных авиационных двигателей будет разработано следующее поколение никелевых жаропрочных сплавов, легированных рением и рутением, на рабочие температуры до 1200°С.

Таблица 6

Уровень свойств монокристаллических Re- и Re-Ru-содержащих жаропрочных никелевых сплавов

Свойства при температуре		Re-содержащие ЖНС		Re-Ru-содержащие ЖНС				
		ВЖМ5	ВЖМ7	ВЖМ4	ВЖМ6	ВЖМ8	TMS-196 Япония	ERM-102 США
20°C	Плотность, г/см ³	8,79	8,39	8,89	9,01	9,08	9,01	9,2
750°C	σ_B , МПа	1150	1090	1240	1260	1275	1353	1150
	$\sigma_{0,2}$, МПа	970	950	850	870	1030	935	900
20°C	МнЦУ σ_{-1} , МПа, $2 \cdot 10^7$	420	510	420	420	470	-	-
900°C		410	400	360	400	410	-	-
750°C	МЦУ σ_0 , МПа, $1 \cdot 10^4$	1050	-	1020	1050	1200	-	-
1000°C	σ_{100} , МПа	275	220	305	315	320	320	325
	σ_{1000} , МПа	-	140	200	220	200	200	200
1100°C	σ_{100} , МПа	150	125	170	180	185	210	160
	σ_{1000} , МПа	-	85	120	130	135	135	97
1150°C	σ_{100} , МПа	-	-	125	130	140	-	-
	σ_{500} , МПа	-	-	85	100	110	-	-
1170°C	σ_{100} , МПа	-	-	-	-	110	-	-
	σ_{500} , МПа	-	-	-	-	90	-	-

Выводы

Применение разработанных во ФГУП «ВИАМ» новых монокристаллических рений- и рений-рутенийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов (ВЖМ5, ВЖМ7, ВЖМ4, ВЖМ8), технологий их литья и термической обработки позволит создать турбинные лопатки с рекордно высокими характеристиками жаропрочности, ресурса и температурной работоспособности.

Литература

1. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толораия В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с.
2. Ножницкий Ю.А., Голубовский Е.Р. Обеспечение прочностной надежности монокристаллических рабочих лопаток высокотемпературных турбин перспективных ГТД // Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение: тр. Междунар. науч.-технич. конф. М.: ВИАМ, 2006. С. 65–71.
3. Walston S., Cetel A., MacKay R. et al. Joint development of a fourth generation single crystal superalloy // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004. P. 15–24.
4. Koizumi Y., Kobayashi T., Yokokawa T. et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys // Ibid. P. 35–43.
5. Fifth generation nickel base single crystal superalloy // TMS-196. Tokyo (Japan): NIMS and IHI, 2006. 4 p. URL: <http://www.sakimori.nims.go.jp> (дата обращения: 21.12.2011).
6. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Компьютерное конструирование жаропрочного никелевого сплава IV поколения для монокристаллических лопаток газовых турбин // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука, 2006. С. 98–115.
7. Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Висик Е.М., Голынец С.А. Разработка монокристаллического жаропрочного никелевого сплава V поколения. // Металлы. 2017. № 6. С. 1–14.
8. Светлов И.Л., Петрушин Н.В. Жаропрочные эвтектические сплавы // Энциклопедия машиностроения. Т. II-3. Цветные металлы и сплавы. Композиционные материалы. М.: Машиностроение, 2001. С. 810-813.
9. Светлов И.Л. Высокотемпературные Nb-Si композиты // Материаловедение. 2010. № 9-10. С. 18–38.

10. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука, 2006. С. 56–78.

11. Каблов Е. Н., Петрушин Н. В., Бронфин М.Б., Алексеев А.А. Особенности монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением // Металлы. 2006. №5. С. 47–57.

12. Каблов Е. Н., Петрушин Н. В., Морозова Г.И., Светлов И.Л. Физико-химические факторы жаропрочности никелевых сплавов, содержащих рений // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука, 2006. С. 116–130.

13. Каблов Н.В., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД // Технология легких сплавов. 2007. №2. С.6–16.

14. Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Самойлов А.И., Тимофеева О.Б. Высокотемпературные фазовые и структурные превращения в монокристаллах жаропрочных никелевых сплавов, содержащих рений и рутений //Материаловедение. 2008. №10 (139). С.13–18. №11 (140). С.26–31.

15. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Голубовский Е.Р., Хвацкий К.К., Щеголев Д.В., Елютин Е.С. Механические свойства монокристаллов никелевого жаропрочного сплава, содержащего рений и рутений // Деформация и разрушение материалов. 2008. №11. С. 26–35.

16. Голубовский Е.Р., Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Черкасова С.А., Волков М.Е. Малоцикловая усталость монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов при повышенных температурах //Деформация и разрушение материалов. 2009. №8. С. 41–48.

17. Petrushin N.V., Svetlov I.L., Samoylov A.I., Morozova G.I. Physicochemical Properties and Creep Strength of a Single Crystal of Nickel-base

Superalloy Containing Rhenium and Ruthenium // *J. Mat. Res. (formerly Metallkd.)*. 2010. V. 101. №5. P. 594–600.

18. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Монокристаллические жаропрочные сплавы для газотурбинных двигателей // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение*. 2011. №SP2. С. 38–52.

19. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 36–52.

20. Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Оспенникова О.Г.: 1) Литейные жаропрочные никелевые сплавы // *Все материалы. Энциклопедический справочник*. 2012. №5. С. 15–19; 2) Литейные жаропрочные никелевые сплавы // *Все материалы. Энциклопедический справочник*. 2012. № 6. С. 16–21.

21. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Висик Е.М., Рассохина Л.И., Тимофеева О.Б. Жаропрочные никелевые сплавы низкой плотности. // *Литейное производство*. 2012. №6. С. 5–11.

22. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Елютин Е.С. Рений в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах для лопаток газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №S5. С. 5–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-5-16.

23. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В., Висик Е.М. Монокристаллический жаропрочный никелевый сплав нового поколения с низкой плотностью // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №2 (35). С. 14–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-14-25.

24. Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Назаркин Р.М. и др. Сегрегация легирующих элементов в направленно закристаллизованных жаропрочных никелевых сплавах, содержащих рений и рутений // *Вопросы материаловедения*. 2015. №1 (81). С. 27–37.

25. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // *Авиационные материалы и технологии: юбил. Научн-техн. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии»)* / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2017. С. 72–103.

26. 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.

27. Harada H. Development of Superalloys for 1700°C ultra-efficient gas turbines // *Proc. 9th Liege Conf. «Materials for Advanced Power Engineering 2010»*. Belgium: University of Liège, 2010. P. 604–614.

28. Висик Е.М., Герасимов В.В. Исследование влияния тепловых условий при направленной кристаллизации на параметры структуры интерметаллидного сплава ВКНА-4УМоно // *Металлург*. 2013. №11. С. 99–104.

29. Висик Е.М., Тихомирова Е.А., Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Герасимов В.В., Живушкин В.А. Технологическое опробование нового жаропрочного сплава с низкой плотностью при литье монокристаллических лопаток ГТД // *Металлург*. 2017. № 2. С. 80-86.

30. Голубовский Е.Р., Светлов И.Л. Температурно-временная зависимость анизотропии длительной прочности монокристаллов ЖНС // *Проблемы прочности*. 2002. № 2. С. 5–19.

УДК 621.74

Применение свариваемого жаропрочного сплава ВЖ172Л для отливок деталей статора ГТД

Мазалов И.С.¹; Ломберг Б.С.¹, д.т.н.; Рассохина Л.И.¹; Колядов Е.В.¹;
Голев Е.В.¹; Саморуков М.Л.¹

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Представлены особенности технологии литья деталей для крупных несущих деталей статора из жаропрочного сплава ВЖ172Л.

Ключевые слова:

технология литья, жаропрочный сплав, ВЖ172Л

Применение фасонных отливок крупногабаритных деталей статора, прежде всего корпусов, опор турбины и направляющего аппарата, существенно повышает экономическую эффективность производства. Точное литье по выплавляемым моделям позволяет свести к минимуму потери на механическую обработку, исключить протяженные сварные швы в конструкции корпуса, сократить время изготовления сборочных единиц и их контроль. Также широкая унификация по маркам сплава в конструкции ГТД, позволяет использовать возвратные отходы для литья, что также снижает конечную стоимость изделий.

Вместе с тем, применение технологии литья деталей для крупных несущих деталей статора связано с повышенными требованиями к качеству

отливок и уровню механических свойств материала в литом состоянии. Деформируемые свариваемые сплавы на никелевой основе с относительно невысоким содержанием упрочняющих фаз (как правило, соединения типа Ni_3Al , Ni_3Nb) демонстрируют удовлетворительные литейные характеристики. Кроме того, в виду способности к сварке плавлением этого класса жаропрочных материалов, отливки деталей из них ремонтпригодны с точки зрения исправления таких литейных дефектов как рыхлоты, скопления пор, неслитины.

С другой стороны, по уровню механических характеристик, прежде всего по кратковременной прочности и сопротивлению малоцикловой и многоцикловой усталости, отливки с равноосной структурой из никелевых свариваемых сплавов существенно уступают деформированным заготовкам с мелкозернистой структурой. Таким образом, по комплексу требуемых характеристик лишь немногие никелевые сплавы, способные к сварке плавлением, удовлетворяют конструкторов ГТД с точки зрения применения для нагруженных деталей статора.

В США практически с момента разработки и начала использования сплава Inconel 718 в конце 60-х годов, были начаты работы по его использованию для литья фасонных отливок деталей. Если в начале использования этого материала диаметр отливок ограничивался примерно 600 мм, то к концу 80-х годов с совершенствованием технологии отливки и последующей обработки (включая горячее изостатическое прессование), диаметр отливок достигал 1000 мм.

На рисунке 1 схематично представлено использование точных отливок деталей из сплава Inconel 718 в двигателе General Electric CF6-80.

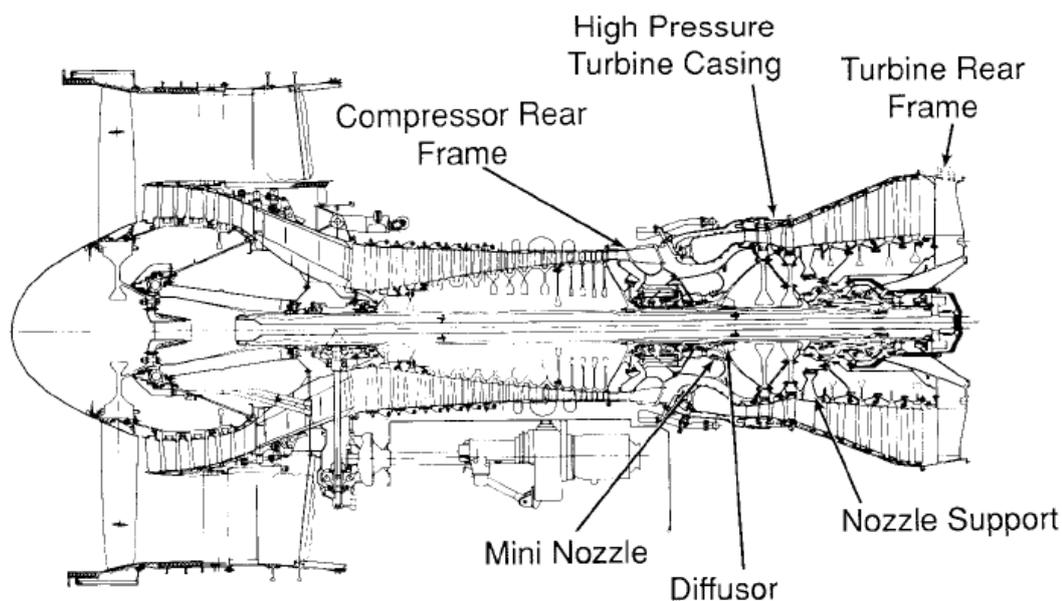
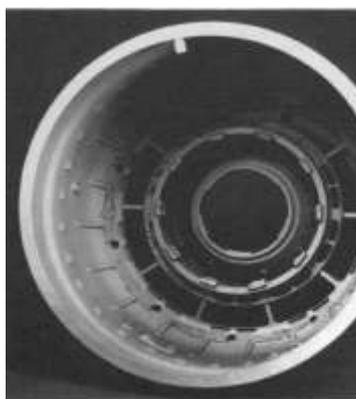


Рис. 1 - Применение крупногабаритных отливок деталей в двигателе CF6-80 фирмы General Electric

На рисунке 2 показаны типичные примеры крупногабаритных отливок заднего корпуса КВД, опоры турбины.



Compressor Rear Frame from the type CF6-80



Рис. 2 – Крупногабаритные отливки деталей статора: задний корпус КВД, опоры турбин

В ФГУП «ВИАМ» был разработан и паспортизован в 2006 году сплав ВЖ172, который превосходит по жаропрочности и рабочей температуре зарубежный сплав Inconel 718, а по комплексу характеристик прочности и жаропрочности все применяемые в настоящее время отечественные сплавы аналогичного назначения. В 2012 году были проведены исследования по получению литой модификации сплава – ВЖ172Л. Был оптимизирован

химический состав по углероду и цирконию, уровень содержания которых определяет литую равноосную структуру сплава ВЖ172Л.

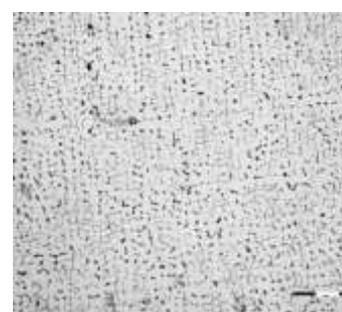
На рисунке 3 (а-в) представлена структура сплава ВЖ172Л при различном содержании углерода. Видно, что с ростом содержания углерода размер дендритных ячеек уменьшается, структура карбидной эвтектики приобретает вид иероглифа. С ростом содержания углерода пластичность материала падает без существенного увеличения прочностных характеристик.



а). 0,08% С



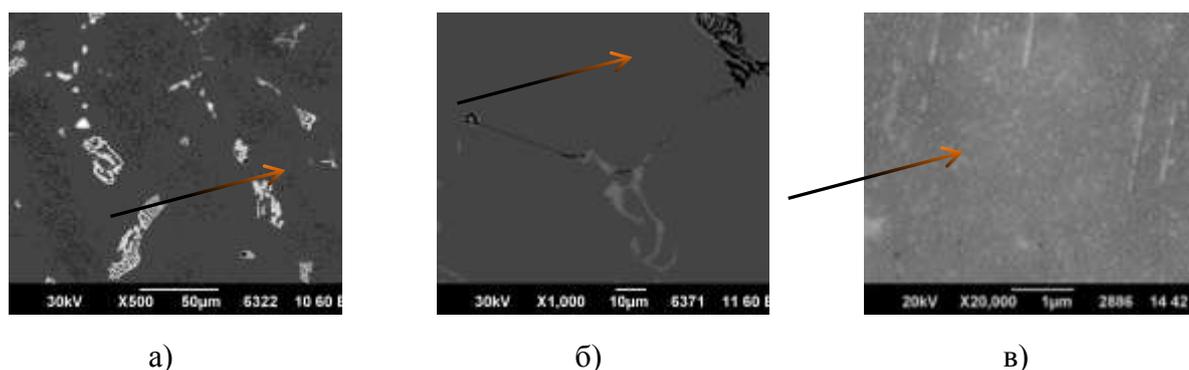
б). 0,1% С



в). 0,14% С

Рис. 3 – Микроструктура сплава ВЖ172Л с различным содержанием углерода

Эвтектические составляющие сплава ВЖ172Л при кристаллизации располагаются в междендритном пространстве, помимо карбидной фазы типа МС, сформированной преимущественно ниобием и титаном (NbTiC), также присутствует значительная по объемной доле эвтектическая интерметаллидная γ' -фаза типа Ni_3Al с ГКЦ решеткой, но со значительным содержанием Zr и Nb. После наложения старения или при замедленном охлаждении из твердого раствора выделяется вторичная γ' - фаза Ni_3Al с размерами частиц 70-100 нм (рисунок 4 а-в).



а) Карбидная эвтектика Nb(Zr,Ti)C; б) Первичная эвтектическая γ' - фаза Ni₃(Zr,Nb,Al,Ti); в) Вторичная γ' - фаза Ni₃(Al,Ti,Nb)

Рис. 4 – Фазовые составляющие сплава ВЖ172Л

Особенности фазового состояния сплава ВЖ172Л обуславливают необходимость отдельного определения критических температур и литейных характеристик для выбора режимов литья деталей по выплавляемым моделям.

Для этого методом дифференциального термического анализа (ДТА) были определены средние значения температур фазовых превращений сплава ВЖ172Л, показанные в таблице 1.

Таблица 1

Средние значения температур фазовых превращений сплава ВЖ172Л

Наименование температуры, характеризующей изменение фазового состояния	Температура, °С
Температура плавления эвтектики, °С	1180-1190
Температура неравновесного солидуса при нагреве T _s , °С	1190-1210
Температура плавления карбидной эвтектики MeC, °С	1294-1297
Температура ликвидуса, °С	1350-1355

Исследование жидкотекучести сплава ВЖ172Л проводилось с определением зависимости высоты подъема расплава от диаметра прутка при заливке многомерной вертикальной пробы Чикеля-Нехендзи (рисунок 5).



Рис. 5 – Вертикальная проба Чикеля-Нехендзи для исследования жидкотекучести

Жидкотекучесть – среднее значение высоты подъема сплава при диаметре прутка (d) 3 мм, составила 12,5 мм.

Исследование склонности к образованию трещин при кристаллизации и охлаждении сплава ВЖ172Л проводилось с использованием формы на четыре фасонные отливки пластин толщиной от 3 до 10 мм с керамическими стержнями, разноудаленными по длине тонкой полки, что обеспечивает затрудненную усадку в момент кристаллизации сплава. Полученные образцы были исследованы рентгенографическим и капиллярным методами на наличие трещин в зонах центральной части (1) и радиуса перехода толстого сечения в тонкое (2), в которых наиболее вероятно возникновение дефектов. Схема исследуемых зон представлена на рисунке 6. Результаты исследований неразрушающими методами контроля показали, что на всех образцах горячих трещин в зонах 1 и 2 не выявлено.

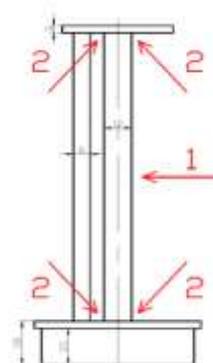


Рис. 6 - Форма для исследования склонности к горячим трещинам, полученная отливка и исследуемые критические зоны

Для расчета литейно-питающей системы и проектирования прессформ для изготовления восковых моделей были проведены исследования с определением величин свободных линейной и объемной усадок. Определена величина свободной линейной усадки сплава ВЖ172Л в условиях незатрудненного затвердевания и свободной кристаллизации образцов - свидетелей при заливке керамической формы, внешний вид которой представлен на рисунке 7а. Расчет величины свободной линейной усадки производился по формуле (1): $\text{Линейная усадка, \%} = L_0 - L_1 / L_0 \times 100$, где

L_0 - линейный размер образца в модели, мм;

L_1 - линейный размер образца в литье, мм.

В результате произведенных расчетов на 4-х образцах из сплава ВЖ172Л средние значения свободной линейной усадки составили (1,39 ÷ 1,49) %. Определена величина свободной объемной усадки сплава ВЖ172Л в условиях непитаемой отливки образцов при заливке керамической формы (рисунок 7б). Расчет величины свободной объемной усадки производился по формуле (2): $\text{Объемная усадка, \%} = V_1 - V_2 + V_3 / V_1 \times 100$, где

V_1 - объем образца в модели, мм³;

V_2 - объем образца в отливке, мм³;

V_3 – объем усадочной раковины в отливке образца, мм³.



а)



б)

Рис. 7 – Отливки-пробы для определения линейной (а) и объемной (б) усадки сплава

Среднее значение объемной усадки сплава ВЖ172Л составило 4,153%. Характеристики линейной и объемной усадки соответствует уровню для литейных никелевых сплавов с поликристаллической структурой.

Проведенные исследования технологических свойств жаропрочного свариваемого никелевого сплава ВЖ172Л показали, что сплав обладает удовлетворительной жидкотекучестью, не склонен к образованию трещин в интервале температур кристаллизации и имеет величины свободных линейной и объемной усадок на уровне серийного литейного жаропрочного никелевого сплава ВХ4Л, который широко используется при изготовлении фасонных деталей статора в производстве ГТД. Сравнительные характеристики приведены в таблице 2.

Таблица 2

Технологические литейные характеристики сплава ВЖ172Л в сравнении со сплавом ВХ4Л

Характеристика	Сплав ВЖ172Л	Серийный сплав ВХ4Л
Жидкотекучесть (L) мм, при (d) 3 мм и $T_{\text{заливки}} = 1520^{\circ}\text{C}$	12,5 мм	28,0 мм
Объемная усадка, %	4,1	6,5
Линейная усадка, %	1,4 -1,5	1,5-1,6
Склонность к трещинообразованию	не выявлена	не выявлена
Интервал кристаллизации $\Delta T_{\text{кристаллизации}}, ^{\circ}\text{C}$	163	100

Технология литья деталей по выплавляемым моделям с равноосной структурой из сплава ВЖ172Л была опробована путем отливки детали «диффузор» малого диаметра (200 мм) с переменной толщиной стенки.

Для отливки корпуса диффузора из сплава ВЖ172Л предложена была разработана новая схема литниково-питающей системы, отличная от

серийной по расположению питателя (с верхнего обода перенесен на нижний), уменьшена длина стояка и количество рядов питателей, уменьшены размеры питателей. Состав керамической формы предложен в виде комбинированного набора слоев из огнеупорных материалов. Внешний вид модели и готовой керамической формы представлен на рисунке 8 а,б. После заливки, удаления остатков керамической формы, отрезки элементов литниково-питающей системы проведено исследование отливки детали диффузора (рисунок 8в) радиографическим методом контроля.

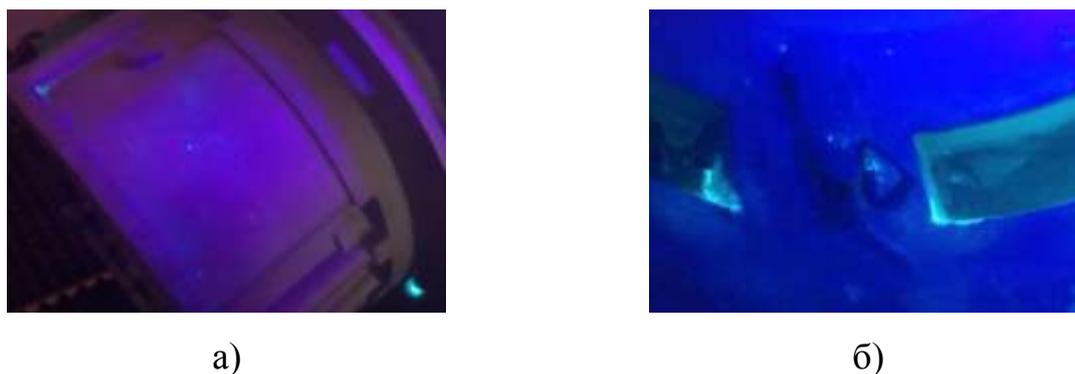
Основные дефекты обнаружены на фланце и центральной тонкой ($t = 5$ мм) части корпуса диффузора.



Рис. 8 - Модель детали с ЛПС (а), керамическая форма (б), отливка детали «диффузор» (в)

Максимальные размеры дефектов составили: рыхлота размером $3,0 \times 2,5$ мм; раковина размером $\varnothing 3,8$ мм, дефектов в виде трещин не обнаружено. По серийной технологии на отливку корпуса диффузора допускаются дефекты в виде рыхлоты размером $3,0 \times 20$ мм, 3 места, раковины размером до $\varnothing 3,0$ мм, 5 шт. Исследование капиллярным методом ЛЮМ17-Пм проведено в соответствии с ГОСТ 1 90282-79. Было выявлено на наружной поверхности: несплошности типа единичных пор (раковины) диаметром $\approx 2,5-3$ мкм (рисунок 9а). На внутренней поверхности:

несплошности типа рыхлоты площадью $S \approx 0,2-0,5\text{см}^2$ (рисунок 9б), недопустимых дефектов в виде трещин не обнаружено. Методом оптической металлографии с применением компьютерной обработки изображений и данных на фрагментах отливки из сплава ВЖ172Л определена объемная доля пористости после литья, которая составила 0,001 - 0,002%.



а) поры; б) рыхлоты

Рис. 9 – Типы выявленных литейных дефектов

Технология литья отливок фасонных деталей из жаропрочного сплава ВЖ172Л применительно к крупногабаритным корпусным деталям была опробована на предприятии АО «ММП им. В.В. Чернышева» для диффузора двигателя вертолета ВК2500 разработки АО «ОДК-Климов». Модели опытных деталей «диффузор» были изготовлены из серийной модельной композиции ЗГВ-103М, внутренние отверстия диффузора были сформированы на восковой модели при помощи удаляемых керамических стержней. Керамическая форма получена 9-ю комбинированными слоями. Максимальный диаметр обода отливки детали диффузора составляет 480 мм, минимальная толщина стенки до 1,8 мм, вес заливаемого расплава с учетом литниково-питающей системы – 75 кг. Заливка керамических форм проводилась на промышленной вакуумной плавильной установке ВИПЭ-3, внешний вид модели, керамической формы и отливки с ЛПС представлен на рисунке 10.



Рис. 10 - Внешний вид модели, керамической формы и отливки детали «диффузор» диаметром 480 мм из сплава ВЖ172Л

После выполнения операций заливки керамических форм, удаления остатков керамики, отрезки отливок от элементов ЛПС была проведена термическая обработка отливки диффузора – закалка. Визуальный и рентгенографический контроль показал, что полученная отливка не имеет неслитин, плен, трещин, корольков, сквозных рыхлот и раковин. Рентгенографический контроль также выявил на отливках допустимые дефекты, устраненные слесарной обработкой и аргонодуговой сваркой.

Уровень механических свойств детали из сплава ВЖ172Л был определен на образцах-свидетелях, отлитых и прошедших термическую обработку совместно с отливкой диффузора. Кроме того, были проведены испытания в объеме рекомендаций РЦ АП-33.15-1 для получения достоверных средних и минимальных характеристик отливок с равноосной структурой из сплава ВЖ172Л. Результаты испытаний (средние значения) в сравнении со сплавами аналогами приведены в таблице 3.

Таблица 3

Механические свойства отливки из сплава ВЖ172Л в сравнении литейными свариваемыми сплавами

Характеристика	ВЖ172Л	ВХ4Л	ВЖЛ14	Inconel 718 Cast
Кратковременная прочность σ_B^{20} , МПа	1000	880	980	1090
Предел текучести $\sigma_{0,2}^{+20}$, МПа	800	700	690	915
Относительное удлинение при растяжении δ^{20} , %	7,0	5,5	18,0	11,0
Длительная прочность σ_{100}^{700} , МПа	630	450	540	430
Многоцикловая усталость, σ_{-1} , МПа (на базе $2 \cdot 10^7$ цикл)	340	260	180	Н.д.

Для определения способности к электроннолучевой сварке (ЭЛС) отливок деталей с равноосной структурой из сплава ВЖ172Л проводили исследования на отливках пластин с последующей механической обработкой на размер 160x60x15 мм. Для исследования свариваемости в разноименном сочетании материалов – с деформированным сплавом ВЖ172, получали горячекатаные пластины соответствующего размера по серийной технологии деформации и горячей прокатки сплава ВЖ172. Перед проведением сварочных работ все заготовки прошли термическую обработку – закалку.

Работы по выбору режимов ЭЛС проводились на лабораторной электроннолучевой установке в комплекте с энергоблоком ЭР 224 «Полус». Режим сварки – непрерывный. Рабочий вакуум в сварочной камере и сварочной пушке не менее 5×10^{-5} мм рт. ст. Подбор основных параметров режимов ЭЛС осуществлялся с изменением скорости сварки (10, 15, 20 м/ч), тока луча, тока фокусировки, с регулировкой ускоряющего напряжения. Сваренные пластины контролировались визуально и рентгенографическим

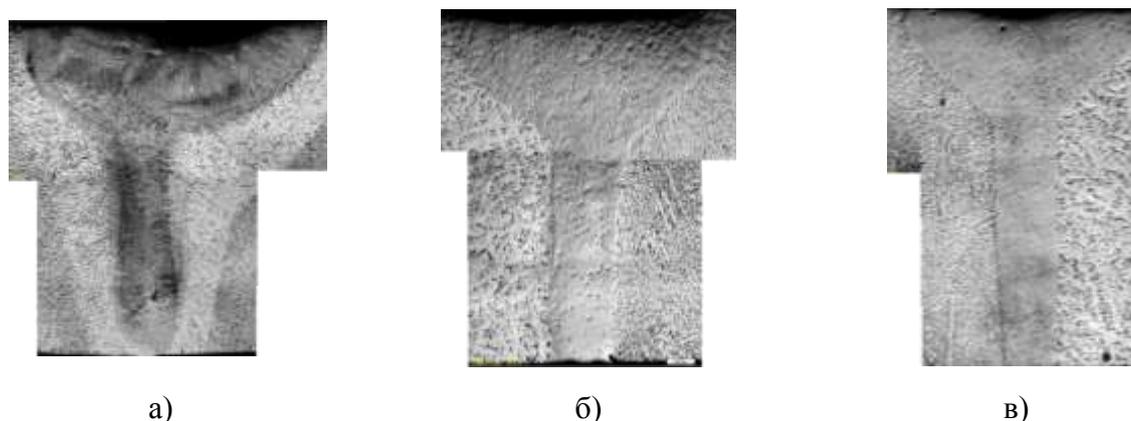
методом по критерию наличия проплава заготовок и технологических подкладок толщиной 2,5 мм, и бездефектного формирования шва без усадки, прожога, несплавления. Из сварных соединений пластин в различных сочетаниях (отливка + отливка, отливка + деформированный материал) были изготовлены образцы в соответствии с ГОСТ 1497 и проведены испытания механических свойств, результаты представлены в таблице 4.

Таблица 4

Механические свойства сварных соединений отливок из сплава ВЖ172Л

Вид образцов	Сочетание сплавов	$\sigma_{\text{в}}^{20}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}^{700}$, МПа	σ_{100}^{700} , МПа
ВЖ172Л	-	1000	790	630
Соединение, выполненное ЭЛС	(отливка + отливка)	950	780	560
	(отливка + деформ.)	1055	820	560

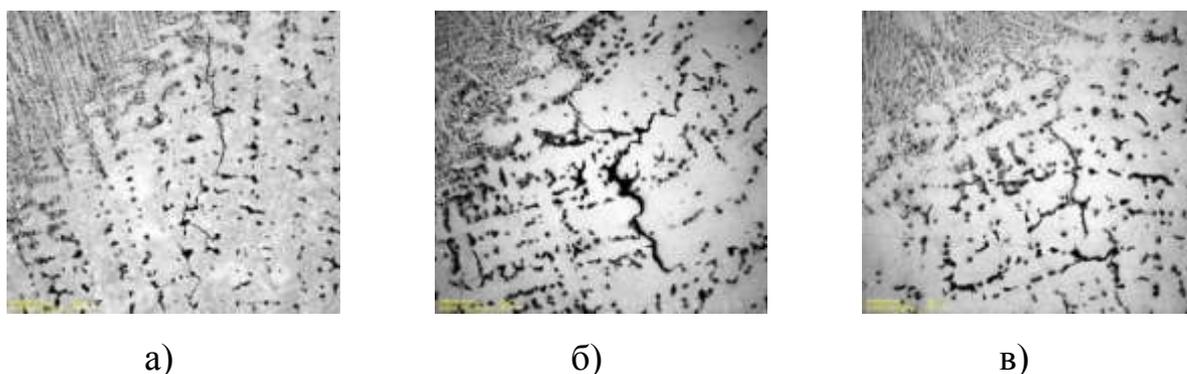
Была исследована макро и микроструктура сварных соединений отливок из сплава ВЖ172Л в сочетании со сплавом ВЖ172, выполненных методом электронно-лучевой сварки (ЭЛС) на режимах с различной скоростью сварки: 10, 15 и 20 м/ч. Макроструктура сварных швов представлена на рисунке 11.



а) $V_{\text{св.}} = 10$ м/ч; б) $V_{\text{св.}} = 15$ м/ч; в) $V_{\text{св.}} = 20$ м/ч

Рис. 11 - Макроструктура сварных швов выполненных на скоростях сварки

Установлено, что при всех указанных режимах сварки дефекты по линии сплавления отсутствуют. Однако, независимо от режима сварки в околошовной зоне со стороны литого сплава образуются микродефекты по границам дендритов, их максимальное количество выявлено при скорости сварки 20 м/ч. Возникновение дефектов возникает с наибольшей вероятностью, под воздействием сварочного нагрева, обусловленного высоким значением сварочного тока и, соответственно, повышенным тепловым воздействием на околошовную зону свариваемого металла, в которой скопления эвтектики могут перекристаллизовываться в виде сплошных выделений по границам кристаллов (рисунок 12).



а) $V_{св.} = 10$ м/ч; б) $V_{св.} = 15$ м/ч; в) $V_{св.} = 20$ м/ч

Рис. 12 – Микротрещины в околошовной зоне сварных швов выполненных на скоростях сварки

Данные виды дефектов микроструктуры не определяются неразрушающими методами контроля и не влияют на исследованные механические свойства полученных сварных соединений, однако могут снижать долговечность сварного соединения на больших базах испытаний. Последующая корректировка энергетических параметров ЭЛС позволила добиться получения сварного соединения без микротрещин в околошовной зоне.

Выбор режимов ЭЛС для сварки детали «диффузор» и листовой обечайки осуществлялся на пластинах с толщинами 2,5 мм, в соответствии с

сечением под сварку. Макроструктура сварных соединений в тонком сечении характеризуется ростом кристаллитов в направлении, обратном теплоотводу, как от основного металла (боковые кристаллиты), так и снизу, со стороны подкладки. Кристаллиты одноименных соединений отливки крупные, «прорастают» практически через всю толщину материала (рисунок 13а), тогда как макроструктура шва в разноименном сочетании (ВЖ172Л+ВЖ172) состоит из более мелких кристаллитов, особенно со стороны деформированного сплава (рисунок 13б).



а)

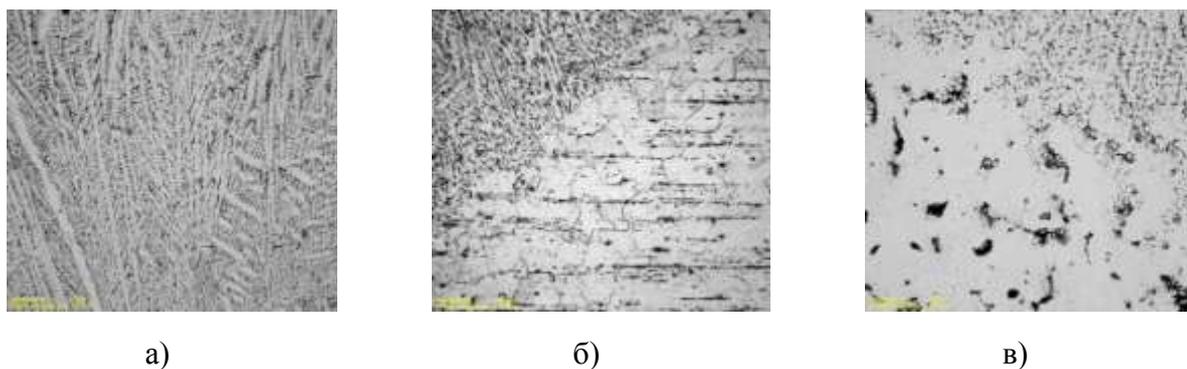


б)

а) сварной шов литого сплава б) сварной шов отливки и деформированного сплава

Рис. 13 - Макроструктура сварного соединения ЭЛС в сечении 2,5 мм

Микроструктура сварных швов – дисперсная дендритная, образованная в процессе кристаллизации сварочной ванны, также имеющая направленный характер (рисунок 14 а). Укрупнение или оплавление структуры, а также дефекты в виде пор и трещин в околошовной зоне отсутствуют, как стороны сплава ВЖ172 (рисунок 14 б), так и со стороны сплава ВЖ172Л (рисунок 14 в).



а) сварной шов, x100; б) околошовная зона со стороны деформированного металла, x200; в) околошовная зона со стороны отливки, x200

Рис. 14 – Микроструктура

Выбранные режимы сварки позволили получить соединения с более разориентированной, тонкодисперсной дендритной структурой, с отсутствием зоны боковых кристаллитов, без таких дефектов, как непровары, подрезы, трещины.

Опробование получения сварного соединения отливки детали «диффузор» из сплава ВЖ172Л и листовой обечайки из сплава ВЖ172 методом ЭЛС провели в условиях АО «ОДК-Климов» на электронно-лучевой установке ЭЛУ-8. Элементы сварной конструкции диффузора: отливка диффузора из сплава ВЖ172Л и стенка внутренняя из листовой обечайки сплава ВЖ172, для сварки методом ЭЛС собирались на технологической оснастке и помещались в вакуумную камеру установки. До сварки детали подвергались термообработке – закалке. После откачки камеры и наведения электронного луча на стык осуществляли прихватку отливки диффузора в 15 точках, затем проводили сварку основного шва. После выгрузки сварного соединения из камеры был произведен визуальный контроль на наличие проплава и качества сварного шва (отсутствие усадки, прожогов и несплавлений). Общий вид сварного узла элемента литосварной конструкции диффузора представлен на рисунке 15.



Рис. 15 - Внешний вид сварного соединения отливки детали диффузор из сплава ВЖ172Л и листовой обечайки из сплава ВЖ172, выполненного ЭЛС

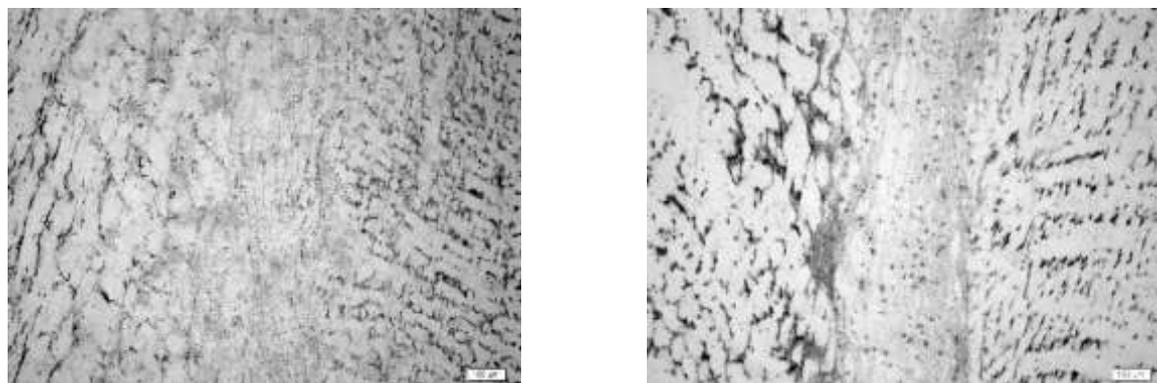
После термической обработки сварной конструкции диффузора был проведен радиографический контроль сварного шва, по результатам которого дефектов не выявлено.

Помимо электроннолучевой сварки, метод ротационной сварки трением является перспективным способом неразъемного соединения трудно свариваемых материалов. Были проведены исследования возможности соединения отливок из сплава ВЖ172Л ротационной сваркой трением на образцах. Образцы размером $\varnothing 18 \times 70$ мм для исследований микроструктуры и механических свойств получали литьем заготовок из сплава ВЖ172Л по выплавляемым моделям, деформированные заготовки из сплава ВЖ172 вырезали и обрабатывали механически из поковок, полученных по серийной технологии.

Основными технологическими параметрами, определяющими режимы процесса сварки трением, являются давление нагрева, давление проковки, время проковки и время нагрева. Исследования по выбору режимов сварки трением проводили на установке ПСТ50-2М, технологические параметры процесса подбирали экспериментально, с определением влияния режимов сварки на величину осадки. Экспериментальные результаты показали, что все опробованные режимы обеспечили необходимый уровень осадки от 6,0 до 10,9 мм, что является признаком прочного сварного соединения (минимальная осадка – 4,0 мм). Для выбора оптимального режима сварки

трением образцов в сочетаниях отливка + отливка и отливка + деформированный полуфабрикат были изготовлены образцы и проведены испытания на статический изгиб в соответствии с ГОСТ 6996-66, которые проводили после сварки без термической обработки до появления первой трещины. Анализ результатов испытаний показал, что разрушения образцов в сочетании отливка + отливка произошли по основному материалу - отливке из сплава ВЖ172Л, а в сочетании отливка + деформированный материал – по отливке из сплава ВЖ172Л. Для сочетания отливка + отливка максимальные значения напряжения при изгибе 1990 - 2150 МПа, для сочетания отливка + деформированный материал максимальные значения напряжения при изгибе составили 2050-2170 МПа.

Исследование микроструктуры сварных соединений в различных сочетаниях жаропрочных сплавов ВЖ172Л и ВЖ172 (отливка + отливка, отливка + деформированный материал), выполненных сваркой трением, показало, что зона шва -узкая, ширина составляет 1 – 2 мм (рисунок 16).



а)

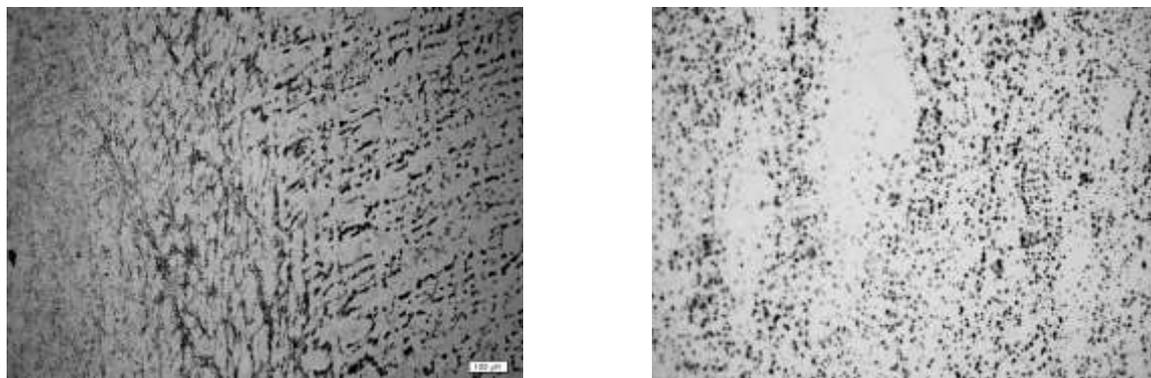
б)

а) деформированные материал + отливка; б) отливка + отливка

Рис. 16 – Микроструктура сварного соединения, выполненного ротационной сваркой трением, x100

В структуре материала наблюдается характерное для ротационной сварки трением «закручивание» структурных составляющих в околошовной зоне по линиям деформационного течения металла вследствие вращения деталей, а также уплотнение структуры вследствие действия давлений при сварке и проковке (рисунок 17а). Дефектов в виде трещин при

металлографическом исследовании не обнаружено. Микроструктура сварных швов содержит дисперсные эвтектические включения и карбиды, разбитые в процессе ротационной сварки трением (рисунок 17 б).



а)

б)

а) распределение эвтектической фазы по линиям течения металла при деформировании, x100; б) вид частиц раздробленной эвтектики в зоне сварного соединения, x1000;

Рис. 18 – Микроструктура сварного соединения, выполненного ротационной сваркой трением

Проведены испытания механических свойств сварных соединений сплавов ВЖ172Л и ВЖ172 в сочетаниях: отливка + отливка и отливка + деформируемый полуфабрикат, при различном порядке термической обработки сварных соединений, значения механических свойств приведены в таблице 5.

Таблица 5

Механические свойства соединений, полученных ротационной сваркой трением.

Вид образцов	Сочетание сплавов	Т/О	$\sigma_{\text{в}}^{20}$, МПа	σ_{100}^{700} , МПа	δ^{20} , %
ВЖ172Л	-	Закалка+старение	1000	630	7,0
Сварное соединение сваркой трением	Литой + литой	Старение	815	490	1,8
		Закалка+старение	765	490	1,4
	Литой + деформ.	Старение	755	530	2,0
		Закалка+старение	825	530	2,0

В большинстве случаев разрушение образцов происходило по литому материалу. Вне зависимости от порядка термической обработки и сочетания материалов, механические свойства сварных соединений составляют 0,75-0,8 от уровня прочности отливок из сплава ВЖ172Л.

Для опробования ротационной сварки трением были изготовлены отливки детали «диффузор» диаметром 200 мм и «крышка диффузора» (рисунок 18). Все отливки после отрезки от литниковой питающей системы были термически обработаны (закалены).



а)



б)



в)



г)

Рис. 18 – Отливка детали диффузор (а), (в); отливка детали «крышка» (б), (г)

На полуавтомате ПСТ-50-2М произведена сварка корпусной детали диффузора из сплава ВЖ172Л и детали крышки из сплава ВЖ172Л (рисунок 19).



а)



б)

Рис. 19 – Внешний вид соединения отливок деталей из сплава ВЖ172Л, полученного ротационной сваркой трением

Последующее исследование полученного сварного соединения неразрушающими контролем ЛЮМ 33-ОВ и радиографическим методом показало, что дефектов типа непроваров, несплошностей материала в сварных соединениях фасонных деталей из сплава ВЖ172Л не выявлено.

Выводы:

1. Применение свариваемых сплавов для отливок деталей с равноосной структурой существенно снижает стоимость узлов ГТД с учетом унификации материала в конструкции;

2. Сплав ВЖ172Л по комплексу механических характеристик является перспективным для применения в виде отливок деталей статора с рабочей температурой до 800 °С;

3. Для крупногабаритных деталей с неразъемным соединением, применение электроннолучевой сварки обеспечивает прочность, близкую к основному материалу, даже в разноименном сочетании структуры;

4. Для соединения деталей небольшого диаметра к крупногабаритным корпусным отливкам может быть применена сварка трением, однако механические характеристики такого соединения уступают соединениям, полученным методом ЭЛС;

5. Дальнейшее повышение служебных и технологических характеристик связано с управлением структурно-фазовым состоянием сплава ВЖ172Л, в том числе, получением отливок с мелкозернистой структурой.

УДК 621.745.55:669.245

Металлургические основы обеспечения высокого качества жаропрочных никелевых сплавов при плавке в вакууме

Сидоров В.В.¹, д.т.н.; Мин П.Г.¹; Каблов Д.Е.¹, к.т.н.; Вадеев В.Е.¹;
Горюнов А.В.¹

viamlab3@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Рассмотрены вопросы обеспечения высокого качества жаропрочных сплавов по примесям и газам при получении отливок с монокристаллической структурой. За счет рафинирования расплава под вакуумом редкоземельными и щелочноземельными металлами и путем термовременной обработки расплава понижено в металле содержание серы, свинца, кислорода и азота до требуемого низкого уровня и нейтрализовано влияние фосфора. Результаты исследования реализованы при разработке ресурсосберегающей технологии выплавки литейных жаропрочных сплавов с применением до 100% отходов.

Ключевые слова:

жаропрочный сплав, примеси, рафинирование, вакуумная плавка, отходы

Введение

В настоящее время литейные жаропрочные никелевые сплавы с монокристаллической структурой нашли широкое применение в серийных и разрабатываемых перспективных ГТД, поскольку они обладают повышенным уровнем жаропрочности и термостойкости, а также отличаются повышенной механической и термической выносливостью и более медленным темпом разупрочнения металла при эксплуатации [1–6].

Важнейшим условием получения высоких технологических и эксплуатационных свойств жаропрочных никелевых сплавов с монокристаллической структурой является применение технологии их производства, которая должна обеспечить такие показатели сплавов как стабильный химический состав с минимально узкими интервалами легирования и ультранизкое содержание в металле вредных примесей: серы, фосфора, газов (кислорода и азота), примесей цветных металлов (свинца, висмута и др.), неметаллических включений [7–19].

Традиционные технологии выплавки литейных жаропрочных никелевых сплавов для получения отливок с равноосной структурой, которые были разработаны в 70-х–90-х годах прошлого столетия и в настоящее время применяются на отечественных заводах качественной металлургии, не могли быть использованы при выплавке жаропрочных никелевых сплавов для монокристаллического литья, поскольку не позволяли понизить в сплавах содержание примесей до требуемого низкого уровня.

Для обеспечения таких высоких требований к жаропрочным никелевым сплавам для монокристаллического литья во ФГУП «ВИАМ» был разработан принципиально новый технологический процесс выплавки этих сплавов в вакуумных индукционных печах, который гарантирует получение необходимого качества готовой продукции [20].

Методика исследования

Для обеспечения в сплавах минимального уровня вредных примесей были проведены теоретические и экспериментальные исследования механизмов активного рафинирования под вакуумом никелевого расплава в системе вакуум-расплав-керамика от вредных примесей серы, фосфора, газов (кислорода и азота) и свинца⁶. Для этого использовали современный метод термодинамического компьютерного моделирования высокотемпературных физико-химических процессов рафинирования путем взаимодействия примесей с термодинамически активными редкоземельными (РЗМ) и щелочноземельными (ЩЗМ) металлами с образованием неметаллических включений, которые могут удаляться из расплава путем адсорбции на стенках тигля при плавке и на поверхности пенокерамического фильтра при разливке, либо могут быть нейтрализованы за счет создания соединений примесей с активными металлами с высокой температурой плавления [21-35].

Другим направлением по рафинированию никелевого расплава под вакуумом является воздействие на него повышенных температур, при которых на поверхности расплава может происходить диссоциация неметаллических включений, содержащих примеси. Кроме того, с повышением температуры расплава ускоряется удаление примесей за счет их испарения в условиях вакуума [36-39].

Оба эти направления по рафинированию расплава от примесей – применение РЗМ и ЩЗМ и высокотемпературная обработка расплава были реализованы при разработке технологии выплавки жаропрочных никелевых сплавов для получения отливок с монокристаллической структурой.

⁶ Работы проводились совместно с ИМЕТ РАН имени А.А. Байкова.

Экспериментальная часть

Исследовали влияние условий рафинирования расплава магнием и кальцием на содержание кислорода, азота и серы при выплавке сплава ВЖМ4-ВИ. Эти элементы отличаются высоким сродством к кислороду, имеют высокую упругость пара и поэтому их избыток в дальнейшем может легко удаляться в вакууме. Кальций и магний вводили в несколько приемов до их суммарного содержания 0,015%, по ходу плавки отбирали пробы металла на газовый анализ. Полученные результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1

Изменение содержания примесей в сплаве ВЖМ4-ВИ в процессе его рафинирования щелочноземельными металлами

Условный номер образца	Присадка ЩЗМ, % расчетн.	Содержание элементов, % масс.		
		[O]	[N]	[S]
1-1	По расплавлению, без Са	0,0016	0,0013	0,0015
1-2	0,005 Са	0,0014	0,0014	0,0014
1-3	0,010 Са	0,0013	0,0013	0,0014
Слиток	0,015 Са	0,0012	0,0014	0,0012
2-1	По расплавлению, без Mg	0,0017	0,0014	0,0014
2-2	0,005 Mg	0,0014	0,0013	0,0012
2-3	0,010 Mg	0,0013	0,0013	0,0012
Слиток	0,015 Mg	0,0010	0,0012	0,0010

Анализ таблицы 1 показывает, что введение ЩЗМ в расплав не влияет на содержание азота, однако при этом достигнуто некоторое снижение содержания кислорода и серы. Наиболее эффективным раскислителем и десульфуратором является магний, поскольку при введении 0,015% масс магния достигнуто снижение кислорода и серы на 40 и 30% соответственно, в то время как при введении такого количества кальция – только на 25 и 20%. Проведенный термодинамический анализ металлургического процесса выплавки жаропрочных никелевых сплавов показал, что РЗМ превосходят

магний и кальций по термодинамической устойчивости оксидов и сульфидов и поэтому являются наиболее активными раскислителями и десульфураторами.

С целью рафинирования расплава было исследовано влияние РЗМ на степень очистки сплава ВЖМ4-ВИ от кислорода, азота и серы при плавке. В качестве рафинирующих добавок РЗМ были выбраны два элемента: лантан и иттрий, поскольку они отличаются повышенной химической активностью в ряду лантаноидов, применяются в серийном производстве, являются наиболее доступными по стоимости и распространенности в земной коре. РЗМ вводили в несколько приемов до их суммарного содержания 0,20%, по ходу плавки отбирали на газовый анализ. Полученные результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2

Изменение содержания примесей в сплаве ВЖМ4-ВИ в процессе его рафинирования РЗМ

Условный номер образца	Присадка РЗМ, % расчетн.	Содержание элементов, % масс.		
		[O]	[N]	[S]
1-1	По расплавлению, без РЗМ	0,0018	0,0014	0,0016
1-2	0,02 La	0,0016	0,0014	0,0014
1-3	0,06 La	0,0014	0,0012	0,0014
1-4	0,10 La	0,0011	0,0012	0,0012
Слиток	0,20 La	0,0010	0,0011	0,0010
2-1	По расплавлению, без РЗМ	0,0017	0,0014	0,0014
2-2	0,02 Y	0,0016	0,0014	0,0014
2-3	0,06 Y	0,0015	0,0013	0,0013
2-4	0,10 Y	0,0013	0,0013	0,0011
Слиток	0,20 Y	0,0011	0,0012	0,0010

Как видно из представленных в таблице 2 данных, при введении в расплав РЗМ содержание кислорода и серы понижается, при этом наиболее эффективной рафинирующей добавкой является лантан: введение лантана в количестве 0,20% позволило понизить содержание кислорода и серы

соответственно на 45 и 40%, тогда как при введении иттрия только на 35 и 30%. При введении в расплав РЗМ наблюдается тенденция к снижению содержания азота.

Лантан связывает серу в термически прочные тугоплавкие неметаллические включения с температурой плавления 2200°C и тем самым нейтрализует ее вредное влияние. Соединение Ni-La-S, по данным МРСА, переменного состава и может содержать 20–60% Ni, 30–60% La и до 12% S (Таблица 3).

Таблица 3

Локальный химический состав включений, содержащих лантан и серу, в сплаве ВЖМ4-ВИ (данные МРСА)

№№ образцов	Содержание элементов, % масс.										
	Al	Cr	Co	Re	Mo	Ru	Ta	W	Ni	La	S
1	0,9	0,4	1,6	0,8	2,3	1,0	2,2	н/о	20,5	56,5	6,1
2	2,4	1,5	3,7	н/о	н/о	н/о	н/о	н/о	42,4	26,0	12,0
3	1,5	н/о	2,4	н/о	н/о	н/о	н/о	н/о	57,0	34,0	3,0

Образовавшиеся соединения серы с лантаном удаляются путем адгезии (прилипания) на стенках плавильного тигля при плавке и на поверхности пенокерамического фильтра при фильтрации расплава на разливке (рис. 1). Суммарная степень десульфурации расплава составила 90%.

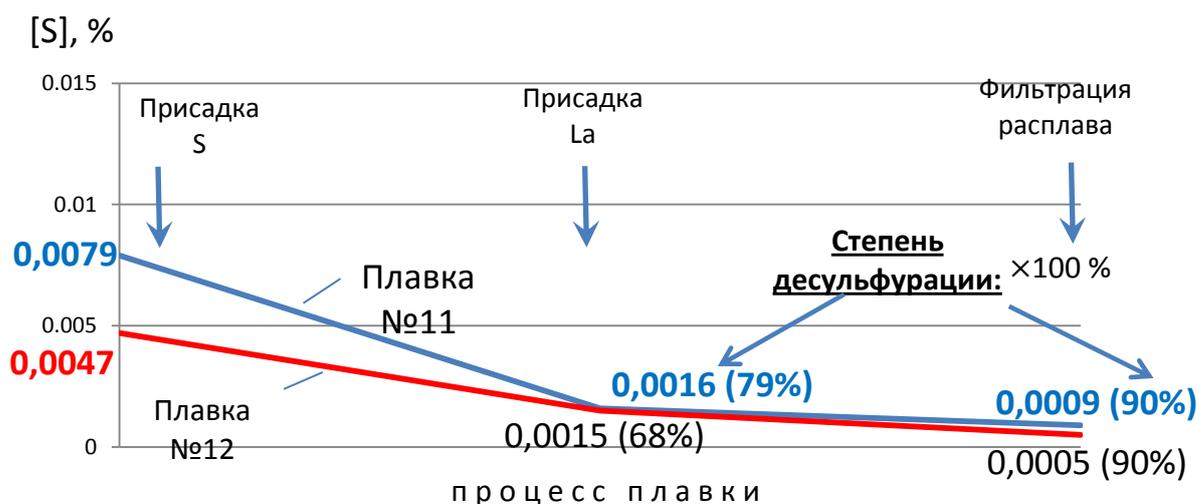


Рис. 1 – Влияние примеси La и фильтрации расплава на десульфурацию сплава ЖС36-ВИ

Результаты исследования керамики плавильного тигля до и после проведения плавки металла, содержащего сульфиды лантана, а также материала пенокерамического фильтра до и после фильтрации данного металла показывают, что имеет место насыщение серой, как керамики плавильного тигля, так и материала фильтра. Содержание серы в металле, взятом со стенок плавильного тигля, особенно в гарнисаже, и с материала фильтра после проведения плавки, в несколько раз превышает содержание серы в готовом металле.

На основании полученных экспериментальных результатов рафинирования расплава лантаном от примеси серы установлены зависимости эффективности рафинирования от скорости фильтрации (рис. 2). С уменьшением скорости фильтрации увеличивается продолжительность контакта расплава с пенокерамикой, и эффективность рафинирования повышается за счет более полного сорбирования включений на пенокерамике.

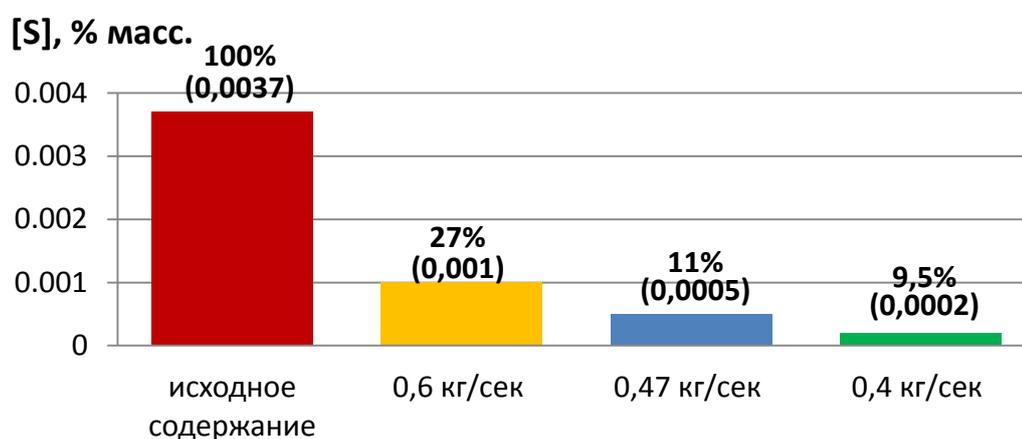


Рис. 2 – Влияние скорости фильтрации на эффективность рафинирования расплава от серы

Были изучены фрагменты пенокерамического фильтра после прохождения через него ламинарного потока расплава, содержащего сульфиды лантана (рис. 3). Установлено, что на границе раздела сплав-керамика формируется слой, в состав которого входят оксиды лантана

(толщина слоя составляет 10 мкм). Образовавшиеся в расплаве соединения с серой в виде твердых частиц сульфидов лантана из динамического потока расплава адсорбируются на подложке из оксидов лантана.

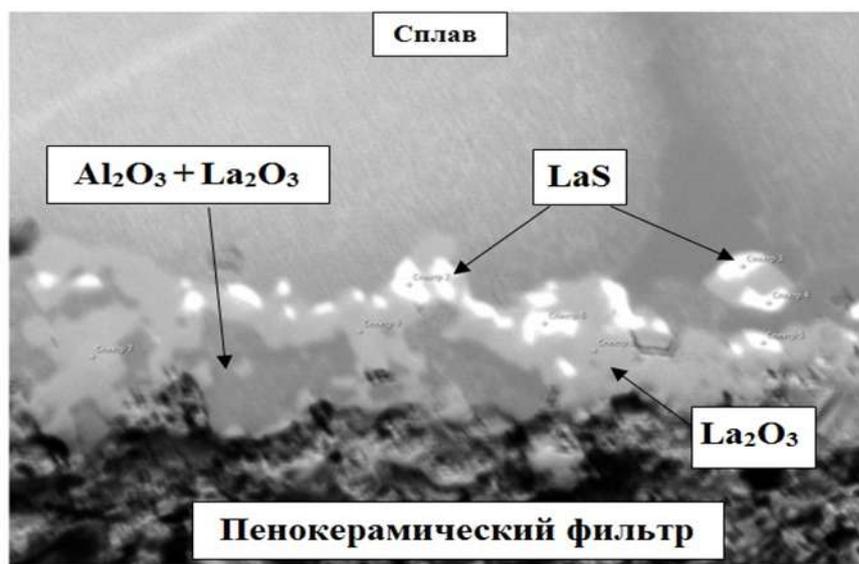


Рис. 3 – Адгезия сульфидов лантана на пенокерамическом фильтре при разливке сплава ЖС36-ВИ

В отличие от серы, в результате присадки лантана и последующей фильтрации через пенокерамический фильтр содержание фосфора в сплаве не снижается. Лантан связывает фосфор в тугоплавкие термически прочные соединения с температурой плавления 3127°C, которые в отличие от серы, не сорбируются на поверхности плавильного тигля и пенокерамического фильтра. Это связано с тем, что фосфор является поверхностно слабоактивным элементом [40]. Однако при этом за счет высокой температуры плавления фосфидов лантана вредное влияние фосфора нейтрализуется.

Для подтверждения наличия в микролегированном лантаном сплаве ВЖМ4-ВИ фосфидов лантана проведено исследование их локального химического состава методом МРСА (таблица 4). В образцах были обнаружены химическое соединение Ni-P-La переменного состава с содержанием 40–60% Ni, 25–45% La и до 15% P.

Таблица 4

Локальный химический состав включений, содержащих лантан и фосфор, в сплаве ВЖМ4-ВИ (данные МРСА)

№№ образцов	Содержание элементов, % масс.										
	Al	Re	Cr	Co	Ni	Mo	Ru	Ta	W	P	La
1	3,7	н/о	0,7	2,6	32,3	н/о	н/о	н/о	н/о	8,0	40,1
2	0,7	3,3	4,7	6,7	36,7	7,7	4,7	10,2	1,5	13,3	9,3

Были определены термодинамические и кинетические условия дополнительного повышения чистоты сплавов по вредным примесям и газам (кислороду и азоту) при совместном введении ЦЗМ и РЗМ.

В таблице 5 приведены результаты исследования по влиянию щелочноземельных металлов Са, Ва и Mg совместно с лантаном на содержание кислорода и азота в сплаве ЖС36-ВИ. Видно, что содержание кислорода в сплаве снизилось с 0,0009–0,0012 до 0,00015 до 0,0003% масс; наибольший эффект снижения кислорода (0,00015%) был получен после присадки бария и лантана (Плавка №2). На этой же плавке было получено самое низкое содержание азота (0,00011%).

Таблица 5

Влияние щелочноземельных металлов и лантана на содержание кислорода и азота в сплаве ЖС36-ВИ

Материал тигля, %	№ плавки	Проба	Содержание элементов, %					
			O	N	La	Mg	Ba	Ca
80MgO+ 20Al ₂ O ₃	1	Перед присадкой Са	0,00090	0,00040	0,00020	0,00001	<0,0001	0,00022
		Присадка Са	0,00040	0,00038	0,00016	0,0099	<0,0001	0,00220
		Присадка Са + La	0,00030	0,00037	0,11390	0,0022	<0,0001	0,00060
	2	Перед присадкой Ва	0,00120	0,00059	0,00028	0,00003	<0,0001	0,00009
		Присадка Ва	0,00050	0,00033	0,00030	<0,0001	0,0001	0,00021
		Присадка Ва + La	0,00015	0,00011	0,09760	0,0022	0,0001	0,00089
	3	Перед присадкой Mg	0,00110	0,00030	0,00033	<0,0001	<0,0001	0,00005
		Присадка Mg	0,00034	0,00017	0,00028	0,0067	<0,0001	0,00047
		Присадка Mg + La	0,00030	0,00016	0,06940	0,0033	<0,0001	0,00028

Вредное влияние азота на качество и эксплуатационные характеристики изделий с монокристаллической структурой связано с

образованием в сплаве нитридов и карбонитридов, которые, являясь тугоплавкими соединениями, во-первых, становятся центрами зарождения равноосных зерен, нарушая, тем самым монокристалльность изделия; во-вторых, закрывая каналы междендритных пространств, нитриды и карбонитриды препятствуют поступлению жидкого металла и способствуют образованию микропор в монокристалле; в третьих, образовавшиеся в отливках нитридные и карбонитридные включения существенно снижают механические свойства сплавов.

Для достижения высокой чистоты металла по предельному содержанию в сплаве азота было исследовано влияние температуры расплава на полноту десорбции азота в условиях вакуумной индукционной плавки, при этом полагали, что с повышением температуры расплава облегчается диссоциация нитридных и карбонитридных включений в условиях вакуума. Основным источником попадания в сплав азота являются легирующие металлы, которые суммарно вносят до 0,005% азота.

На рис. 4 приведено изменение содержания азота в сплаве ЖС30-ВИ в процессе рафинирования расплава при разных температурах. Видно, что при температуре расплава 1560 и 1620°C азот удаляется незначительно с 0,005% до 0,003% и только после рафинирования при температуре расплава 1680°C его содержание понизилось до 0,0007%.

Одной из наиболее вредных примесей в литейных жаропрочных сплавах является свинец, который попадает в сплавы из шихтовых материалов. Было исследовано влияние температуры расплава на скорость удаления свинца в условиях вакуумной индукционной плавки. На рис. 5 показано изменение содержания свинца в сплаве ЖС36-ВИ в зависимости от температуры расплава. Видно, что с повышением температуры расплава с 1530°C до 1650°C скорость удаления свинца под вакуумом увеличивается и достигает максимальной величины при температуре 1650°C (рис. 5). Термодинамическими расчетами показано, что расчетное время процесса для

получения 0,000009% свинца в расплаве при температуре рафинирования 1530°C составляет 46 мин, а при 1650°C – 12 мин. Эти расчеты совпадают с экспериментальными данными, приведенными на рис. 5.

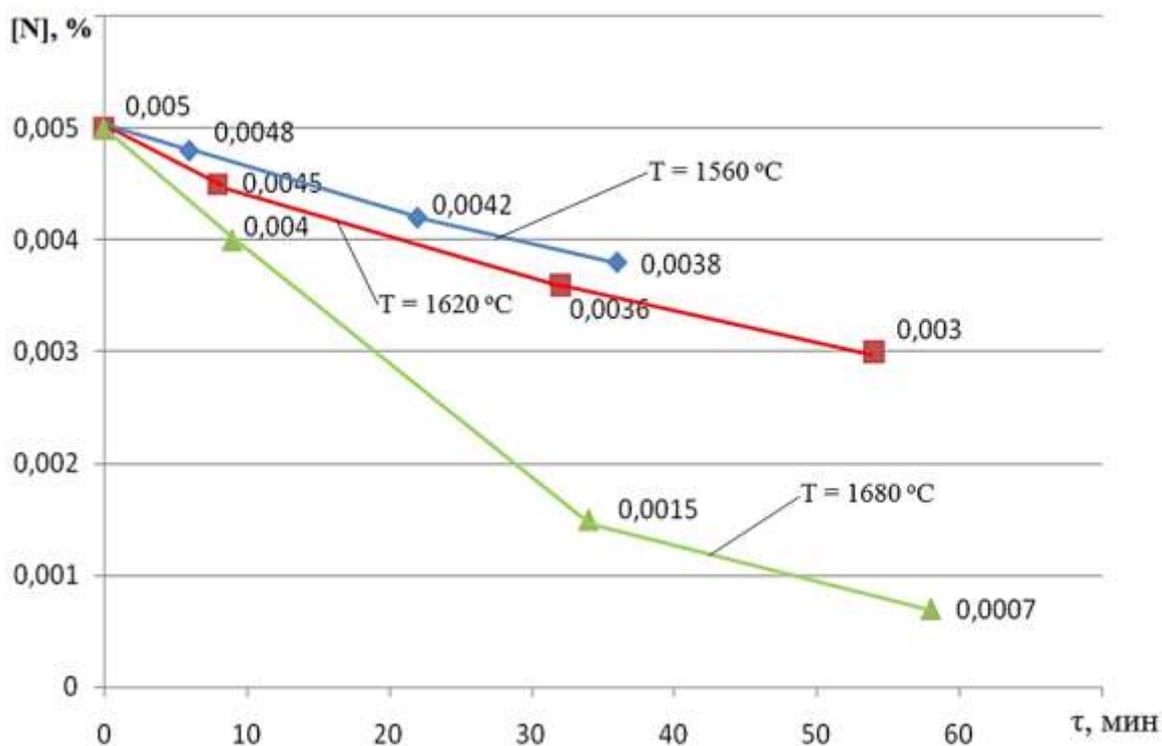


Рис. 4 – Изменение содержания азота в сплаве ЖС30-ВИ при рафинировании расплава при разных температурах

Разработанные в результате выполненных термодинамических расчетов и проведенных научно-исследовательских работ способы рафинирования никелевого расплава в условиях плавки в вакууме были использованы при разработке ресурсосберегающей технологии выплавки литейных жаропрочных сплавов с применением повышенного до 100% количества всех видов отходов.

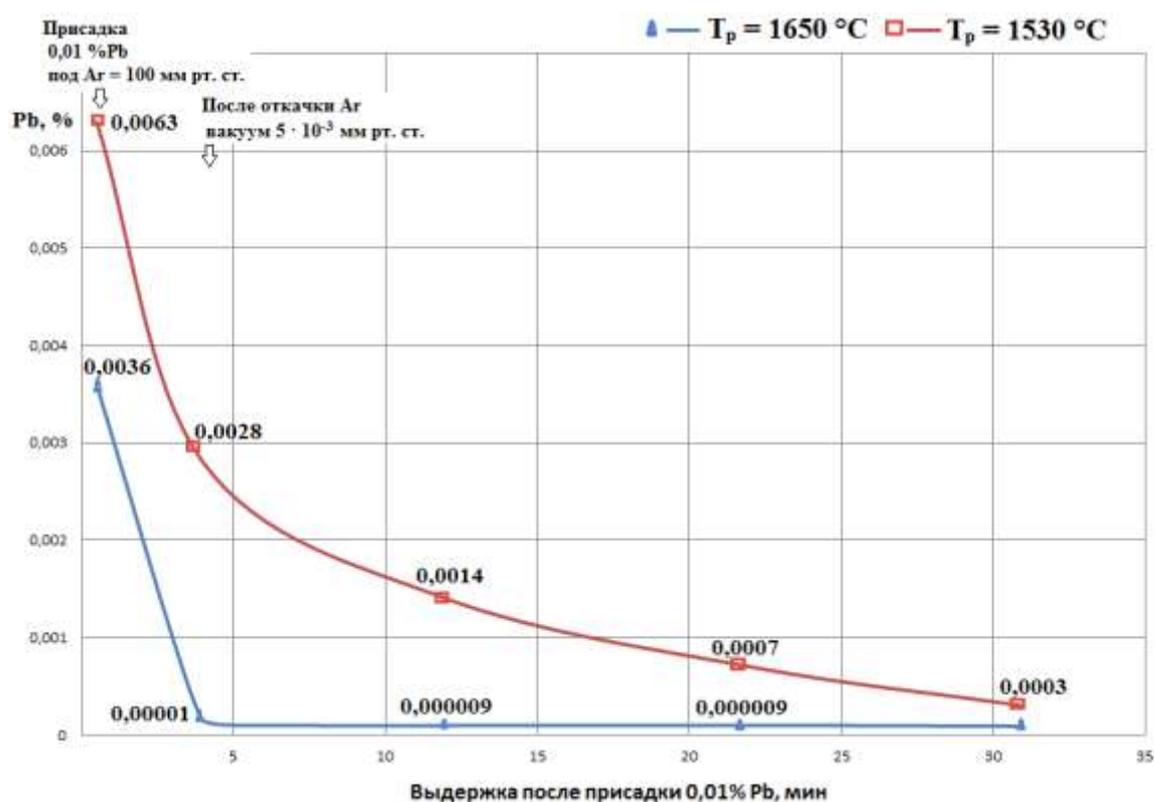


Рис. 5 – Изменение содержания свинца в сплаве ЖС36-ВИ в зависимости от температуры расплава

Разработанная во ФГУП «ВИАМ» ресурсосберегающая технология включает применение высокоэффективной технологии рафинирования отходов от примесей и газов за счет термовременной обработки расплава под вакуумом, рафинирование ШЗМ и микролегирование РЗМ, отбор проб и проведение экспресс-анализа сплавов во время плавки с последующим долегирированием химического состава до оптимального, применение фильтрации расплава от неметаллических включений при разливке и ряд других положений.

В таблице 6 приведены сравнительные результаты контроля неметаллических включений в литой прутковой заготовке $\varnothing 90$ мм сплава ЖС32-ВИ, изготовленного на металлургическом заводе с применением 50% отходов и выплавленного по разработанной технологии в условиях ФГУП «ВИАМ» с применением 100% отходов. Видно, что объемная доля и количество неметаллических включений (НВ) в металле, выплавленном во

ФГУП «ВИАМ», в несколько раз меньше, чем в серийном металле. Содержание примесей кислорода и серы в готовом металле понизилось соответственно в 3 и 2 раза.

Таблица 6
Неметаллические включения в литой прутковой заготовке Ø90мм сплава ЖС32-ВИ

№ п/п	Технология выплавки	% использования отходов	Объемная доля НВ, % (на 10 полях зрения при ×200)	Количество НВ, шт/мм ² среднее (разброс)	Максимальный размер НВ, мкм	Содержание примесей, %	
						[O]	[S]
1	Серийный металл металлургического завода	50	0,1626 (0,0555-0,3674)	373 (164-754)	19,11	0,0009	0,00037
2	Рафинирование расплава из 100% отходов и разливка через пенокерамический фильтр (ФГУП «ВИАМ»)	100	0,0248 (0,0047-0,0666)	43 (6-140)	14,38	0,0003	0,00016

Существенным преимуществом разработанной технологии переработки отходов в сравнении с действующей технологией отечественных металлургических заводов является заметное снижение стоимости готовой продукции. Как видно из рис. 6, относительная стоимость литейных сплавов ЖС6У-ВИ и ЖС26-ВИ при переработке 100% отходов снижается на 35–40%, сплава ЖС32-ВИ на 60–65%, сплава ВЖМ4-ВИ на 80–85%. При этом следует отметить, что эффективность снижения стоимости сплавов, выплавленных с использованием 100% отходов, выше на сплавах, легированных дорогостоящими металлами: рением (сплав ЖС32-ВИ) и рением и рутением (сплав ВЖМ4-ВИ).

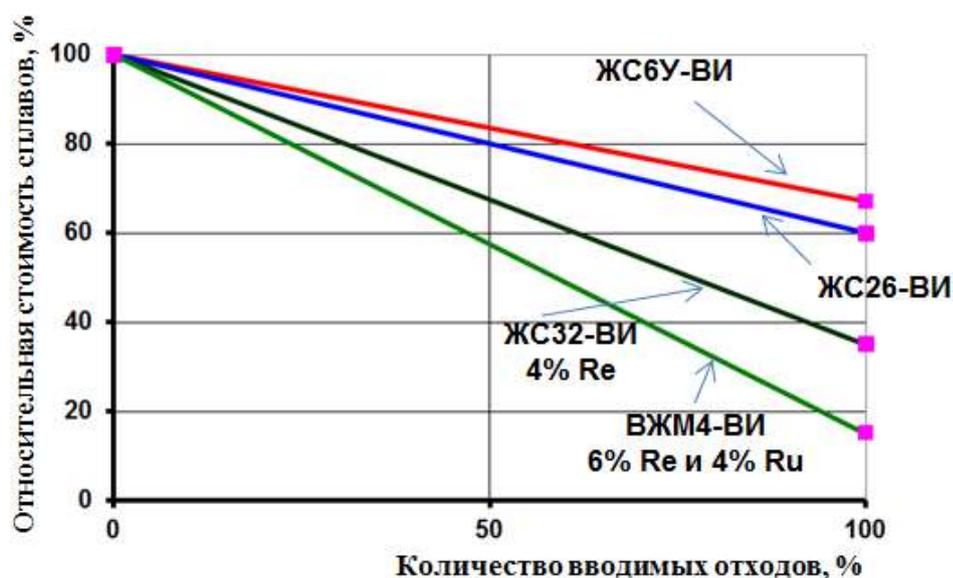


Рис. 6 – Относительная стоимость литейных жаропрочных никелевых сплавов, выплавленных с применением до 100 % отходов

Таблица 7

Качество литых прутковых заготовок литейных жаропрочных сплавов производства ВИАМ и фирмы Cannon Muskegon (США)

Качество сплавов			Технология выплавки сплавов	
			Технология ВИАМ	Технология Cannon Muskegon (США)
Интервал легирования по основным элементам, %			±0,2–0,3	±0,2–0,40
Содержание примесей в сплавах, ppm (1 ppm=10 ⁻⁴ %)	[O]	ТУ	≤10	≤10
		факт.	2–5	2–6
	[N]	ТУ	≤10	≤10
		факт.	1–3	1–2
	[S]	ТУ	≤10	≤12
		факт.	2–5	1–5

Разработанная ресурсосберегающая технология обеспечивает качество литых прутковых заготовок по содержанию примесей и газов в соответствии с ТУ и Паспортом на сплавы и находится на уровне технологии известной зарубежной фирмы «Cannon Muskegon» (США), которая изготавливает аналогичные сплавы (табл. 7). Технология реализована и применена на научно-производственном комплексе ФГУП «ВИАМ» при изготовлении жаропрочных никелевых сплавов. Работа выполнена в рамках проекта РФФИ №13-08-12055 (Конкурс Офи_м 2013–2015 гг.)

Выводы и рекомендации

1. Исследованы условия рафинирования никелевого расплава от примесей серы, фосфора, свинца, кислорода и азота в условиях вакуумной плавки путем присадки редкоземельных и щелочноземельных металлов и применения термовременной обработки расплава.

2. Разработанная технология обеспечивает высокое качество жаропрочных никелевых сплавов для получения отливок с монокристаллической структурой за счет обеспечения требуемого низкого уровня примесей и газов: $[O], [N], [S] \leq 0,00001\%$.

3. Результаты исследования реализованы при разработке ресурсосберегающей технологии выплавки сплавов с применением до 100% отходов и серийно применяется на научно-производственном комплексе ФГУП «ВИАМ» при изготовлении литейных жаропрочных никелевых сплавов.

Литература

1. 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.

2. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С., Сидоров В.В. Приоритетные направления развития технологий производства жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2013. № 3. С. 1–8.

3. Каблов Е.Н., Ломберг Б.С., Оспенникова О.Г. Создание современных жаропрочных материалов и технологий их производства для авиационного двигателестроения // Крылья Родины. 2012. №3–4. С. 34–38.

4. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Бронфин М.Б., Алексеев А.А. Особенности монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением // *Металлы*. 2006. №5. С. 47–57.
5. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия /Под общ. ред. Е.Н. Каблова /2-е изд. М.: Наука. 2006. 632 с. (С. 39–40)
6. Мин П.Г., Горюнов А.В., Вадеев В.Е. Современные жаропрочные никелевые сплавы и эффективные ресурсосберегающие технологии их изготовления // *Технология металлов*. 2014. №8. С. 12–23.
7. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И. Влияние фосфора и кремния на структуру и свойства высокожаропрочных литейных сплавов и разработка эффективных методов устранения их отрицательного влияния // *МиТОМ*. №6. 2015. С. 55–60.
8. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Тимофеева О.Б., Мин П.Г. Влияние кремния и фосфора на жаропрочные свойства и структурно-фазовые превращения в монокристаллах их высокожаропрочного сплава ВЖМ4-ВИ // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №3. С. 32–38.
9. Каблов Д.Е., Беляев М.С., Сидоров В.В., Мин П.Г. Влияние примесей серы и фосфора на малоцикловую усталость монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №4 (37). С. 25–28.
10. Д.Е. Каблов, В.В. Сидоров, С.А. Будиновский, П.Г. Мин. Влияние примеси серы на жаростойкость монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ с защитным покрытием // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. №1. С. 20–23.
11. Мин П.Г., Сидоров В.В., Будиновский С.А., Вадеев В.Е. Влияние серы на жаростойкость монокристаллов жаропрочного никелевого сплава системы Ni-Al-Co-Re-Ta-Mo-W-Ru-Cr // *Материаловедение*. 2016. №7. С. 9–12.

12. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И., Тимофеева О.Б., Филонова Е.В., Исходжанова И.В. Влияние примесей на структуру и свойства высокожаропрочных литейных сплавов и разработка эффективных методов устранения их отрицательного влияния // Новости материаловедения. Наука и техника. 2014. №2. Ст. 03. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения 10.10.2017).

13. Мин П.Г., Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Вадеев В.Е. Влияние примесей на структуру и свойства монокристаллических жаропрочных литейных никелевых сплавов и разработка эффективного метода их рафинирования // Сборник тезисов докладов: Всероссийская научно-техническая конференция «Авиадвигатели XXI века». 2015. С. 662–664.

14. Мин П.Г., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е., Вадеев В.Е. Влияние примеси на структуру и механические свойства литейных никелевых жаропрочных сплавов и разработка эффективных способов их рафинирования // Сборник докладов: Научно-технической конференции «Климовские чтения - 2015. Перспективные направления развития авиадвигателестроения». 2015. С. 275–283.

15. Мин П.Г., Сидоров В.В. Опыт переработки литейных отходов сплава ЖС32-ВИ на научно-производственном комплексе по изготовлению литых прутковых (шихтовых) заготовок ФГУП «ВИАМ» // Авиационные материалы и технологии. 2013. № 4. С. 20–25.

16. Оспенникова О.Г., Мин П.Г., Вадеев В.Е., Калицев В.А., Крамер В.В. Ресурсосберегающая технология переработки некондиционных отходов деформируемого сплава ВЖ175 для дисков ГТД // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №2 (38). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-1-1 (дата обращения 10.10.2017).

17. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Ресурсосберегающая технология получения деформируемого никелевого жаропрочного сплава ВЖ175 с применением некондиционных отходов // Metallurg. 2016. №9. С. 88–94.

18. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Калицев В.А., Крамер В.В. Ресурсосберегающая технология выплавки деформируемого сплава ВЖ175 с использованием некондиционных отходов // Материалы конференции: «Современные жаропрочные деформируемые никелевые и интерметаллидные сплавы, методы их обработки» 2015.

19. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Калицев В.А., Крамер В.В. Технология получения деформируемого сплава ВЖ175 для дисков ГТД из кондиционных отходов // *Металлург.* 2015. №9. С. 76-80.

20. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Мин П.Г., Ригин В.Е. Ресурсосберегающие технологии выплавки перспективных литейных и деформируемых супержаропрочных сплавов с учетом переработки всех видов отходов // *Электротехнология.* 2016. №9. С. 30–41.

21. Мин П.Г., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Рафинирование монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов от примесей серы и кремния и нейтрализация вредного влияния фосфора // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2017. №4 (52). Ст. 04. С. 33–41. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-4-4 (дата обращения 10.10.2017).

22. Сидоров В.В., Мин П.Г. Рафинирование сложнолегированного никелевого расплава от примеси серы при плавке в вакуумной индукционной печи (часть 2) // *Электротехнология.* 2014. №5. С. 26–30.

23. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Рафинирование некондиционных отходов деформируемых никелевых сплавов в вакуумной в вакуумной индукционной печи // *Технология металлов.* 2015. №4. С. 8–13.

24. Сидоров В.В., Мин П.Г., Бурцев В.Т., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Компьютерное моделирование и экспериментальное исследование реакций рафинирования в вакууме сложнолегированных ренийсодержащих

никелевых расплавов от примесей серы и кремния // Вестник РФФИ. 2015. №1 (85). С. 32–36.

25. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Герасимов В.В., Бондаренко Ю.А. Влияние примесей серы и фосфора на свойства монокристаллов жаропрочного сплава ЖС36-ВИ и разработка эффективных способов его рафинирования // Авиационные материалы и технологии. 2015. №3 (36). С. 3–9.

26. Сидоров В.В., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И., Вадеев В.Е. Влияние скорости фильтрации сложнолегированного никелевого расплава через пенокерамический фильтр на содержание примеси серы в металле // Электротехнология. 2015. № 5. С. 12–15.

27. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Мин П.Г., Фоломейкин Ю.И. Исследование процессов рафинирования в вакууме сложнолегированных никелевых расплавов от примеси серы. // Металлы. 2015. №6. С. 37-43.

28. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Вадеев В.Е. Влияние примесей и лантана на эксплуатационные свойства сплава ЖС36-ВИ. // Металлургия машиностроения. 2015. №6. С.19–23.

29. Мин П.Г., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Вадеев В.Е. Исследование серы и фосфора в литейных жаропрочных никелевых сплавах и разработка эффективных способов их рафинирования //Технология металлов. 2015. №12. С. 2–9.

30. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Пучков Ю.А. Влияние лантана на качество и эксплуатационные свойства монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ЖС36-ВИ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №12. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-2-2 (дата обращения 11.10.2017).

31. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г., Пучков Ю.А. Влияние поверхностно-активных примесей и добавки лантана на структуру и свойства монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ЖС36 // Труды

ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №4 (52). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-2-2. (дата обращения 12.10.2017).

32. Сидоров В.В., Мин П.Г., Каблов Д.Е. Десульфурация монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов при плавке в вакууме // *Металлург*. 2017. №5. С. 57–62.

33. Каблов Д.Е., Мин П.Г., Сидоров В.В. Повышение свойств монокристаллов сплава ЖС36-ВИ путем рафинирования от примесей серы и фосфора при микролегировании лантаном // *Материал VIII Всероссийской конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат»*. 17 февраля 2016 г.

34. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г. Повышение эксплуатационных характеристик монокристаллов сплава ЖС36-ВИ путем его рафинирования от примеси серы // *III Всероссийская научно-исследовательская конференция «Роль фундаментальных исследований при реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»*. Москва. 28 июня 2016 г.

35. Мин П.Г., Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Вадеев В.Е. Закономерности поведения примесей при получении монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов и разработка эффективных способов их рафинирования // *Материал VII конференции молодых специалистов «Перспективы развития металлургических технологий»*. 17-18 февраля 2016.

36. 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.

37. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Герасимов В.В., Симонов В.Н., Мин П.Г. Исследование закономерностей поведения азота при получении монокристаллов жаропрочного никелевого сплава ЖС30-ВИ // *Наука и*

образование: электронное научно-техническое издание. 2012. №4. С.12-12.
URL: <http://technomag.edu.ru> (дата обращения 04.10.2016)

38. Каблов Д.Е., Чабина Е.Б., Сидоров В.В., Мин П.Г. Исследование влияния азота на структуру и свойства монокристаллов из литейного жаропрочного сплава ЖС30-ВИ //МиТОМ. 2013. №8. С. 3–7.

39. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г. Закономерности поведения азота при получении монокристаллов жаропрочного никелевого сплава ЖС30-ВИ и его влияние на эксплуатационные свойства // МиТОМ. 2014. №1. С. 8–12.

40. Филиппов К.С., Бурцев В.Т., Сидоров В.В., Ригин В.Е. Исследование поверхностного натяжения и плотности расплава никеля, содержащего примеси серы, фосфора и азота // Физика и химия обработки материалов. 2013. №1. С. 52–56.

УДК 62174.045:669.24/.29

Разработка составов водно-коллоидных связующих на основе кремнезёма для керамических суспензий

Пойлов В.З.¹, д.т.н.; Ордин Д.А.²; Новокрещенных Е.Н.¹;

Звездин В.Л.²; Вахрушев В.В.¹, к.т.н.; Углеv Н.П.¹, к.х.н.

vladimirpoilov@mail.ru, Zvezdin-vl@avid.ru, ouglev@mail.ru

¹ПНИПУ, г. Пермь

²АО ОДК-Авиадвигатель, г. Пермь

Аннотация:

Представлена методика разработки рецептур связующих на основе кремнезёма на основании анализа литературных и патентных данных по составам связующих для литейных керамик на водно-коллоидной основе и исследования физико-химических свойств водных растворов компонентов.

Ключевые слова:

водно-коллоидное связующее, смачиватели, пеногасители, импортозамещение, совместимость, калориметрия.

1. Основные предпосылки для исследований

При изготовлении «сырой» керамической оболочки из керамической суспензии ключевую роль играет состав водного коллоидного раствора, так называемого «связующего», применяемого при компаундировании суспензий. Керамическая оболочка послойно выращивается на восковой модели сложной детали в несколько стадий: сначала модель смачивают керамической суспензией, обсыпают мелкодисперсным порошком оксида

металла (например, корундом), сушат в «мягких» условиях при низкой температуре и определенной влажности, после чего цикл повторяется 8–10 раз. Первый цикл существенно отличается от всех последующих тем, что первичное нанесение керамики проводится на гладкую и сильно гидрофобную поверхность восковой модели, в то время как на всех последующих стадиях слой наносят уже на предыдущий слой керамики, не являющийся, как правило, гидрофобным, в частности из-за того, что он уже имеет сформировавшуюся капиллярную структуру, способствующую смачиванию. Очевидно, что равномерность смачивания поверхности модели керамической суспензией на первой стадии является важным технологическим требованием технологии. Кардинального улучшения смачивания на первой стадии можно добиться при введении в состав связующего так называемых ПАВ-смачивателей, номенклатура которых насчитывает сотни наименований. К сожалению, большинство из этих соединений одновременно являются и моющими агентами и характеризуются сильным пенообразованием при перемешивании раствора. В связи с этим, наряду с ПАВ-смачивателями, в составе связующего в обязательном порядке должны присутствовать так называемые «пенוגасители», ускоряющие распад пены, образующейся на поверхности керамической суспензии, которая находится в условиях непрерывного перемешивания в течение более 10000 часов. Их номенклатура также достаточно обширна. Понятно, что попадание пузырька воздуха в состав формируемого слоя керамики недопустимо, так как это приводит к механическому ослаблению оболочки в этом месте, или появлению дефекта литья на детали.

После сушки сформированной керамической оболочки проводят операцию удаления восковой модели, особенностью которой является расширение воска при плавлении, что приводит к появлению внутреннего

давления, способного разрушить оболочку. Поэтому в состав связующего и, соответственно, керамической суспензии, вводится полимер, обладающий клеящими свойствами, например, ПВС, полиакриламид, модифицированный крахмал, и др. И, наконец, в состав керамического связующего вводится полимерное соединение, обеспечивающее определенный уровень пористости керамической оболочки. Иногда две последние функции может обеспечивать одно органическое соединение. После выплавления восковой модели проводят обжиг «сырой» керамической оболочки, в результате которого изменяются все физико-химические и механические свойства керамики. При этом может возникнуть парадоксальная ситуация, когда технические требования по механической прочности обожжённой оболочки могут быть ниже, чем для сырой керамики.

С учетом вышеизложенного, следует отметить, что при разработке состава связующего необходимо руководствоваться многими, зачастую противоречивыми требованиями технологии, приводящими к следующим выводам и задачам:

1. Связующие и керамические суспензии для оболочек различного назначения не могут иметь одинаковый состав
2. В качестве компонентов связующих могут выступать многие химические соединения и огромное количество их комбинаций, среди которых необходимо выбрать лучшие.
3. При разработке составов связующих необходимо подобрать правильные диапазоны концентрации компонентов.
4. Разработка составов связующих должна базироваться на анализе нескольких ключевых физико-химических свойств, гарантирующих возможность промышленного использования продукта с соблюдением требований технологии.

На основании литературного и патентного обзора, а также опыта работы АО «ОДК-Авиадвигатель», было установлено, что свойства коллоидной системы (размер коллоидных частиц и их заряд, массовая концентрация кремнезёма) также оказывают существенное влияние на потребительские свойства связующих. В связи с этим, размерность задачи поиска оптимальных решений ещё более возрастает. Если ориентироваться на простой перебор компонентов и диапазонов их концентраций, число вариантов составов связующих, по нашим оценкам, составляет более 10^6 .

2. Результаты исследований

Альтернативой простому перебору при решении поставленных задач, очевидно, может быть только научный подход, основанный на установлении общих и частных закономерностей по влиянию различных факторов на свойства связующих и керамик.

Ранее, при разработке математических моделей [1, 2] нами были исследованы корреляции некоторых свойств керамик с параметрами и составом сырья, которые позволили определить их вклад в механические свойства как сырой, так и обожжённой керамики. Одним из таких параметров является содержание органических компонентов в связующем, которое может быть установлено при анализе кривых ДТА-ДТГ, полученных при обжиге сырой керамики после просушки. На Рис. 1 представлен пример исследования одной из наших керамик.

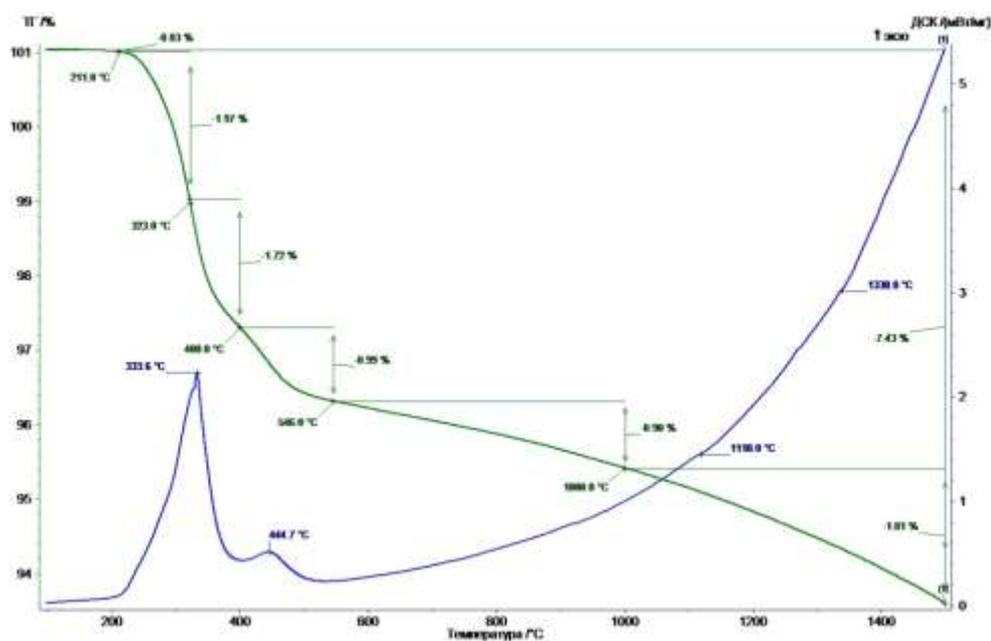


Рис. 1 – ДТА-ДТГ анализ керамики с индексом К4М4 [1, 2]

Два пика на нижней кривой (до 500°C) указывают на выделение теплоты при горении двух различных органических соединений. При этом вес образца уменьшается примерно на 4,7%. В пересчёте это составляет до 10–12% масс. органики в составе связующего. В качестве связующего для данной керамики использовали Keycote Binder (США). По литературным и патентным данным диапазон суммы концентрации органических соединений колеблется в широких пределах: от 0.5 до 10% мас. Очевидно, что при разработке новых составов необходимо предварительно определить более узкие пределы концентраций компонентов.

2.1. Диапазоны концентраций клеящего компонента. Коэффициент корреляции между прочностью сырой керамики (по трёхточечному методу,[3]) и общим содержанием органики составляет 0,289, что, при 20 экспериментальных значениях [1], соответствует отсутствию функциональной зависимости между ними. Однако, доля клеящего компонента в общем объёме органической составляющей достаточно мала, поэтому полученный коэффициент корреляции фактически подтверждает сильное влияние содержания клеящего компонента на прочность. Обжиг

керамики приводит к полному выгоранию органических соединений, поэтому для обожжённой керамики этот коэффициент ожидаемо снижается, однако не до 0, а до величины 0,171, что указывает на существенное влияние первичной относительной фиксации частиц окисей на процессы спекания, которые начинают заметно протекать как раз с 500°C (Рис.1). Эксперимент с коллоидной системой «Лэйксил» на основе кремнезёма, производства ООО «НТЦ Компас», г. Казань, и, например, поливиниловым спиртом (ПВС), позволил определить порядок концентраций ПВС, оказывающих *значимое* влияние на механическую прочность сырой и обожжённой керамики (Рис.2).

Обращает на себя внимание обратная зависимость механической прочности от концентрации клеящего компонента в связующем, полученная в данном случае. По-видимому, энергия взаимодействия между полимером и неорганическим веществом существенно больше, чем между молекулами полимера при их адсорбции в несколько слоёв.

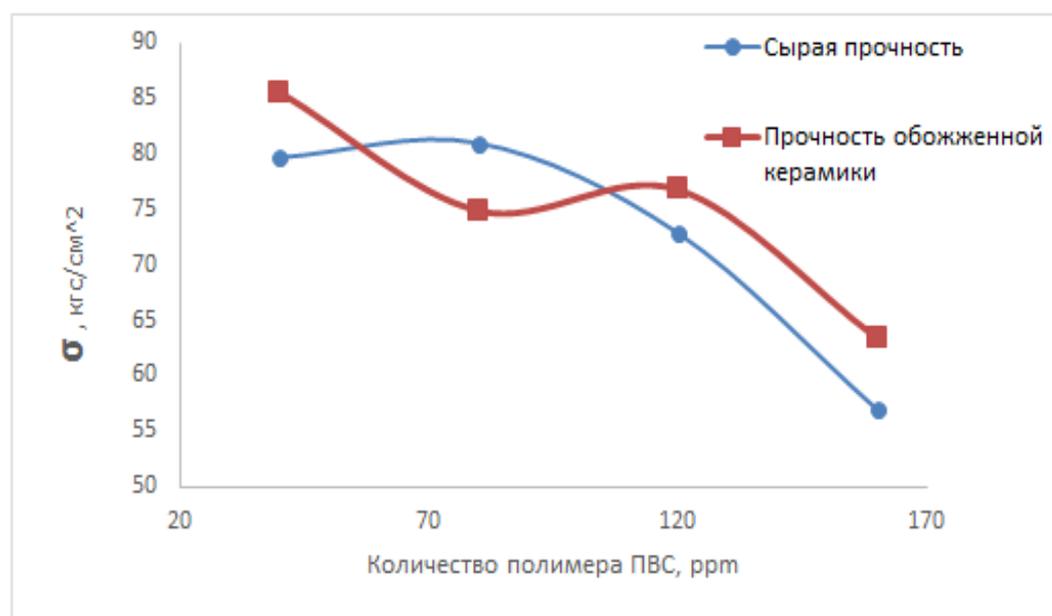


Рис. 2 – Влияние концентрации ПВС на прочность керамики, определённой по трехточечному методу

Следует отметить, что основная часть исследований прочности с ПВС и другими компонентами была выполнена экспресс методом, специально разработанным для этой цели, на небольших таблетках из керамики (Рис. 3).



Рис.3 – Фторопластовая матрица и керамические таблетки

Измерения проводили на стандартном приборе ИПГ-1М, применяющемся для исследования прочности гранул удобрений. Эта методика позволила существенно ускорить процесс получения необходимой информации [4].

2.2. Диапазоны концентраций ПАВ.

Неоценимую помощь при ограничении круга отечественных ПАВ-смачивателей и ПАВ-пеногасителей оказали специалисты фирмы ФЛЭК, г. Пермь, специализирующиеся на подборе этих соединений для нужд нефтепереработки. Как известно, ПАВ ограниченно растворимы в воде, и, соответственно, в водно-коллоидном растворе кремнезёма. Положение точки ККМ в воде для всех исследованных органических ПАВ определяли стандартным методом по зависимостям поверхностного натяжения от концентрации, полученным на тензиометре К100С, фирмы KRUSS, Германия. Результаты исследований для смачивателей и пеногасителей приведены в Табл.1, 2:

Таблица 1

Зависимость относительного поверхностного натяжения σ от концентрации ПАВ-смачивателя в водном растворе при 27°C

Смачиватель	Концентрация смачивателя в воде, % масс.				
	0%	0.001%	0.01%	0.1%	1%
Remet Victawet 12	1	0,650	0,480	0,380	0,370
Wet-it	1	0,670	0,400	0,379	0,378
Keucote	1	0,690	0,540	0,370	0,340
Синтанол АЕ-7	1	0,470	0,400	0,390	0,380
АБСК	1	0,690	0,440	0,450	0,430
Алкилсульфат	1	0,750	0,437	0,340	0,438
Неонол АФ 9-9	1	0,560	0,420	0,435	0,434
Неонол АФ 9-6	1	0,560	0,410	0,411	0,411

Таблица 2

Зависимость поверхностного натяжения воды от концентрации ПАВ-пенегасителя (безразмерные величины)

Пенегаситель	Концентрация пенегасителя в воде, % масс.				
	0%	0.001%	0.01%	0.1%	1%
DCH10	1	0,523	0,402	0,356	0,354
Лапрол3603	1	0,572	0,482	0,461	0,462
Лапрол6003	1	0,492	0,479	0,462	0,462

Для обработки экспериментальных результатов было выбрано уравнение, приводящее к наименьшим отклонениям теоретической кривой от результатов измерений: $\frac{\sigma}{\sigma_{H_2O}} = a \cdot \exp(b \cdot c) + d$.

Учитывая, что уравнение приводит к появлению максимума на кривой Гиббсовской адсорбции $\Gamma(c)$, область его определения по концентрации ограничили диапазоном от нуля до точки достижения максимума $\Gamma(c)$. Однако, преимуществом этого выражения является возможность точной локализации максимума Γ , в отличие от традиционных уравнений типа Лэнгмюра или Шишковского, где ККМ определяется по достаточно неопределённой точке перелома на кривой адсорбции (Таблица 3). Специальные исследования показали, что наличие в воде коллоидных частиц SiO_2 (25–40% масс) не изменяет эти зависимости.

Таблица 3

Предельная адсорбция Гиббса и критические концентрации мицеллообразования (ККМ) некоторых ПАВ в воде

	Максимум $\Gamma \cdot 10^6$, моль/м ² ·% масс.	ККМ: $C_{\max} \cdot 10^3$, % масс./(<i>ppm</i>)	Поверхностная активность, $g \cdot 10^{-4}$ $g = \frac{\sigma_0 - \sigma_{\text{ККМ}}}{\text{ККМ}}$
Смачиватели			
Remet Victawet 12	6,23	1,11 /(11)	2,40
Wet-it	6,49	1,3 /(13)	2,14
Keycote	5,6	6,98 /(70)	0,452
Синтанол АЕ-7	6,44	0,492 /(5)	5,61
АБСК	5,91	1,24 /(12)	2,04
Алкилсульфат	6,28	1,87 /(19)	1,44
Неонол АФ 9-9	6,02	0,677 /(7)	3,81
Неонол АФ 9-6	6,22	0,728 /(7)	3,66
Пенегасители			
DCH10	6,65	0,705 /(7)	4,04
Лапрол3603	5,61	0,612 /(6)	3,90
Лапрол6003	5,62	0,324 /(3)	7,4

Исследования показали, что отечественные ПАВ практически не уступают по свойствам зарубежным соединениям, и поэтому могут послужить основой для компаундирования связующих. В соответствии с теорией, поверхностная активность «пенегасителей» оказалась выше, чем ПАВ-смачивателей. Обращают на себя внимание малые концентрации предельной растворимости этих соединений, т.е., точки ККМ. Как известно, после точки ККМ весь избыточный объем введенного в раствор ПАВ переходит в коллоидное состояние [5]. Причём, в зависимости от концентрации, форма и объем отдельных мицелл ПАВ могут изменяться. В любом случае, плотность органических соединений отличается от плотности воды, и, тем более, коллоидного раствора кремнезёма. Поэтому в водной

системе будет обязательно проходит расслоение с выделением органической фазы, которого пытаются избежать за счёт эмпирического подбора и введения других компонентов. При этом, естественно, будут изменяться характеристики получаемой керамики (Рис.2). По-нашему мнению, такое усложнение системы неоправданно, поскольку противоречит механизму действия смачивателей: Считается, что процесс смачивания связан с адсорбцией гидрофобного конца ПАВ на гидрофобной поверхности восковой модели, в то время как её гидрофильный конец находится на поверхности минеральной частицы керамической суспензии. В некотором роде, при образовании первого слоя покрытия, проходит процесс флокуляции разнородных веществ. Избыточное количество ПАВ, кроме так называемого технологического запаса, связанного с выносом ПАВ на поверхности порошков формируемых керамических оболочек, не будет иметь ни какого полезного значения. Таким образом, содержание этих ПАВ в составе смачивателей должно поддерживаться в пределах 10-50-кратного превышения ККМ (0,01-0,06%), но никак не 1000-кратного избытка (1,2%).

Высокие концентрации смачивателя в коллоидном растворе SiO_2 также, по-видимому, меняют и механизм пеногашения, что создаёт дополнительные технологические трудности. В качестве примера на Рис.4 представлены результаты экспериментов по разрушению пены пеногасителем Лапрол 6003, образующейся в водно-коллоидной системе, содержащей 30–32% кремнезёма в виде коллоидных частиц размером 9–15 нм, при содержании фиксированного количества «смачивателя» АБСК.

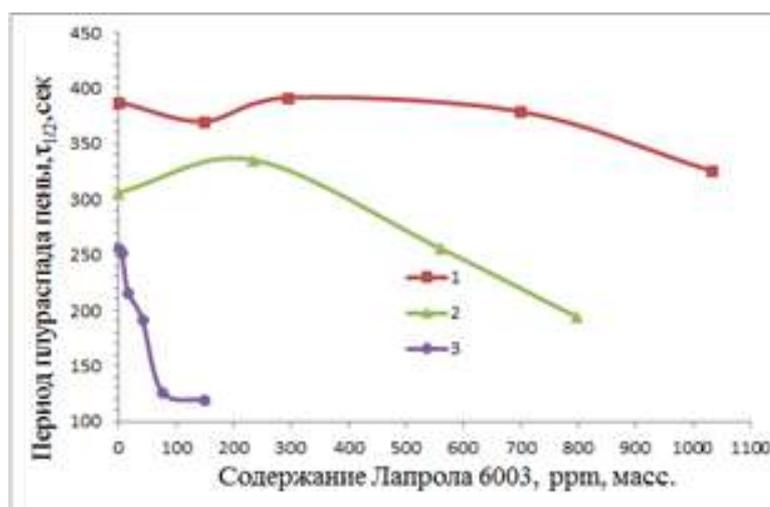


Рис. 4 – Эффективность пеногасителя Лапрол 6003 в коллоидной системе: вода-кремнезём при различном содержании «смачивателя» АБСК. 1 – 629 ppm АБСК; 2 – 355 ppm АБСК; 3 – 100 ppm АБСК. (Получено на приборе DFA100 фирмы KRUSS. Генерация пены достигнута за счет продувки раствора воздухом в течение 11 сек.)

По результатам эксперимента можно предположить, что Лапрол 6003 проявляет активность как пеногаситель, лишь при малой концентрации АБСК в растворе, превышающей ККМ не более, чем в 8 раз (кривая 3). При большем превышении (51 раз, кривая 1, и 28 раз, кривая 2) устойчивость пены падает до приемлемого уровня лишь при концентрации Лапрола 6003 в 2–2,5 раза превышающего концентрацию АБСК.

2.3. Пористость керамики.

В ряде Российских и зарубежных патентов предлагается вводить в состав связующего (и в сырую керамику, соответственно) специальные полимеры, например, каучук в коллоидном виде, для создания и управления пористостью оболочек. По нашему мнению, этот вопрос является достаточно спорным, поскольку избыток органического полимера может привести к снижению прочности обожженной керамики (Рис. 2), которую иногда приходится корректировать за счёт введения дополнительных компонентов. В то же время показано [1,2] что прочность и пористость функционально связаны с параметрами порошков, используемых в качестве наполнителя суспензий и обсыпчного материала, и могут ими управляться.

2.4. Совместимость компонентов.

Важным техническим требованием к связующим является их устойчивость в течение 1–1,5 лет. В это понятие входит не только устойчивость самой коллоидной системы, но также и отсутствие химических реакций между компонентами смеси. Эти параметры могут быть оценены несколькими способами. Одним из них является хранение смеси длительное время с периодическим изучением их физических свойств (например, вязкости) и внешнего состояния. Кроме того, представляет интерес и биологическая устойчивость связующего в течение 1,5 лет. Возможность протекания химических реакций между компонентами проще всего определяется с помощью микрокалориметра (Рис. 5):

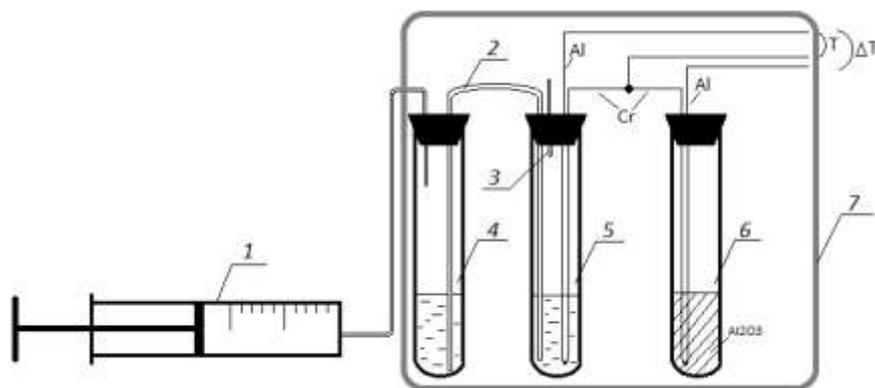


Рис. 5 – Схема калориметрической ячейки:

1 – воздушный шприц; 2 – трубка для перетока раствора; 3 – воздухоотводная трубка; 4 – сосуд, из которого подается раствор на смешение; 5 – сосуд смешения 2-х растворов, снабжённый измерительной термопарой; 6 – герметичный сосуд со встроенной сравнительной (опорной) термопарой, 7 – массивная металлическая квазиизотермическая оболочка (до 1 кг)

Дифференциальная хромель-алюмелевая термопара была напрямую подключена к струнному зеркальному гальванометру М17/2, имевшего чувствительность по току около $2 \cdot 10^{-9}$ А/мм/м. Оценка возможностей калориметра, выполненная на основе измерения теплот растворения некоторых солей, показала, что достигнутая чувствительность по ΔT была менее 3 милликельвинов на одно деление выносной шкалы прибора. Общая

длина светового луча от сверхяркого светодиода составляла 2,5 м. Полный объём пробирок (4,5,6) – по 2 мл.

Для качественной оценки теплового эффекта смешения представляет интерес величина температурного скачка, возникающая при смешении водных растворов компонентов: $(t_k - t_n)$. Для сравнительной оценки термодинамической устойчивости смесей компонентов достаточным является сопоставление тепловых эффектов смешения, полученных в одинаковых условиях.

В табл.4 в качестве примера представлены некоторые результаты калориметрических экспериментов по химическому взаимодействию компонентов[6].

Основной компонент – Лэйксил40 – характеризуется положительной теплотой смешения только с одним реагентом - 10% раствором АБСК. Учитывая, что АБСК является слабой органической кислотой, а коллоидный раствор Лэйксил40 приготавливается на щелочной основе, экзотермический характер реакции между ними не вызывает сомнения. Значительные отрицательные теплоты смешения для раствора ПВС указывает на тенденцию расслоения бинарной смеси, что подтверждается экспериментально при смешении Лэйксил40 с 1% раствором ПВС – при хранении этой смеси уже через месяц становится заметным выделение полимера в верхнем слое раствора. Значительный экзотермический эффект наблюдается и при смешении АБСК с Лапролом. По нашему мнению, это связано с протеканием обратимой химической реакции между органическими компонентами, что может повлиять на свойства связующих.

Сравнительные тепловые эффекты смешения растворов
в единицах шкалы прибора

	Лэйксил 40	2% р-р ПВС	10% р-р АБСК	10% р-р СН ₂ О	Р-р СоАl ₂ О ₄	10% р-р КЛЕО	10% Лапрол 6003
Лэйксил 40	0	-	-	-	-	-	-
2% р-р ПВС	-31	0	-	-	-	-	-
10% р-р АБСК	+46,5 (+39,5)	-4	0	-	-	-	-
10% р-р СН ₂ О (Формалин)	-20,5	-4	-24,5	0	-	-	-
Р-р СоАl ₂ О ₄	-2,5	-1	+3(+3)	-5	0	-	-
10% р-р КЛЕО Модиф.крахмал	-2,5	-3	-5	+9	0	0	-
10% Лапрол 6003	-2	-1	+56,5	+5	+6	-3,5	0

2.5. Биологическая устойчивость связующего

Поиск наиболее эффективного бактерицидного компонента проводили по методу Коха на плотной питательной среде. В качестве исходного источника микробиологического загрязнения использовали образец керамической суспензии, находившейся в работе около 1 года. Активность бактерицидов определяли по методу подсчёта числа изолированных колоний, выращиваемых в чашках Петри. Достаточную противогрибковую и противомикробную активность проявил формалин, дальнейшая работа с которым позволила определить его необходимые концентрации. Одним из преимуществ формалина является возможность его полного испарения из керамической оболочки уже на стадии первичной просушки изделия.

3. Общие итоги работы

Подобраны отечественные органические компоненты для керамических связующих различного назначения; На основании научных исследований обоснованы границы концентраций органических компонентов различного назначения; Разработаны составы связующих для второго и последующих слоев керамических оболочек (для равноосного литья и

направленной кристаллизации) на основании чего поданы 2 заявки на патенты; Определены интервалы варьирования для планирования эксперимента при разработке новых составов, позволившие сократить длительность разработки связующего для лицевого слоя до 5 дней.

Выводы и рекомендации

1. При разработке связующих для керамических суспензий следует руководствоваться анализом и управлением свойствами керамической суспензии и сырой керамики, поскольку свойства обожжённой керамики определяются и управляются параметрами исходных минеральных компонентов.

2. Разработка составов связующих должна проводиться в соответствии с существующими научными теориями, исключая эмпирический подбор компонентов.

3. При разработке новых составов связующих ключевым элементом исследования является определение интервалов варьирования независимых компонентов

4. Следует учитывать способность некоторых компонентов быть носителем нескольких свойств, переносимых на свойства связующих и керамических суспензий.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (договор №02.G25.31.00188) в рамках реализации Постановления Правительства РФ №218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства»

Литература

1. Углев Н.П., Пойлов В.З., Шилов А.В., Звездин В.Л., Мерзляков К.С., Ордин Д.А. и др. Термомеханические свойства керамик для литья по выплавляемым моделям. Литейное производство №5, 2014 г.
2. Углев Н.П., Пойлов В.З., Карманов В.В., Шилов А.В., Звездин В.Л., Мерзляков К.С., Ордин Д.А. и др. Влияние технологических параметров сырья на механические свойства керамик. Стекло и керамика №6, 2016 г.
3. Репях С. И. Технологические основы литья по выплавляемым моделям. – Днепропетровск: Лира, 2006. – 1056 с.
4. Углев Н.П., Пойлов В.З., Дьяков М.С., Новокрещенных Е.Н. Разработка экспресс-метода определения механической прочности литейных керамик. Международный научно-исследовательский журнал. №11 (53). Часть 4, Ноябрь, 2016 г.
5. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии (Поверхностные явления и дисперсные системы): учебник для вузов.- М.: Химия, 1982.- 400 с., ил.
6. Новокрещенных Е.Н., Пойлов В.З., Углев Н.П., Ордин Д.А. Термодинамическая совместимость компонентов водно-коллоидных связующих. Вестник ПНИПУ Химическая технология и биотехнология, №3, 2017.

УДК 669.018, 669.224.

Об ограниченных возможностях исследования термической усталости материалов с помощью известных методов термоциклических испытаний

Тихомирова Е.А.¹, к.т.н.; Сидохин Е.Ф.²

tixomirova00@mail.ru; esidohin@yandex.ru

¹АО «ОДК-Климов»

²ООО «КБ Рентгеновские приборы»

Аннотация:

Проанализированы результаты термоциклических испытаний монокристаллов жаропрочных сплавов, предназначенных для изготовления турбинных лопаток авиационных двигателей. Показана роль особенностей протекания пластической деформации в полуциклах на долговечность при термоциклических испытаниях.

Ключевые слова:

термическая усталость, стеснение свободной термической деформации.

Широко применяемый метод варьирования упругопластической деформации в цикле испытаний при определении сопротивления материалов термической усталости не может адекватно представлять картину разрушения материала при циклических нагревах в силу того, что не учитывает особенности развития деформации, присущие различным материалам. Для понимания процесса полезными оказались разработанные

карты термоциклических испытаний ТЦ-карты, позволившие проследить динамику развития деформации в термических полуциклах и характеризующие ее параметры. Это наглядно показал анализа ранее опубликованных результатов испытаний монокристаллов жаропрочных сплавов ВКНА-1В и ЖС6Ф с различной кристаллографической ориентировкой осей нагружения.

Термическая усталость (ТУ), как прогрессирующее разрушение изделий вследствие многократных теплосмен в ходе эксплуатации, является актуальной проблемой современной техники, работающей в экстремальных условиях. Доля лопаток турбин, выход из строя которых диагностируют, как термоусталость, достигает 70%, как было показано ранее в работе [1], при этом не следует ожидать уменьшение этого показателя в настоящее время в связи с интенсификацией процессов в современных АГТД. Представляется, что исследование природы термической усталости, должно быть одной из приоритетных задач материаловедения сплавов для лопаток турбин. Тем не менее, происходит обратное – наблюдается малочисленность отечественных публикаций: всего несколько статей на эту тему в последние четверть века. Больше того и эти работы, и опубликованные ранние представляют результаты термоциклических испытаний (ТЦ), а не поиск механизмов развития разрушения в ходе циклических нагревов, исходя из анализа необратимых структурных изменений [2], которые могли бы стать основой для более продуктивного подхода к явлению термической усталости. В основе термоциклических испытаний (ТЦ – испытаний) лежит установленная Л.Ф. Коффиным [3] зависимость долговечности (число циклов до разрушения N) от пластической деформации в цикле $\varepsilon_{пл}$ вида $\varepsilon_{пл} N^k = \text{const}$. В ТЦ-испытаниях производят циклический нагрев образцов испытываемого материала, варьируя различными способами [3-6] величину упругопластической деформации в цикле $\Delta\varepsilon = \varepsilon_{пл} + \varepsilon_{упр}$ ($\varepsilon_{упр}$ – упругая деформация), полагая, что $\Delta\varepsilon$ содержит $\varepsilon_{пл}$ в условиях эксперимента. Роль $\varepsilon_{пл}$

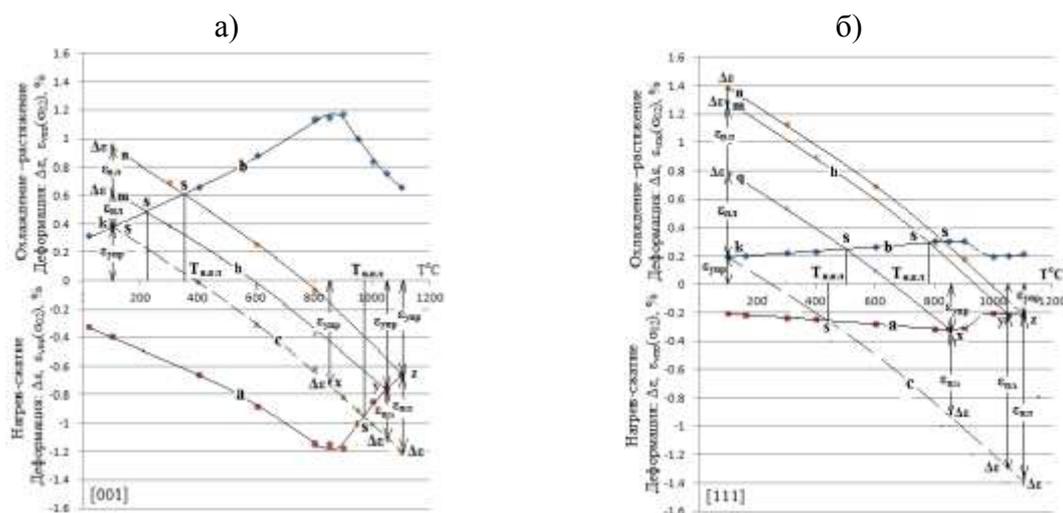
в разрушении материала при циклических нагревах, вполне понятна, поскольку именно пластическая деформация является причиной необратимых структурных изменений в материале. Поэтому ее величина $\epsilon_{пл}$ в проводимых термоциклических испытаниях (ТЦ) имеет первостепенное значение. Однако не очевидно, какой $\epsilon_{пл}$ в цикле должно быть отдано предпочтение: растяжению, сжатию, их сумме или разности и т.д. Разрушение обусловлено «суммарной» пластической деформацией в зоне ее локализации, но регистрируемую в испытаниях долговечность N определяет развитие деформации по всему образцу.



Рис. 1 – Вид образцов, подвергнутых термоциклическим испытаниям

Неоднородность распределения $\epsilon_{пл}$, присущая ТЦ – испытаниям (рис.1 [7]), является серьезной преградой для правильного понимания взаимосвязи N и $\epsilon_{пл}$. Еще больше проблем в испытаниях, выполняемых на монокристалльных образцах. При их деформации кристаллографический сдвиг создает смещение перпендикулярно оси приложения нагрузки, вследствие чего нарушается осевая симметрия и возникает изгиб образца [8]. Неоднородность $\epsilon_{пл}$ связана и с неравномерностью нагрева, и с особенностями развития деформации на фронте Людерса-Чернова.

Сопротивление материала ТУ оценивают [4], анализируя зависимости N от $\epsilon_{пл}$ (или $\Delta\epsilon$ –упругопластическая деформация) - $N=F(\epsilon_{пл})$, где $\Delta\epsilon$ - задаваемая в испытаниях величина. Покажем, что такой подход не дает однозначного результата на примере анализа данных испытаний монокристаллов жаропрочного сплава ВКНА-1В ориентировок [001] и [111] [9], используя ТЦ-карты, приведенные на рис. 2



$T_{\min} \leftrightarrow T_{\max}, ^\circ\text{C}$	$\Delta\varepsilon\%$	N, (число циклов)	
		[001]	[111]
100↔850	1.1	1276 ± 248	1997 ± 102
100↔1050	1.5	61 ± 5	107 ± 28
100↔1100	1.6	242 ± 76	225 ± 53

Рис. 2 – ТЦ-карты монокристаллов сплава ВКНА-1В ориентировок [001] и [111] и результаты их испытаний (среднее по 3 образцам).

Из результатов хорошо видно, что при одинаковых режимах $T_{\min} \leftrightarrow T_{\max}$ и $\Delta\varepsilon$ динамика развития деформации в ходе испытаний у образцов [001] и [111] существенно отличается [10]. Во-первых, у образцов [001] при нагреве по режиму $100 \rightarrow 850^\circ\text{C}$ деформация протекает в упругой области, а при охлаждении сопровождается лишь небольшой пластической деформацией $\varepsilon_{\text{пл}}$. У образцов же [111] пластическая деформация $\varepsilon_{\text{пл}}$ достаточно велика $\sim 0.8\%$ в обоих полуциклах, но при этом их долговечность выше (табл. на рис. 2). Во-вторых, в испытаниях по режиму $100^\circ\text{C} \leftrightarrow T_{\max}$ (кроме $T_{\max} = 850^\circ\text{C}$) пластическая деформация образцов [001] при нагреве начинается при 970°C и протекает в пределах $\sim 130^\circ\text{C}$, а у образцов [111] уже от 330°C и продолжается до T_{\max} в диапазоне более 700°C . Сопутствующие этому изменения субструктуры не могут быть одинаковым в этих двух случаях. Столь же существенны различия в протекании пластической деформации при охлаждении. Отметим не монотонность изменения N при увеличении $\Delta\varepsilon$ у

обеих ориентировок (табл. на рис. 2): вначале N падает в ~ 20 раз, а затем вдвое увеличивается. Несмотря на существенные отличия в динамике развития деформации, данные о долговечности N , приведенные на рис. 2, образцов ориентировок [001] и [111] различаются совсем не много и этому необходимо найти объяснения. Изложенное показывает, что даже знания $\varepsilon_{пл}$, а не только $\Delta\varepsilon$, не достаточно для понимания развития разрушения и достигаемой величины N в ТЦ испытаниях. При анализе зависимостей $N=F(\varepsilon_{пл})$ в работе [9] эти данные не были известны и не принималась во внимание, но они существенно изменяют его результаты, если удастся установить, как воспользоваться этими новыми сведениями. Принято приписывать отмеченное несоответствие влиянию анизотропии. Статьи, касающиеся испытаний на монокристаллах, как правило, содержат в названии упоминание о влиянии ориентировки или анизотропии [9, 11], а также используют странное понятие коэффициента анизотропии. Однако, отсылка к анизотропии не продуктивна, поскольку ничего не проясняет в отношении указанных отличий. Дело, конечно, в различии механических свойств ($\sigma_{0.2}(T)$ и $E(T)$) и их температурной зависимости у этих ориентировок, но, с чем следует связывать долговечность, остается не ясным.

В ТЦ-испытаниях обычно производят измерение напряжений σ и строят гистерезисные кривые в координатах σ - ε либо σ - T [1], поскольку «под термической усталостью обычно понимают появление трещин в деталях (образцах) **при действии циклических термических напряжений**» [12]. Что же представляют собой σ в ТЦ-испытаниях? Изменение T в полуцикле начинается (после снятия напряжений предшествующего полуцикла) с роста упругой деформации $\varepsilon_{упр}$, которой вполне достаточно для компенсации свободной термической деформации ε_0 стесненного образца. На этом этапе σ при каждой T определяется величиной $\varepsilon_{упр}$ и модулем упругости $E(T)$, а пластическая деформация $\varepsilon_{пл}$ проявляется в виде микропластичности [13]. Когда σ по мере изменения T и $\varepsilon_{упр}$ достигает предела упругости ($\sigma_{0.05}$,

например) включается пластическая деформация $\epsilon_{пл}$ и с этого момента σ остаются постоянными либо изменяются вслед за $\sigma_{0.05}(T)$ или $\sigma_{0.2}(T)$ и $E(T)$, как показано на рис.3б и 4б, либо вследствие деформационного упрочнения материала.

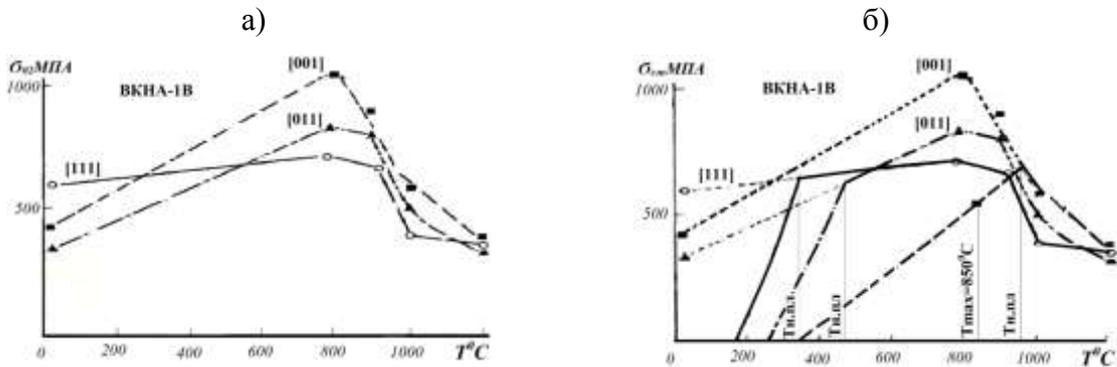


Рис. 3 – Температурная зависимость $\sigma_{0.2}(T)$ сплава ВКНА-1В (а) и схема изменения σ сжатия в полуцикле нагрева с полным стеснением $\epsilon_0 = \Delta \epsilon$. (б)

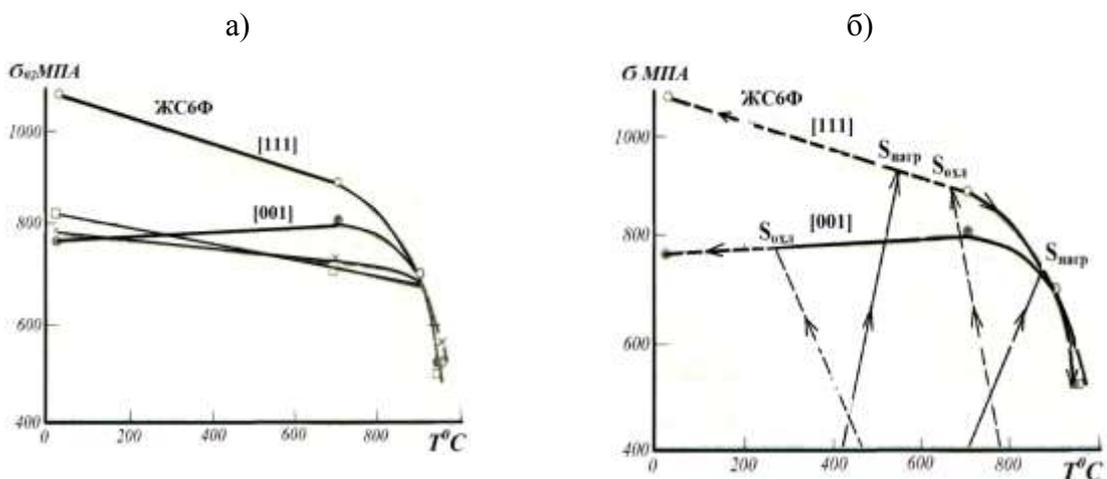


Рис. 4 – Изменение $\sigma_{0.2}(T)$ у сплава ЖС6Ф [15] ([001] – ●; [111] – ○; [011] – х и [112] – □) (а) и изменение σ в полуциклах нагрева (сплошные линии) и охлаждения (схема) (б)

Обратим внимание, что напряжения σ при каждой T устанавливает материал образца (его механические свойства), обеспечивая компенсацию стесненной деформации ϵ_0 . Пока компенсацию способна обеспечить упругая деформация напряжения определяются модулем упругости материала при каждой T . Когда же достигается предел упругости, включается пластическая деформация и напряжения имеют такую величину, которой достаточно,

чтобы запустить, поддерживать и регулировать дислокационные механизмы деформации в соответствии со скоростью изменения температуры. Изменение σ в полцикле нагрева сплава ВКНА-1В показывает схема, приведенная на рис.3б, а при нагреве и охлаждении сплава ЖС6Ф рис. 4б (точки $\sigma_{нагр}$ и $\sigma_{охл}$ – отмечают начало пластической деформации). Различия в изменении σ у названных сплавов и у разных ориентировок одного сплава хорошо просматриваются. Остается понять, как связать долговечность N с характеристиками изменения σ .

Все опубликованные результаты измерений максимальных σ ($\sigma_{сж}$ и $\sigma_{раст}$) в испытаниях ЖНС [9, 11] не соответствуют значениям $\sigma_{0,05}$ или σ_{02} испытывавшихся материалов. Однако во всех ТЦ- испытаниях на ЖНС скорости нагрева и соответственно скорости деформации в полциклах были достаточно большими, чтобы имело смысл принимать во внимание участие ползучести, особенно при охлаждении.

Влияние σ на долговечность N , вероятно, следует ожидать через продолжительность стадии зарождения и распространения трещин, скорость которых зависит от σ . Тем не менее, нельзя не согласиться с Ю.Ф. Баландиным [12], что «определенная величина напряжений, которой можно характеризовать процесс термической усталости, отсутствует и величину термических напряжений нельзя выбрать в качестве характеристики цикла». Для описания условий возникновения предельного состояния материала при циклических нагревах введено представление о повреждаемости материала [3] и развитие ТУ понимают, как накопление «повреждений», достижение предельного состояния и в конечном итоге разрушение [1, 14]. Понятие «повреждение» применительно к ТУ это перевод встречающегося у Л.Ф. Коффина [3] термина «the damage». «The damage и the fractional damage» представляют математическую модель, характеризующую состояние материала, как «меру повреждения за суммарное число циклов» при том, что разрушению соответствует N и $N^k \epsilon_{пл} = \text{const}$. Термин «повреждение» не хорош

тем, что в буквальном смысле, как им часто пользуются (например, «структурная поврежденность материала»), не соответствует действительности. Перевод данного математического термина является не очень удачным, но его используют по сию пору. Наиболее адекватными были бы термины «искажения» или «микро-искажения» и их уровень, соответствующий предельному состоянию материала. Термическая усталость есть процесс необратимых структурных изменений в результате пластической деформации при циклических нагревах материала [1, 2, 12]. Он, как показано [12], сопровождается изменением свойств испытываемого материала и приближением его к «предельному состоянию», т.е. состоянию, благоприятному для зарождения и роста трещин в цикле, как средства компенсации ϵ_0 на данном этапе. Специфика этих структурных изменений обусловлена особенностями протекания пластической деформации в термическом цикле, где развиваются два конкурирующих процесса. Один из них – высокотемпературное сжатие, которое происходит в материале, подвергнутом предварительно низкотемпературной пластической деформации достаточно большой величины $\epsilon_{пл} \sim 1\%$. Для этого этапа, по крайней мере, у ЖНС характерно отсутствие или совсем не большое деформационное упрочнение и его можно рассматривать, как «отжиг под напряжением». Второй этап – низкотемпературная пластическая деформация материала в полуцикле охлаждения материала подвергнутого высокотемпературной термомеханической обработке. Для понимания того, как развивается деформация в таком цикле совсем недостаточно той информации, которую дает регистрируемая гистерезисная петля и известная величина задаваемой в испытаниях $\Delta\epsilon$. Для понимания происходящего просто необходимы сведения о величинах $\epsilon_{пл}$: сжатия в полуцикле нагрева $\epsilon_{пл}(сж)$, растяжения в полуцикле охлаждения $\epsilon_{пл}(охл)$, о температурах начала пластической деформации $T_{н.пл}$ в каждом из полуциклов и ее продолжительности $\Delta T_{пл}$, а также о динамике сопутствующего им изменения

напряжений **б**. Эту информацию позволяют получить карты термоциклических испытаний (ТЦ-карты) [10]. В качестве примера проанализируем с их помощью результаты ТЦ-испытаний монокристаллов жаропрочного сплава ЖС6Ф, которые представлены авторами в достаточно полном объеме [11].

Карты термоциклических испытаний (ТЦ-карты) с полным стеснением ($\Delta\varepsilon=\varepsilon_0$) – это диаграммы, где совмещены графики зависимости $\Delta\varepsilon$ и $\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{02})$ от T (или $\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{0.05})$ от T), а $\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{0.05})=\sigma_{0.05}(T)/E(T)$ – упругая деформация, которая соответствует $\sigma_{0.05}(T)$ или $\sigma_{02}(T)$ при данной T . На ТЦ-картах, приведенных на рис.2 (сплав ВКНА-1В [10]) и рис.5 (сплав ЖС6Ф), линии **а** и **б** представляют зависимость $\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{02})\sim f(T)$ в области нагрева-сжатия (**а**) и в области охлаждения-растяжения (**б**), а линия **с** – изменение $\Delta\varepsilon$ в ходе нагрева после полуцикла охлаждения, один из которых показан линией **h**. Поля диаграммы между осью T и линиями **а** и **б** – это области упругой деформации сжатия (ниже оси T) и растяжения (выше неё), а выше и ниже кривых **а** и **б** – это области пластической деформации.

Карты термоциклических испытаний с неполным стеснением ($\Delta\varepsilon<\varepsilon_0$) показаны на рис. 5. Здесь в области упругой деформации, т.е. между кривыми **а** и **б**, кривые $\Delta\varepsilon\sim\varphi(T)$, т.е. **с**, **д**, **h**, должны идти под меньшим углом к оси T , т.к. на этом участке ε_0 компенсируется суммой $\varepsilon_0=\varepsilon_{\text{упр}}+\Delta\varepsilon_{\text{мембр}}$, где $\Delta\varepsilon_{\text{мембр}}$ деформации упругого элемента (мембраны). Наклон кривых $\Delta\varepsilon\sim\varphi(T)$ на этих участках зависит от жесткости мембраны. После же пересечения линиями $\Delta\varepsilon\sim\varphi(T)$ кривых **а** или **б** начинается пластическая деформация и $\varepsilon_{\text{пл}}$ полностью компенсирует стеснение ε_0 (упругие элементы, осуществляющие стеснение, перестают реагировать). В областях выше и ниже кривых **а** и **б** изменение $\Delta\varepsilon$ с температурой такое же, как ε_0 . Это не совсем так, поскольку на этом участке из-за температурной зависимости σ_{02} и E изменяется $\varepsilon_{\text{упр}}$, но мы пока не будем принимать это во внимание. Кривые **f** и **g** показывают ход $\Delta\varepsilon\sim\varphi(T)$ в режиме $\varepsilon_0=\Delta\varepsilon$ и нанесены для сравнения.

ТЦ-карты испытаний сплава ЖС6Ф (рис.5). Жаропрочный сплав ЖС6Ф [11] испытывали методом варьирования жесткости нагружения [4, 6] на монокристалльных образцах с приложением нагрузки вдоль кристаллографических осей [001], [111], [011] и [112] в термическом режиме $T_{\min}=100^{\circ}\text{C}$, $T_{\max}=950^{\circ}\text{C}$. Изменением жесткости стеснения (мембраны) задавали величину $\Delta\varepsilon=0.6, 1.0$ или 1.3% ($\Delta\varepsilon=1.3\%$ соответствует полному стеснению $\Delta\varepsilon=\varepsilon_0$). Предполагалось, видимо, как того требует принцип Коффина, что $\Delta\varepsilon$ содержит $\varepsilon_{\text{пл}}$ при $\Delta\varepsilon \leq \varepsilon_0$. Кривые **c, d, h** показывают изменение $\Delta\varepsilon \sim \varphi(T)$: в нулевом полуцикле (**c**), в полуциклах нагрева (**d**) и полуциклах охлаждения (**h**). Точками **s** отмечены пересечения этих кривых с кривыми **a** и **b** ($\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{005}) \sim f(T)$), соответствующие переходу к $\varepsilon_{\text{пл}}$ при $T=T_{\text{пл}}$. Главная особенность процесса, которую позволили выявить ТЦ-карты сплава ЖС6Ф, состоит в том, что монокристаллы всех четырех ориентировок в испытаниях с $\Delta\varepsilon=0.6\%$, а так же монокристаллы ориентировки [001] с $\Delta\varepsilon=1.0\%$ в ходе циклических нагревов деформировались исключительно упруго ($\Delta\varepsilon=\varepsilon_{\text{упр}}$). В связи с этим необоснованно использовать все полученные в испытаниях [11] данные для построения зависимостей $N=\varphi(\Delta\varepsilon)$ в целях решения вопроса о сопротивлении сплава ЖС6Ф термической усталости, т.к. нарушается положенный в основу испытаний принцип Коффина $N=\varphi(\varepsilon_{\text{пл}})$. Согласно ему долговечность N зависит от величины $\varepsilon_{\text{пл}}$, а в испытаниях монокристаллов каждой из ориентировок по режиму $\Delta\varepsilon=0.6\%$, где $\Delta\varepsilon=\varepsilon_{\text{упр}}$, надо полагать, реализовывались совершенно иные закономерности разрушения, чем в случае $\Delta\varepsilon=1.0$ и 1.3% . При этом обратим внимание, что долговечность N , зарегистрированная в испытаниях с $\Delta\varepsilon=0.6\%$, в десятки раз больше, но, тем не менее, разрушение достигалось и, вероятно, эти условия могут реализовываться в работе реальных изделий. Поэтому данная область должна быть предметом самостоятельного изучения разрушения в результате циклических нагревов.

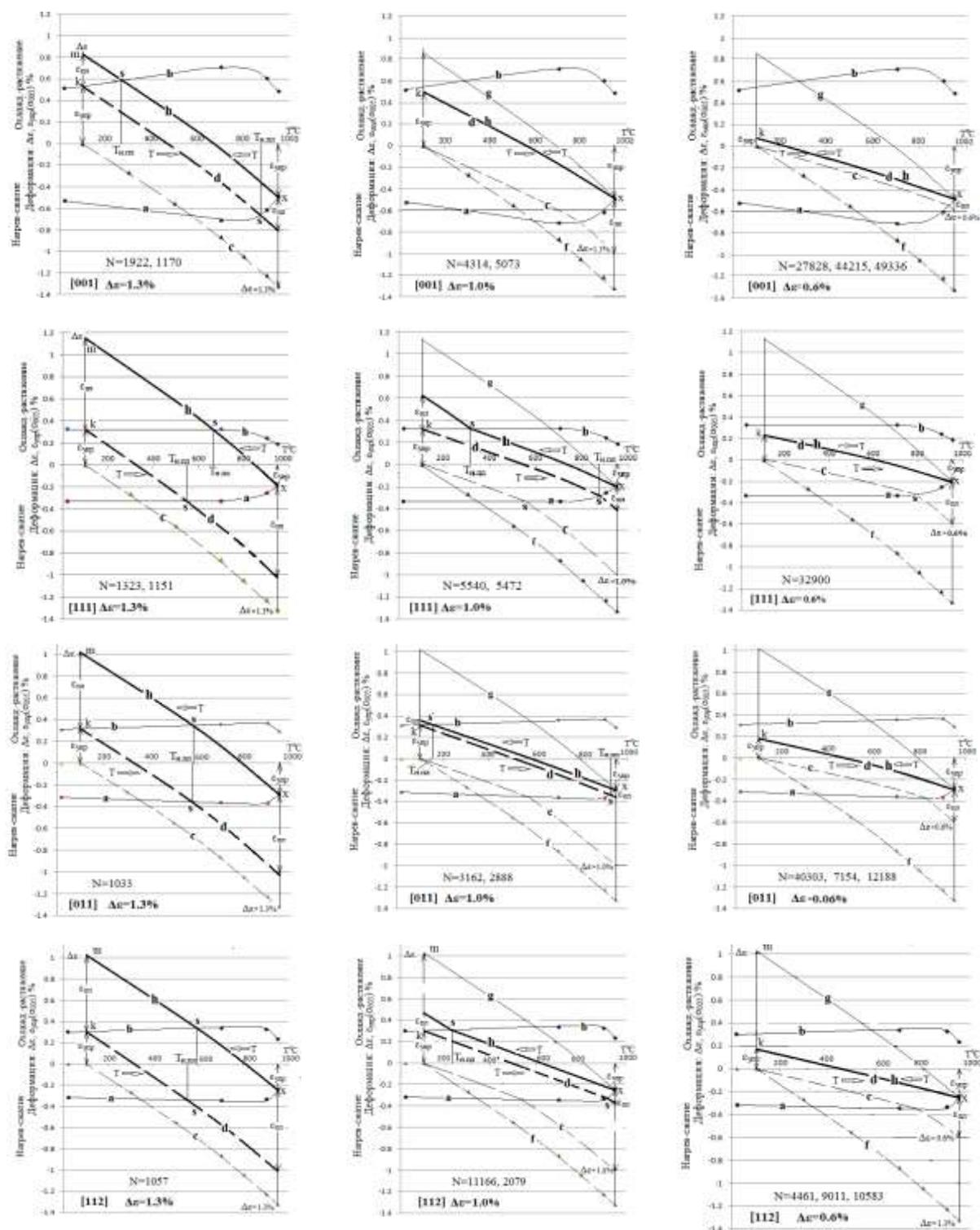


Рис. 5 – ТЦ-карты монокристаллов жаропрочного сплава ЖС6Ф ориентировки [001], [111], [011] и [112]. N – число циклов до разрушения

Таким образом, о сопротивлении ТУ монокристаллов сплава ЖС6Ф можно судить только по результатам испытаний образцов [111], [011] и [112] при $\Delta\epsilon=1.0$ и 1.3% [11]. Особенность сплава ЖС6Ф состоит в том, что, как

видно из ТЦ-карт, кривые **a** и **b** зависимости $\varepsilon_{\text{упр}}(\sigma_{0.05}) \sim f(T)$ монокристаллов [111], [011] и [112] почти идентичны несмотря на существенное различие значений $\sigma_{0.05}(T)$ и $E(T)$ (см. табл.1), использованных для их построения [15, 16]. Соответственно, почти одинаковую величину имеет достигаемая в полциклах $\varepsilon_{\text{пл}} \approx 0.7-0.8\%$ при $\Delta\varepsilon=1.3\%$ и $\varepsilon_{\text{пл}} \approx 0.1-0.2\%$ при $\Delta\varepsilon=1.0\%$, т.е. $\varepsilon_{\text{пл}}$ отличается в разы при том, что $\Delta\varepsilon$ примерно на 25%.

Таблица 1

Предел упругости $\sigma_{0.05}$ и модуль упругости E монокристаллов сплава ЖС6Ф с кристаллографической ориентацией оси нагружения: [001], [111], [011] и [112]

T, °C	$\sigma_{0.05}$, МПа, для ориентац.				$E \cdot 10^3$ МПа, для ориентац.			
	[001]	[111]	[011]	[112]	[001]	[111]	[011]	[112]
20	702	1053	749	780	137.5	307.8	243.9	240
700	788	887	744	711	109.8	255.5	191.9	204
950	501	538	554	552	97.5	234.2	173.4	184

Обратим внимание, что у монокристаллов разных ориентировок зарегистрированы близкие значения долговечности N . Несколько больше N у образцов ориентировки [111], хотя можно было бы ожидать обратного, т.к., полагаем, в циклических нагревах они ближе к «предельному состоянию», поскольку в них пластическая деформация должна реализовываться множественным скольжением и выше напряжения на стадии разрушения. Однако отклонение осей образцов от точных кристаллографических направлений [111], [011] и [112] на несколько градусов стало причиной того, что ориентационные факторы образцов (см. таблицу 2 в приложении), которые были испытаны в работе [11], определяют действие преимущественно одной системы скольжения, как у монокристаллов [111], так и в остальных. Это как раз и есть проявление анизотропии. Отмеченное сходство в долговечности N , вероятно, связано именно с этим и со спецификой протекания деформации в ТЦ-испытаниях. Специфика эта состоит в том, что в каждом следующем цикле испытаний ориентировка оси нагружения повторяет ориентировку предшествующего цикла, т.к. поворот оси при растяжении в полцикле охлаждения практически восстанавливается затем при сжатии во время нагрева. В результате этого деформация в

образцах всех ориентировок развивалась, вероятно, идентично: длительное время не происходило смены систем скольжения, что могло бы способствовать появлению препятствий для дислокаций действующей системы скольжения и зарождению микротрещин. Итогом событий в цикле является результат конкуренции между высокотемпературным сжатием, которое как бы продлевает жизнь образца, и низкотемпературным растяжением, которое, вероятно, и является причиной разрушения.

Отметим существенное отличие ТЦ-карт монокристаллов ориентировки [001] от прочих при испытаниях с $\Delta\varepsilon=\varepsilon_0$. Кривые **a** и **b** проходят на них гораздо дальше от оси T и упругая деформация при нагреве и охлаждении может достигать существенно больших величин – до $\varepsilon_{упр}\approx 0.7\%$, т.е. может в большей степени компенсировать стесненную деформацию ε_0 . При этом $\varepsilon_{пл}\approx 0.3\%$, что в три раза меньше, чем у монокристаллов прочих ориентировок, но по долговечности N они не отличаются.

В связи с недостаточной статистикой данных по долговечности N уверенно обсуждать ее связь с указанными параметрами испытаний не представляется возможным. ТЦ-карты заставляют обратить внимание на такие важные параметры развития деформации в полуциклах, как температура $T_{пл}$, при которой начинается пластическая деформация, интервал ее протекания $\Delta T_{пл}$ и особенности изменения напряжений в ходе нагрева и охлаждения. В испытаниях с полным стеснением ($\Delta\varepsilon=1.3\%$) у сплава ЖС6Ф температура $T_{пл}\approx 500-600^\circ\text{C}$ в обоих полуциклах и $\Delta T_{пл}$ составляет несколько сот градусов. В случае же неполного стеснения ($\Delta\varepsilon=1.0\%$) температуры $T_{пл}$ располагаются вблизи конечных температур интервала $T_{min}\leftrightarrow T_{max}$ и $\Delta T_{пл}\approx 100-200^\circ\text{C}$. В упругой области полуциклов нагрева и охлаждения напряжений σ у монокристаллов разных ориентировок изменяются плавно (рис.4б), но отличаются при каждой T, поскольку зависят от E(T). После достижения $T=T_{пл}$. изменение σ повторяет ход зависимости $\sigma_{0.05}(T)$. В полуцикле нагрева с полным стеснением σ имеют наибольшую

величину при $T=T_{пл}$ (разную у монокристаллов [111], [011] и [112]), постепенно уменьшаются с ростом T и принимают наименьшее значение (почти одинаковое для всех ориентировок) при T_{max} (рис. 4б). В полуцикле охлаждения σ минимальны при $T_{пл}$ и непрерывно возрастают с понижением температуры. Отметим, что у сплава ВКНА-1В (рис. 3б) на участке $\Delta T_{пл}$ при охлаждении происходит падение напряжений. Приведенные в работе [11] результаты измерений максимальных напряжений в полуциклах испытаний ($\sigma_{сж}$ и $\sigma_{раст}$) повсеместно меньше всех значений σ , приведенных в табл.1. Полагаем, что тому причиной является неравномерность T образцов по сечению в ходе ее изменения. Вероятно, та же причина заложена в известной зависимости N от длительности термического цикла Δt . Поэтому изучение зависимости максимальных напряжений ($\sigma_{сж}$ и $\sigma_{раст}$), особенно при нагреве, от скорости изменения T в полуциклах могло бы не только прояснить вопрос, но многое сказать о ТЦ -испытаниях на сплошных образцах при скоростях нагрева, которые обычно применяют ($\sim 100^0C/сек$).

Ю.Ф. Баландин [12] справедливо замечает, что «определенная величина напряжений, которой можно было бы характеризовать процесс термической усталости, отсутствует. ... Более стабильной характеристикой цикла является деформация. ... Пластическая составляющая стесненной деформации имеет особое значение для термической усталости». При этом следует добавить, что значение имеет не только величина пластической деформации, но и динамика развития деформации в полуциклах испытаний, которую следует непременно принимать в расчет.

Выводы:

Термическую усталость, как процесс растянутого во времени, задержанного разрушения, характеризуют многие параметры, связанные с физико-механическими свойствами исследуемого материала.

Пластическая деформация, как причина необратимых структурных изменений, важнейший среди них. Однако необоснованно строить только на

нем прогнозирование долговечности. Необходимо установить ее участие в процессе разрушения совместно с другими параметрами. Для этого должен быть инструмент оценки их вкладов. ТЦ-карты совмещающие деформационные свойства материала и условия протекания эксперимента, существенно облегчают решение задачи. ТЦ-карты являются не только инструментом анализа результатов, но и средством прогнозирования развития деформации в планируемом испытании, которое станет в итоге экспериментальным исследованием.

Таблица 2

Характеристики образцов в испытаниях монокристаллов сплава ЖС6Ф [18] и значения ориентационного фактора (фактор Шмида) систем скольжения

№ обр-ца	$\Delta\varepsilon$ %	Ориентац. оси [HKL]	Угол откл. от [HKL]	Долговечность N	(-111) (критич.)			(111) (первичн.)			(1-11) (поперчн.)			(-1-11) (сопряж.)		
					110	0-11	101	1-10	0-11	-101	110	011	-101	-110	011	101
<001>					0	0.409	0.409	0	0.409	0.409	0	0.409	0.409	0	0.409	0.409
4	1.0	001	0.1	4314	0	0.409	0.409	0	0.409	0.409	0	0.409	0.409	0	0.409	0.409
5	1.0		2.1	5073	0	0.417	0.418	0.021	0.397	0.419	0	0.397	0.396	0.021	0.418	0.397
8	1.3		3.1	1922	0.001	0.421	0.422	0.031	0.392	0.423	0.001	0.391	0.390	0.031	0.422	0.391
9	1.3		3.1	1170	0.001	0.421	0.422	0.031	0.392	0.423	0.001	0.391	0.390	0.031	0.422	0.391
<111>					0	0	0	0.272	0	0.272	0	0.272	0.272	0.272	0.272	0
6	1.0	111	5.6	5540	0.09	0.078	0.088	0.291	0.03	0.322	0.002	0.204	0.201	0.28	0.312	0.033
7	1.0		8.0	5472	0.086	0.015	0.102	0.335	0.007	0.342	0.023	0.234	0.21	0.226	0.256	0.03
10	1.3		5.4	1323	0.09	0.078	0.088	0.291	0.03	0.322	0.002	0.204	0.201	0.28	0.312	0.033
11	1.3		5.4	1151	0.09	0.078	0.088	0.291	0.03	0.322	0.002	0.204	0.201	0.28	0.312	0.033
<011>					0.409	0	0.409	0.409	0	0.409	0	0	0	0	0	0
20	1.0	011	8.0	3162	0.336	0.039	0.375	0.415	0.032	0.447	0.015	0.04	0.025	0.064	0.111	0.048
21	1.0		3.0	2888	0.384	0.016	0.4	0.413	0.015	0.428	0.006	0.013	0.007	0.023	0.043	0.021
23	1.3		4.0	1033	0.37	0.045	0.415	0.397	0.042	0.439	0.008	0.018	0.01	0.035	0.069	0.034
<112>					0	0.269	0.269	0.269	0.137	0.406	0	0	0	0.269	0.406	0.137
18	1.0	112	7.0	11166	0.016	0.196	0.212	0.394	0.091	0.385	0.002	0.082	0.081	0.276	0.369	0.093
19	1.0		7.0	2079	0.016	0.196	0.212	0.394	0.091	0.385	0.002	0.082	0.081	0.276	0.369	0.093
22	1.3		8.0	1057	0.041	0.148	0.189	0.311	0.069	0.38	0.006	0.122	0.116	0.264	0.339	0.075

Литература

1. Дульнев Р.А., Котов П.И. Термическая усталость металлов. М.Машиностроение, 1980, 200 с.
2. Третьяченко Г.Н., Карпинос Б.С., Барило В.Г. Разрушение материалов при циклических нагревах. 1993, Киев, Наукова думка, 288 с.
3. Coffin L.F., Schenectady N.Y. A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stresses on Ductile Metal. Trans. ASME, 1954, v.76, №6, p. 931–950.
4. Серенсен С.В., Котов П.И. Об оценке сопротивления термической усталости по методу варьируемой жесткости нагружения. Зав. Лаб., 1962, №10, С.1233–1238.
5. Тихомирова Е.А, Азизов Т.Н., Сидохин Ф.А., Сидохин Е.Ф. Патент на полезную модель 138634 РФ, Устройство для испытания сопротивления материалов термической усталости. //БИ. 2014. №8. (опубл.20.03.2014).
6. Тихомирова Е.А., Азизов Т.Н., Сидохин Ф.А., Сидохин Е.Ф. О термоциклических испытаниях по методу варьируемой жесткости нагружения. Материаловедение, 2014, №7, С. 13–16.
7. Котов П.И., Гусенков А.П., Вашунин А.И. Метод оценки сопротивления термической усталости жаропрочных сплавов. Зав. Лаб., 1978, т.43, №7, С. 862–867.
8. Сидохин Е.Ф., Азизов Т.Н., Тихомирова Е.А. Термоциклические испытания монокристалльных образцов. Зав. Лаб., 2013, т.79, №2, с.59-62.
9. Голубовский Е.Р., Бычков Н.Г., Хамидуллин А.Ш., Базылева О.А. Экспериментальная оценка кристаллографической анизотропии термической усталости монокристаллов сплава на основе Ni₃Al для высокотемпературных деталей АГТД. Вестник двигателестроения, 2011, №2. С. 244–248.
10. Тихомирова Е.А., Сидохин Е.Ф. ТЦ-карты – инструмент исследования термической усталости материалов в термоциклических испытаниях. Материаловедение, 2015 в печати.

11. Дульнев Р.А., Светлов И.Л., Бычков Н.Г., Рыбина Т.В., Н.Н. Суханов Н.Н., Гордеева Т.А., Доброхвалова Е.Н., Епишин А.И., Кривко А.И., Назарова М.П.. Ориентационная зависимость термической усталости монокристаллов никелевого сплава. Пробл.прочности, 1988, №11, с.3-9.

12. Баландин Ю.Ф. Термическая усталость металлов в судовом энергомашиностроении. Изд., Судостроение, 1967, 272 с.

13. Стейн Д. Микродеформации с точки зрения динамики дислокаций. Сб. Микропластичность, М.: Металлургия, 1972, С.117–129.

14. Дульнев Р.А., Бычков Н.Г., Джамай В.В. Накопление повреждений и критерии термической прочности материалов и лопаток авиационных ГТД. В Кн.: Материалы Всесоюзного симпозиума по малоцикловой усталости при повышенных температурах. Челябинск; ЧПИЮ 1974, в.2, С.17–38.

15. Светлов И.Л., Суханов Н.Н., Кривко А.И., Рощина И.Н., Хацинская И.М., Самойлов А.И. Температурно-ориентационная зависимость характеристик кратковременной прочности, модуля Юнга и коэффициента линейного расширения монокристаллов сплава ЖС6Ф. Проблемы прочности, 1987, №1, С.51–56.

16. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., В.Н.Толораия, Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М., Машиностроение, 1997, 334 с.

Системные требования: Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб; Загл. с экрана.

Использованное программное обеспечение: Microsoft Office Word 2010

Статьи представлены в авторской редакции

За содержание статьи, точность приведенных фактов и цитирование
несут ответственность авторы публикаций

Объем издания: 10 Мб.

Тираж 100 экз.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»,
Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»
ГНЦ РФ)

Изд-во ФГУП «ВИАМ»

admin@viam.ru