

УДК 669.017.165:669.245

О.А. Базылева<sup>1</sup>, Э.Г. Аргинбаева<sup>1</sup>, А.В. Шестаков<sup>1</sup>, Е.В. Колядов<sup>1</sup>

## СТРУКТУРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-1-1

*Рассмотрено влияние технологических параметров направленной кристаллизации (скорости и температурного градиента кристаллизации) на микроструктуру, структурно-фазовые показатели (периоды кристаллических решеток  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -фаз, их размерное несоответствие) и механические свойства интерметаллидных сплавов на основе никеля серии ВИН.*

**Ключевые слова:** интерметаллид  $Ni_3Al$ , направленная кристаллизация, монокристалл, температурный градиент кристаллизации, скорость кристаллизации, структура, период кристаллической решетки, мисфит, жаропрочность.

*The investigations of directional solidification parameters (rate and temperature gradient of crystallization) on microstructure, structural and phase parameters (lattices parameters of  $\gamma'$ - and  $\gamma$ -phases, misfit) and mechanical properties of intermetallic VIN alloys based on nickel were considered.*

**Keywords:** intermetallic  $Ni_3Al$ , directional solidification, a single crystal, the temperature gradient crystallization, rate of crystallization, the structure, lattice parameter, lattice misfit, temperature strength.

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

### Введение

Известно, что монокристаллическая структура обеспечивает максимальные значения прочностных характеристик жаропрочных литейных сплавов. В настоящее время изготовление монокристаллических полуфабрикатов осуществляют с помощью метода отливки с жидкометаллическим охладителем (Liquid Metal Cooling). В опытно-промышленном производстве ВИАМ имеются установки для литья жаропрочных сплавов с различными значениями температурного градиента кристаллизации ( $G$ ): серийная УВНК-9А с  $G=60-80^\circ\text{C}/\text{см}$  и опытно-промышленная УВНС-5 с  $G=150-180^\circ\text{C}/\text{см}$  [1–5].

Достаточно полно изучено влияние температурно-временных параметров кристаллизации жаропрочных сплавов, в том числе интерметаллидных, на показатели макроструктуры (междендритное расстояние, микропористость) и эксплуатационные характеристики. При этом данных о возможном воздействии технологических параметров литья монокристаллов интерметаллидных сплавов на основе никеля на их структурно-фазовые параметры нет [6–12].

В работе проведена оценка структуры (в том числе тонкой) жаропрочных интерметаллидных сплавов, отлитых по различным технологическим режимам.

### Материалы и методы

Объектом исследования являлись близкие по фазовому составу образцы интерметаллидных сплавов с монокристаллической структурой кристаллографической ориентации (КГО) [001] ВИН1 и ВИН4 [10].

Вакуумным индукционным методом выплавляли прутковые (шихтовые) заготовки из интерметаллидных сплавов [13, 14].

Литье монокристаллов жаропрочных интерметаллидных сплавов осуществляли методом ЛМС (Liquid Metal Cooling) на промышленной установке УВНК-9А с градиентом кристаллизации  $G=60-80^\circ\text{C}/\text{см}$  и опытно-промышленной установке УВНС-5 с  $G=150-180^\circ\text{C}/\text{см}$  [1-5].

Микроструктурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе JSM-840.

Определение структурно-фазовых параметров интерметаллидного сплава проводили дифрактометрическим методом на установке ДРОН-3М с использованием компьютерной программы Outset и применением формулы Вульфа–Брэгга. Размерное несоответствие кристаллических решеток  $\gamma$  и  $\gamma'$ -фаз (мисфит) рассчитывали по формуле:

$$\Delta=(a_\gamma-a_{\gamma'})/a_\gamma, \quad (1)$$

где  $a_\gamma$  – период решетки  $\gamma$ -фазы,  $a_{\gamma'}$  – период решетки  $\gamma'$ -фазы [7, 15, 16].

Испытания при растяжении с определением пределов прочности и текучести проводили по ГОСТ 1497 и ГОСТ 9651, на длительную прочность – по ГОСТ 10145.

### Результаты

Исследование влияния скорости кристаллизации на структуру при отливке интерметаллидных сплавов проведено на сплаве ВИН1.

Микроструктура монокристаллических отливок с КГО [111] из интерметаллидного никелевого сплава ВИН1 приведена на рис. 1

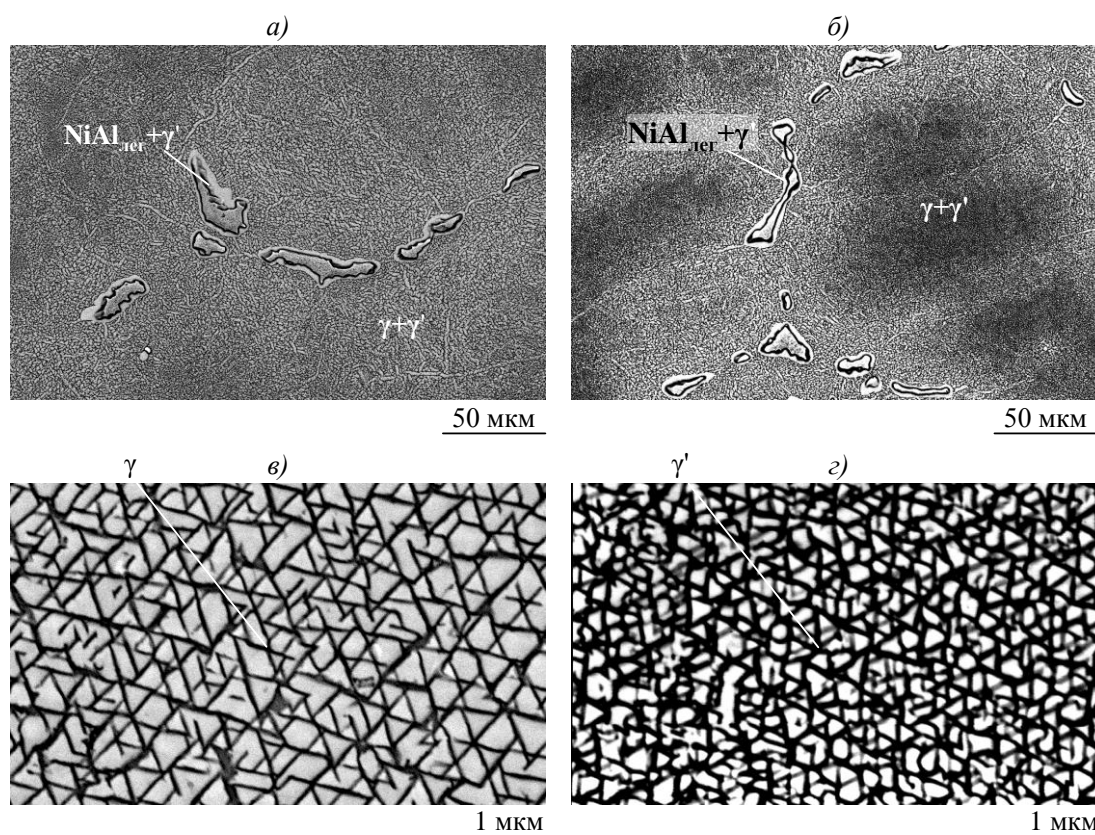


Рис. 1. Микроструктуры ( $a, б - \times 500$ ;  $в, з - \times 10000$ ) монокристаллов интерметаллидного сплава ВИН1 с КГО [111], отлитых при скорости кристаллизации 5 ( $a, в$ ) и 20 мм/мин ( $б, з$ )

Установлено, что качественно состав интерметаллидного сплава не меняется: в осях дендритов расположены  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фазы, между осями дендритов на  $\gamma'$ -фазе, окруженной  $\gamma$ -фазой, – находится легированная  $\beta$ -фаза ( $\text{NiAl}_{\text{лег}}$ ). Установлено, что скорость кристаллизации влияет на размер структурных составляющих: с ее увеличением происходит измельчение частиц, расположенных в осях дендритов, состоящих из  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз, и выделений ( $\gamma'+\beta$ ) в междендритных областях.

Рентгеноструктурным анализом определены периоды решеток  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз, величина мисфита  $\Delta$ , а также количество фаз в сплаве ВИН1, отлитого с градиентом кристаллизации  $G=150\text{--}180^\circ\text{C}/\text{см}$  и скоростью ( $V_{\text{кр}}$ ) от 2 до 20 мм/мин. Результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты рентгеноструктурного анализа сплава ВИН1 (при  $G=150\text{--}180^\circ\text{C}/\text{см}$ )

Скорость кристаллизации $V_{\text{кр}}$ , мм/мин	Периоды кристаллических решеток, нм		Мисфит $\Delta$ , %	Количество фаз, % (объемн.)	
	$a_\gamma$	$a_{\gamma'}$		$V_\gamma$	$V_{\gamma'}$
2	0,3601	0,3576	0,70	11,2	88,8
5	0,359	0,3576	0,39	24,0	76,0
8	3,5728	3,5818	0,25	34	66
10	3,5737	3,5792	0,15	38,1	61,9
20	0,358	0,3576	0,12	47,9	52,1

Показано, что с увеличением скорости направленной кристаллизации скорость распада  $\gamma$ -фазы с выделением  $\gamma'$ -фазы уменьшается, при этом количество  $\gamma$ -фазы возрастает с 11,2 до 48%, значение мисфита  $\Delta$  снижается с 0,7 до 0,1%.

Полученные данные (табл. 1) представлены в виде графиков зависимости объемной доли фаз и мисфита от скорости кристаллизации отливок интерметаллидного сплава (рис. 2).

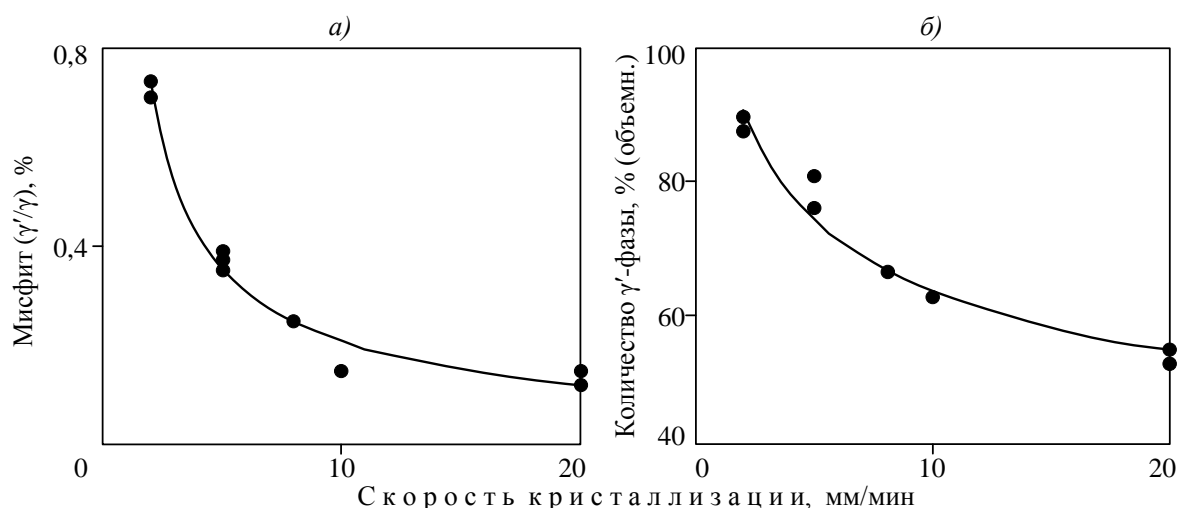


Рис. 2. Зависимость величины мисфита (а) и количества  $\gamma'$ -фазы (б) от скорости направленной кристаллизации интерметаллидного сплава ВИН1

Направленная кристаллизация сплава со скоростью 2 мм/мин является нецелесообразной, так как может способствовать образованию поверхностных дефектов в виде полос струйной ликвации, она также неэкономична при литье полуфабрикатов [10, 17]. Скорость кристаллизации 5 мм/мин позволяет получить в интерметаллидном

сплаве количество  $\gamma'$ -фазы  $\sim 80\%$  (объемн.), тогда как при 20 мм/мин содержание  $\gamma'$ -фазы составляет 50–60% (объемн.), что может негативно сказаться на значениях высокотемпературной длительной прочности.

Для обеспечения уровня объемной доли  $\gamma'$ -фазы (рис. 2), соответствующего интерметаллидным сплавам на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , необходимо придерживаться скорости кристаллизации, равной 5–10 мм/мин.

Влияние температурного градиента кристаллизации на структурно-фазовые параметры рассмотрено на интерметаллидном сплаве ВИН4.

Проведен микроструктурный анализ монокристаллических заготовок интерметаллидного никелевого сплава ВИН4 после направленной кристаллизации с различными температурными градиентами кристаллизации (рис. 3 и 4).

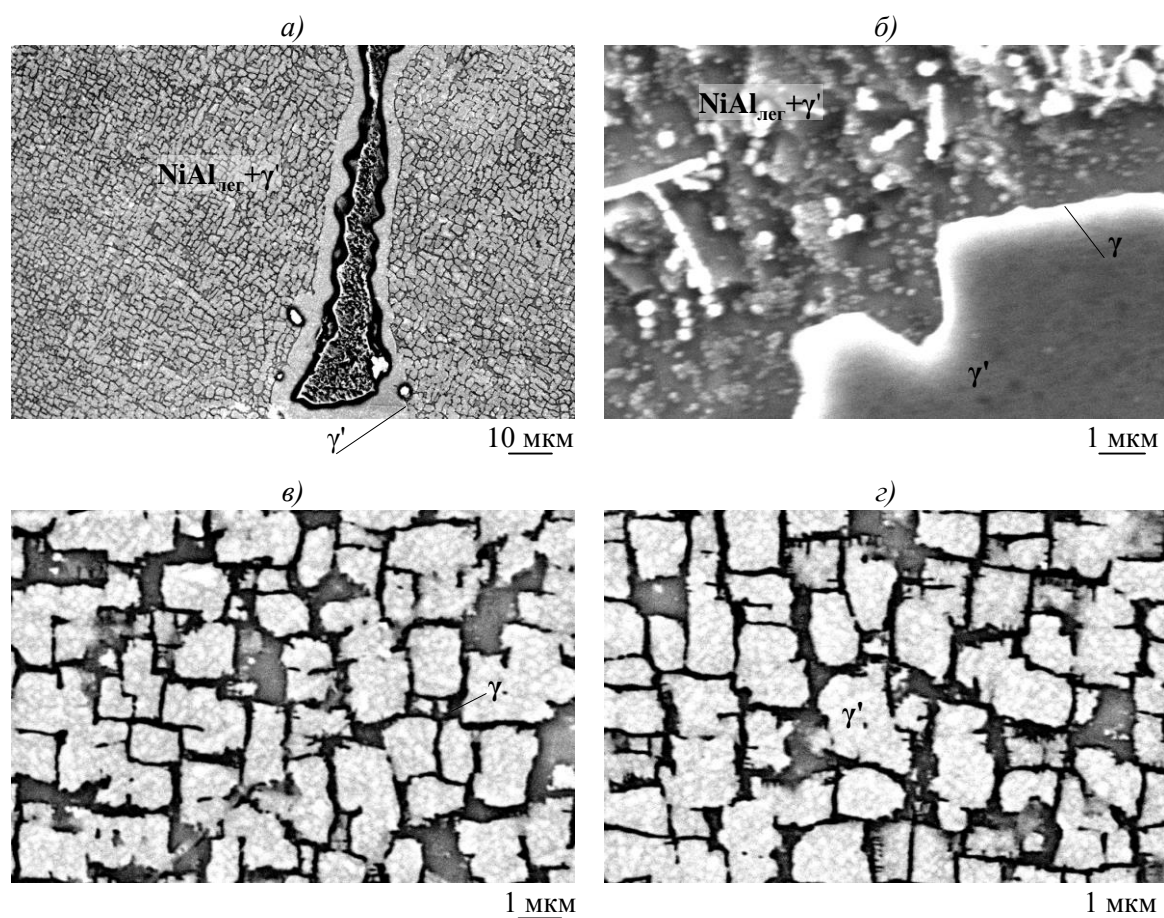


Рис. 3. Микроструктура ( $a - \times 1000$ ;  $b, c, d - \times 10000$ ) интерметаллидного монокристаллического никелевого сплава с КГО [001], полученного методом направленной кристаллизации с температурным градиентом кристаллизации  $G=60-80^\circ\text{C}/\text{см}$ :  $a - \beta$ -фаза ( $\text{NiAl}_{\text{пер}} + \gamma$ ) в межзональном пространстве;  $b -$  ультрамелкие частицы  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фазы в  $(\gamma + \beta)$ -области;  $c -$  морфология  $\gamma$ -фазы в осях дендритов;  $d -$  морфология  $\gamma'$ -фазы в междендритной области

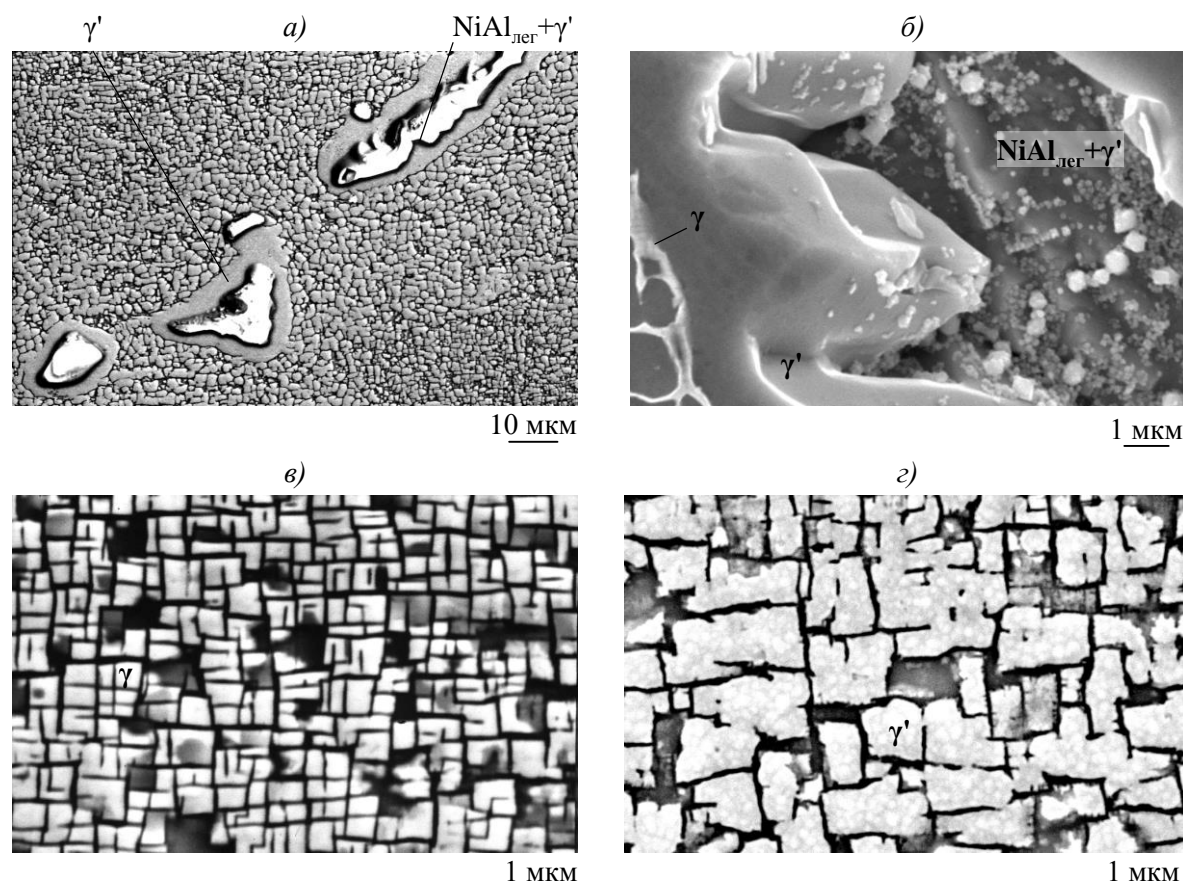


Рис. 4. Микроструктура (*a* –  $\times 1000$ ; *б*, *в*, *г* –  $\times 10000$ ) интерметаллидного монокристаллического никелевого сплава с КГО [001], полученного методом направленной кристаллизации с температурным градиентом кристаллизации  $G=150-180^\circ\text{C}/\text{см}$ : *a* –  $\beta$ -фаза ( $\text{NiAl}_{\text{лег}}$ ) в межосном пространстве; *б* – ультрамелкие частицы  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фазы в  $(\gamma'+\beta)$ -области; *в* – морфология  $\gamma'$ -фазы в осях дендритов; *г* – морфология  $\gamma'$ -фазы в междендритной области

Микроструктура интерметаллидного сплава, полученного методом направленной кристаллизации с температурными градиентами кристаллизации ( $G$ )  $60-80$  и  $150-180^\circ\text{C}/\text{см}$ , представлена  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фазами, кроме того, в межосном пространстве расположены  $\gamma'$ - и  $\beta$ -фазы.

Размеры выделившихся фаз в междендритных областях идентичны. В монокристаллических отливках сплава, полученных при кристаллизации с температурным градиентом  $G=150-180^\circ\text{C}/\text{см}$ ,  $\gamma'$ -фаза в осях дендритов имеет более регулярный характер, происходит фасетирование, выделения дисперсные, размеры куба, характерные для КГО [001], меньше и форма четче очерчена (рис. 3 и 4).

Рентгеноструктурным методом установлено, что для монокристаллов, отлитых с температурными градиентами кристаллизации  $60-80$  и  $150-180^\circ\text{C}/\text{см}$ , значения периодов кристаллических решеток  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз, их количество, а также величина мисфита находятся на одном уровне (табл. 2).

Таблица 2

## Результаты рентгеноструктурного анализа сплава ВИН4

Температурный градиент кристаллизации $G$ , °C/см	Периоды кристаллических решеток, нм		Мисфит $\Delta$ , %	Количество фаз, % (объемн.)	
	$a_{\gamma}$	$a_{\gamma'}$		$V_{\gamma}$	$V_{\gamma'}$
60–80	0,3594	0,3581	0,37	19,9	80,1
150–180	0,3590	0,3576	0,39	24,0	76,0

Для объяснения результатов рентгеноструктурного анализа обратимся к формуле (2) [18]:

$$V_{\text{охл}} = G \cdot V_{\text{кр}}, \quad (2)$$

где  $V_{\text{охл}}$  – скорость охлаждения, °C/с;  $G$  – температурный градиент кристаллизации, °C/см;  $V_{\text{кр}}$  – скорость кристаллизации, мм/мин.

При исследовании влияния скорости кристаллизации на структуру интерметаллидного сплава значение градиента кристаллизации ( $G$ ) было постоянным, т. е. изменение скорости охлаждения было прямо пропорционально скорости кристаллизации и варьировалось:  $V_{\text{охл}}$  от 0,5 (при  $V_{\text{кр}}=2$  мм/мин) до 5°С/с (при  $V_{\text{кр}}=20$  мм/мин). При выбранной скорости кристаллизации, равной 5–10 мм/мин, скорость охлаждения составляет ~1°С/с. При переходе от метода литья с градиентом кристаллизации 150–180°С/см к методу с  $G=60$ –80°С/см несколько менялась и скорость кристаллизации (скорость охлаждения при этом составляет 0,5–1,5°С/с). При определенном соотношении температурного градиента и скорости кристаллизации скорость охлаждения находится на одном уровне и составляет ~1°С/с.

Монокристаллические образцы интерметаллидного сплава ВИН4, полученные обоими методами, прошли статические испытания при растяжении при температурах 20 и 1200°С и на длительную прочность при температурах 900, 1100 и 1200°С (рис. 5 и 6). Видно, что монокристаллический интерметаллидный сплав марки ВИН4 с КГО [001], полученный при кристаллизации с температурным градиентом  $G=150$ –180°С/см, благодаря более дисперсной структуре в осях дендритов имеет значения пределов прочности при температуре 20°С и длительной прочности при температурах 900 и 1100°С выше, чем на образцах, отлитых с  $G=60$ –80°С/см (рис. 5 и 6). Подобные результаты были получены при исследовании интерметаллидного сплава ВКНА-1В [9].

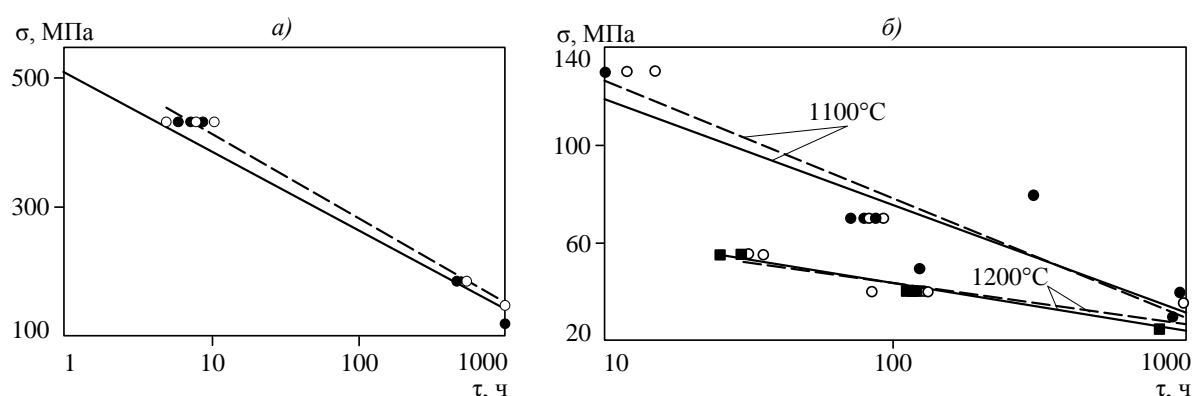


Рис. 5. Сравнительные результаты испытаний на длительную прочность интерметаллидного сплава с КГО [001] при температурах 900 (а), 1100 и 1200°С (б) после направленной кристаллизации с температурными градиентами кристаллизации 60–80 (---) и 150–180°С/см (—)

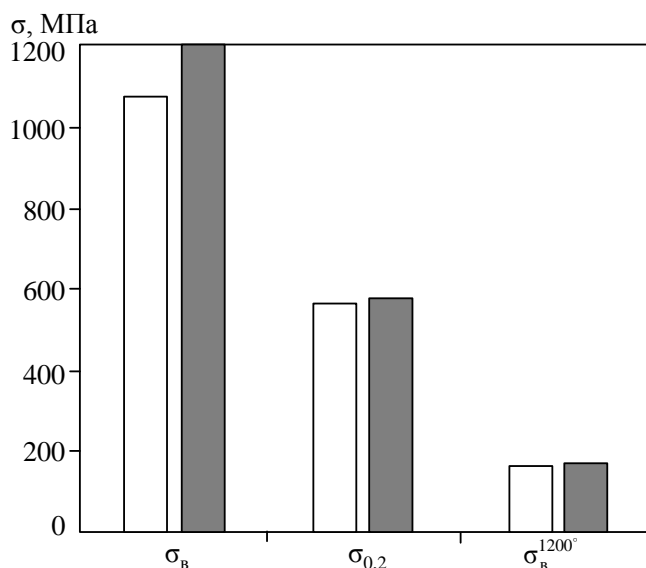


Рис. 6. Механические свойства (средние значения) интерметаллидного монокристаллического сплава после направленной кристаллизации с температурными градиентами кристаллизации 60–80 (□) и 150–180°С/см (■)

При этом в результатах испытаний на длительную прочность при температуре 1200°С различия отсутствуют. Вероятно, это можно объяснить увеличением интенсивности диффузионных процессов на межфазных границах при высоких температурах.

### Обсуждение и заключения

Исследовано влияние технологических параметров направленной кристаллизации (скорости и температурного градиента кристаллизации) на микроструктуру, структурно-фазовые показатели и механические свойства интерметаллидного сплава на основе никеля.

Установлено, что отливка сплава методом направленной кристаллизации с градиентом кристаллизации  $G=60\text{--}80^\circ\text{C}/\text{см}$  также, как и с  $G=150\text{--}180^\circ\text{C}/\text{см}$ , позволяет сформировать структурно-фазовое состояние интерметаллидного никелевого сплава, обеспечивающее высокий уровень механических свойств (предела прочности при 20 и 1200°С и длительной прочности при 1200°С).

Показано, что для монокристаллов, отлитых с температурными градиентами кристаллизации 60–80 и 150–180°С/см, значения мисфита, периодов кристаллических решеток  $\gamma$  и  $\gamma'$ -фаз, их количество находятся на одном уровне.

При литье полуфабрикатов с монокристаллической структурой методом направленной кристаллизации особое внимание следует уделять скорости охлаждения металла, как инструменту формирования структурно-фазового состояния сплава, обеспечивающего высокий уровень эксплуатационных свойств.

### Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова А.А. Дроздову и К.Б. Поваровой, а также сотрудников ВИАМ В.В. Герасимову, А.Б. Ечину, Р.М. Назаркину, Ю.А. Бондаренко, В.Г. Колодочкиной за активное участие в работе.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты №13-03-12133 офи\_м, №13-03-00200).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Строганов Г.Б., Логунов А.В., Герасимов В.В. и др. Высокоскоростная направленная кристаллизация //Литейное производство. 1983. №12. С. 20–22.
2. Герасимов В.В., Висик Е.М. Технологические аспекты литья деталей горячего тракта ГТД из интерметаллидных никелевых сплавов типа ВКНА с монокристаллической структурой //Литейщик России. 2012. №2. С. 19–23.
3. Каблов Е.Н., Герасимов В.В., Висик Е.М., Демонис И.М. Роль направленной кристаллизации в ресурсосберегающей технологии производства деталей ГТД //Труды ВИАМ. 2013. №3. Ст. 01 (viam-works.ru).
4. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных сплавов с монокристаллической и композиционной структурой //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 3–8.
5. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. Новая промышленная высокоградиентная установка УВНС-6 для получения лопаток и других деталей ГТД из литейных жаропрочных и интерметаллидных сплавов с монокристаллической структурой //Авиационные материалы и технологии. 2014. №4. С. 31–36.
6. Петрушин Н.В., Игнатова И.А., Логунов А.В., Самойлов А.И., Разумовский И.М. Исследование влияния размерного несоответствия периодов решеток  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз на характеристики жаропрочности дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов //Металлы. 1981. №6. С. 153–159.
7. Назаркин Р.М. Рентгеновский анализ сплавов на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  /В сб. докладов VI Всероссийской ежегодной конф. молодых науч. сотрудников и аспирантов. М.: ИМЕТ РАН. 2009. С. 59–62.
8. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. 57–60.
9. Поварова К.Б., Базылева О.А., Дроздов А.А., Казанская Н.К., Морозов А.Е., Самсонова М.А. Конструкционные жаропрочные сплавы на основе  $Ni_3Al$ : получение, структура и свойства //Материаловедение. 2011. №4. С. 39–48.
10. Поварова К.Б., Дроздов А.А., Бондаренко Ю.А., Базылева О.А., Булахтина М.А., Морозов А.Е., Антонова А.В. Влияние направленной кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплава на основе  $Ni_3Al$ , легированного W, Mo, Cr и PЗЭ //Металлы. 2014. №4. С. 35–41.
11. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Поварова К.Б., Базылева О.А., Морозова Г.И., Казанская Н.К. Малолегированные легкие жаропрочные высокотемпературные материалы на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  //Металлы. 1999. №1. С. 58–65.
12. Бунтушкин В.П., Каблов Е.Н., Базылева О.А., Морозова Г.И. Сплавы на основе алюминидов никеля //МиТОМ. 1999. №1. С. 32–34.
13. Горюнов А.В., Ригин В.Е. Современная технология получения литейных жаропрочных никелевых сплавов //Авиационные материалы и технологии. 2014. №2. С. 3–7.
14. 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. №S. С. 97–105.
15. Самойлов А.И., Назаркин Р.М., Моисеева Н.С. Определение мисфита во фрагментированных монокристаллах никелевых жаропрочных сплавах //Труды ВИАМ. 2013. №5. Ст. 02 (viam-works.ru).
16. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. и др. Размерное несоответствие кристаллических решеток  $\gamma$  и  $\gamma'$ -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах /В сб. Авиационные материалы и технологии. Вып. «Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД». М.: ВИАМ. 2004. С. 48–57.
17. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия /Под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука. 2006. 632 с.
18. Гранкин С.С., Свердлов В.Я. Исследование градиента температуры на фронте кристаллизации монокристаллических Ni–W-сплавов //Вопросы атомной науки и техники. Сер. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. 2008. Т. 17. №1. С. 162–165.