

УДК 669.017.165

*О.А. Базылева¹, М.В. Унчикова², Е.Ю. Туренко¹, В.В. Багетов², А.В. Шестаков¹***ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ, ПАРАМЕТРЫ ДЕНДРИТНОЙ ЛИКВАЦИИ И ВРЕМЯ ДО РАЗРУШЕНИЯ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО РЕНИЙСОДЕРЖАЩЕГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ Ni₃Al**

DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-4-4

Исследовано влияние высокотемпературного отжига на микроструктуру, параметры дендритной ликвации и время до разрушения интерметаллидного ренийсодержащего сплава ВИН1 (VKNA-25). Показано, что микроструктурные изменения и снижение ликвационной неоднородности повышают время до разрушения интерметаллидного сплава на основе соединения Ni₃Al. Разработана регрессионная модель, связывающая время до разрушения с технологическими параметрами термической обработки. Установлена сходимость регрессионной модели с экспериментальными данными, полученными при длительных статических испытаниях монокристаллических образцов сплава с кристаллографической ориентацией <111> при температуре 1100°C, отклонение от экспериментальных данных составило <1,5%.

Ключевые слова: интерметаллид, соединение Ni₃Al, монокристалл, жаропрочность, микроструктура, кристаллографическая ориентация, время до разрушения, ликвационная неоднородность, высокотемпературный отжиг.

The influence of high temperature annealing on the microstructure, dendritic liquation parameters and time to failure of intermetallic Re-containing alloy VIN1 (VKNA-25) is investigated. It is shown that reduction of liquation due to annealing leads to rise of time to failure of Ni₃Al-based intermetallic alloy. By regression analysis the correlation between time to failure and parameters of annealing is fixed. The convergence of the regression model and experimental data is <1,5%.

Keywords: intermetallic, Ni₃Al compound, single crystal, long-term strength, microstructure, crystallographic orientation, time to failure, liquation, high temperature annealing.

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

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана [Bauman Moscow State Technical University]; e-mail: bauman@bmstu.ru

Введение

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 7.3. «Создание интерметаллидных никелевых сплавов и композиционных материалов на их основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Стремление к созданию высокотемпературных конструкционных материалов с высокими показателями жаропрочности привело к необходимости легирования интерметаллидных композиций упорядоченного соединения Ni₃Al рением с целью снижения диффузионных процессов при рабочих температурах $>0,8T_{пл}$ [2, 3]. Известно [4], что рений растворяется только в γ -фазе, которая занимает ~10% (объемн.) осей дендритов,

и создает ликвационную неоднородность химического состава [5, 6]. Следовательно, для снижения и/или устранения ликвации необходимо проведение гомогенизирующего отжига [7–11].

В данной статье представлено исследование влияния высокотемпературного отжига на микроструктуру, параметры дендритной ликвации и время до разрушения интерметаллидного ренийсодержащего сплава ВИН1 (ВКНА-25) и показан метод снижения трудоемкости проведения эксперимента путем разработки регрессионной модели, связывающей прочностные параметры с технологическими.

Материалы и методы

Объект исследования – интерметаллидный сплав на основе соединения Ni_3Al с монокристаллической структурой кристаллографической ориентации (КГО) [111]. Требования к шихтовым материалам по газам и примесям, очередность их загрузки, а также проведение процесса плавки соответствовали специально разработанной технологии, обеспечивающей изготовление высококачественной прутковой (шихтовой) заготовки [12, 13].

Образцы для исследований с монокристаллической структурой заданной КГО состава, % (по массе): $Ni_3Al-4,5Co-5,8Cr-5,0Mo-3,0W-1,4Re-0,5Ti$, отливали методом направленной кристаллизации в оболочковые керамические формы с использованием $Ni-W$ -затравок [14, 15]. Для проведения термической обработки образцов использовали камерную печь VEB KS400/100. Максимальная рабочая температура печи $1350^\circ C$. Садку образцов загружали в предварительно разогретую печь, выдерживали при заданной температуре в течение заданного времени, охлаждали до $800^\circ C$ с печью, затем на воздухе. Загрузку садки в печь проводили в керамических поддонах.

Микроструктуру сплава исследовали на оптическом микроскопе Olympus GX-51 после травления в трехкислотном реактиве и на электронном растровом микроскопе Tescan Vega II LMN. Микрорентгеноструктурный анализ проводили также на растровом электронном микроскопе Tescan Vega II LMN на шлифах с зеркально полированной и протравленной поверхностью. Коэффициенты ликвации легирующих элементов рассчитывали по формуле:

$$K_{li} = C_{i,d} / C_{i,m,d}, \quad (1)$$

где K_{li} – коэффициент ликвации легирующего элемента; $C_{i,d}$ и $C_{i,m,d}$ – содержание этого элемента в осях дендритов и междендритных областях соответственно.

Испытания на длительную прочность при температуре $1100^\circ C$ с определением времени до разрушения проведены по ГОСТ 10145–81.

Выбор оптимального режима термической обработки осуществляли с помощью построения регрессионной модели при проведении полного факторного эксперимента. Параметрами оптимизации являются:

Температура, $^\circ C$	Продолжительность отжига, ч
1250	5 и 10
1270	5 и 10
1290	5 и 10.

Поскольку продолжительность отжига изменяется на двух уровнях, то для построения модели достаточно линейной зависимости. Температура отжига изменяется на трех уровнях, поэтому необходимо использовать квадратичную функцию при построении регрессионной зависимости [16]. Минимальное число опытов для факторного анализа, обеспечивающее все возможные комбинации факторов:

$$n = 3^k \cdot 2^m = 3^1 \cdot 2^1 = 6, \quad (2)$$

где k , m – соответственно количество факторов, изменяющихся на трех и двух уровнях.

Результаты и обсуждение

Анализ микроструктуры образцов в исходном (литом) состоянии и после различных режимов термической обработки показал, что у исходных образцов структура дендритно-ячеистая неравновесная, состоит из осей дендритов первого и второго порядка и междендритного пространства (рис. 1). В междендритном пространстве находятся большие включения γ'_1 -фазы, обедненные тугоплавкими легирующими элементами, сегрегирующими в оси дендритов. На подложках γ'_1 -фазы выделяются фазы с повышенным содержанием Al. При больших увеличениях видно, что оси дендритов второго порядка имеют мелкодисперсную структуру, состоящую из γ' -фазы и прослоек γ -фазы. В осях дендритов первого порядка наблюдается более высокое содержание γ' -фазы. Размер прослоек γ -фазы везде приблизительно одинаковый.

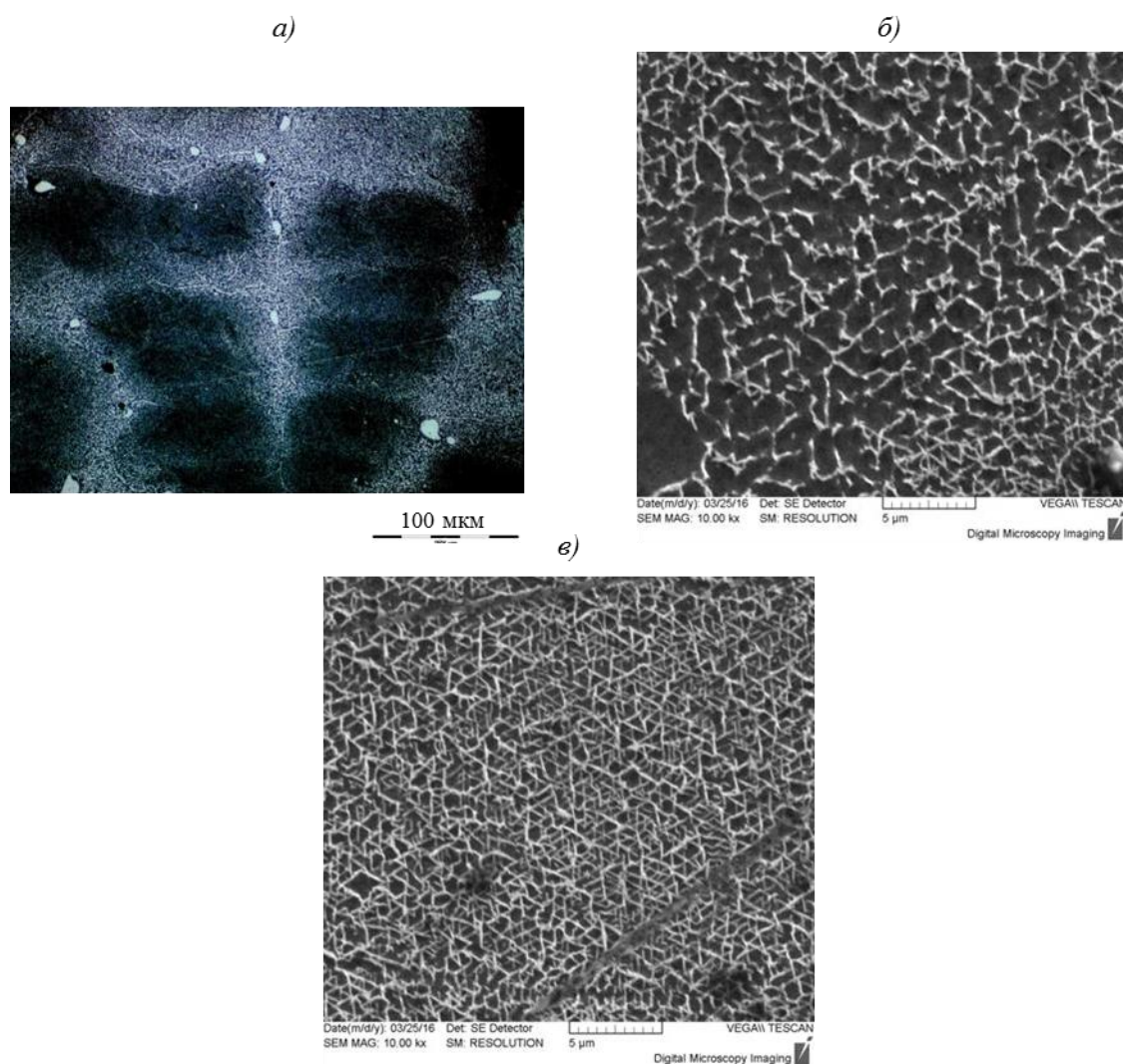


Рис. 1. Микроструктура образца в исходном (литом) состоянии:

a – общий вид дендритно-ячеистого строения; *б*, *в* – ось дендрита первого и второго порядка соответственно

После отжига при температуре 1250°C в течение 5 ч дендритная структура практически не меняется – остается неравномерной (рис. 2, *a*). Прослойки γ -фазы в осях дендритов сливаются и становятся толще, причем в осях второго порядка они шире (рис. 2, *б*, *в*). Увеличиваются размеры γ' -фазы и ее количество. Образуются наноразмерные выделения в осях дендритов как в объеме γ' -фазы, так и в прослойках γ -фазы (рис. 2).

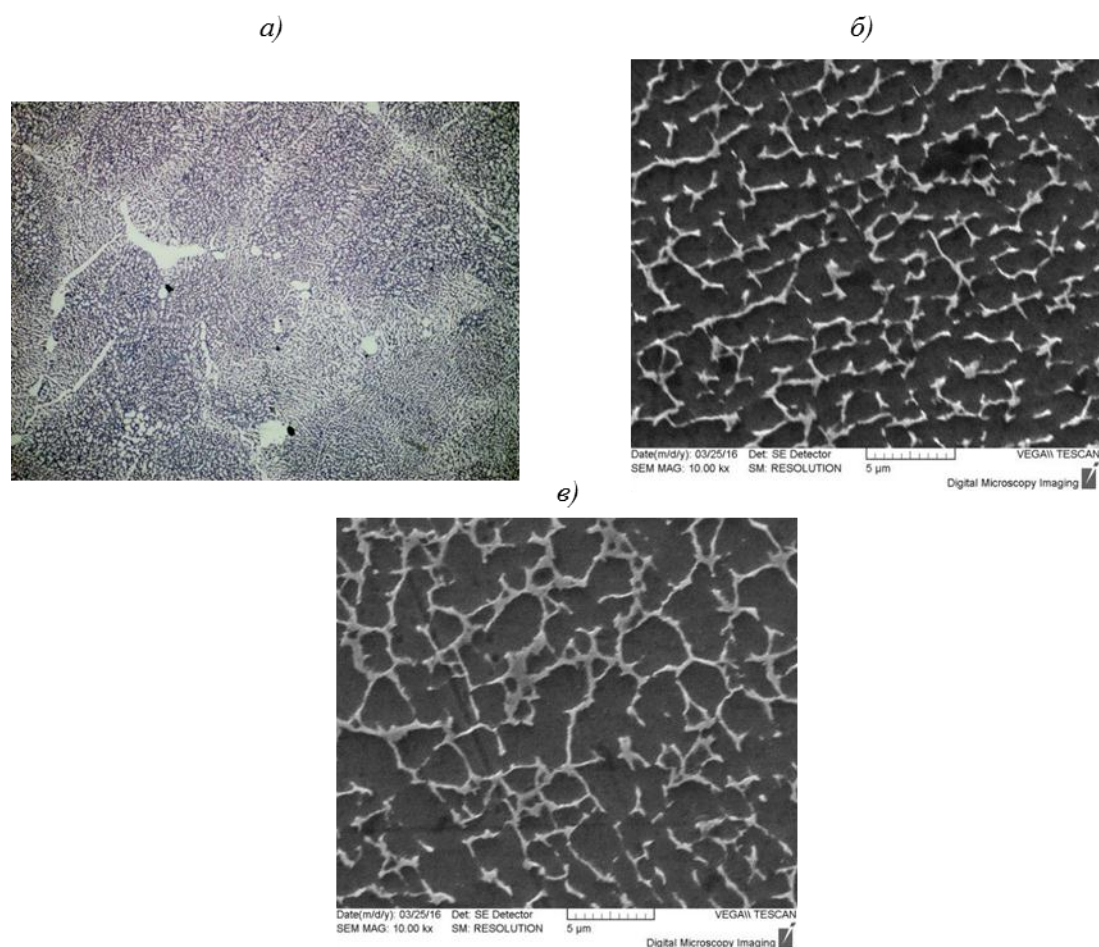


Рис. 2. Микроструктура образца в отожженном состоянии при 1250°C в течение 5 ч:
a – общий вид дендритно-ячеистого строения; *б*, *в* – ось дендрита первого и второго порядка соответственно

После термической обработки при температуре 1290°C в течение 5 ч происходит практически полное растворение осей дендритов, структура в объеме материала становится более однородной (рис. 3, *a*). В междендритном пространстве наблюдается большое количество субграниц, которые сливаются друг с другом и становятся более протяженными (рис. 3, *a*). Происходит частичное растворение прослоек γ -фазы, увеличивается содержание γ' -фазы. Образуется большее количество наноразмерных фаз типа γ' -фазы, чем при термообработке по режиму: 1250°C, 5 ч (рис. 3, *б*, *в*).

Испытания на длительную прочность с определением времени до разрушения при температуре 1100°C и напряжении 100 МПа (табл. 1) показали повышение значений времени до разрушения образцов, заготовки которых прошли термическую обработку по режимам 2–5, по сравнению с паспортными данными. Причем стабильность свойств и высокая сходимости результатов наблюдается после высокотемпературного отжига при 1290°C в течение 5 ч. По-видимому, растворение в межосных пространствах γ' -фазы, а также выделение наноразмерных частиц в обеих фазах, снижающих скорость диффузионных процессов при температуре 1100°C, приводит к положительному результату. Высокотемпературный отжиг влияет также на ликвационную неоднородность интерметаллидного сплава, снижая ее.

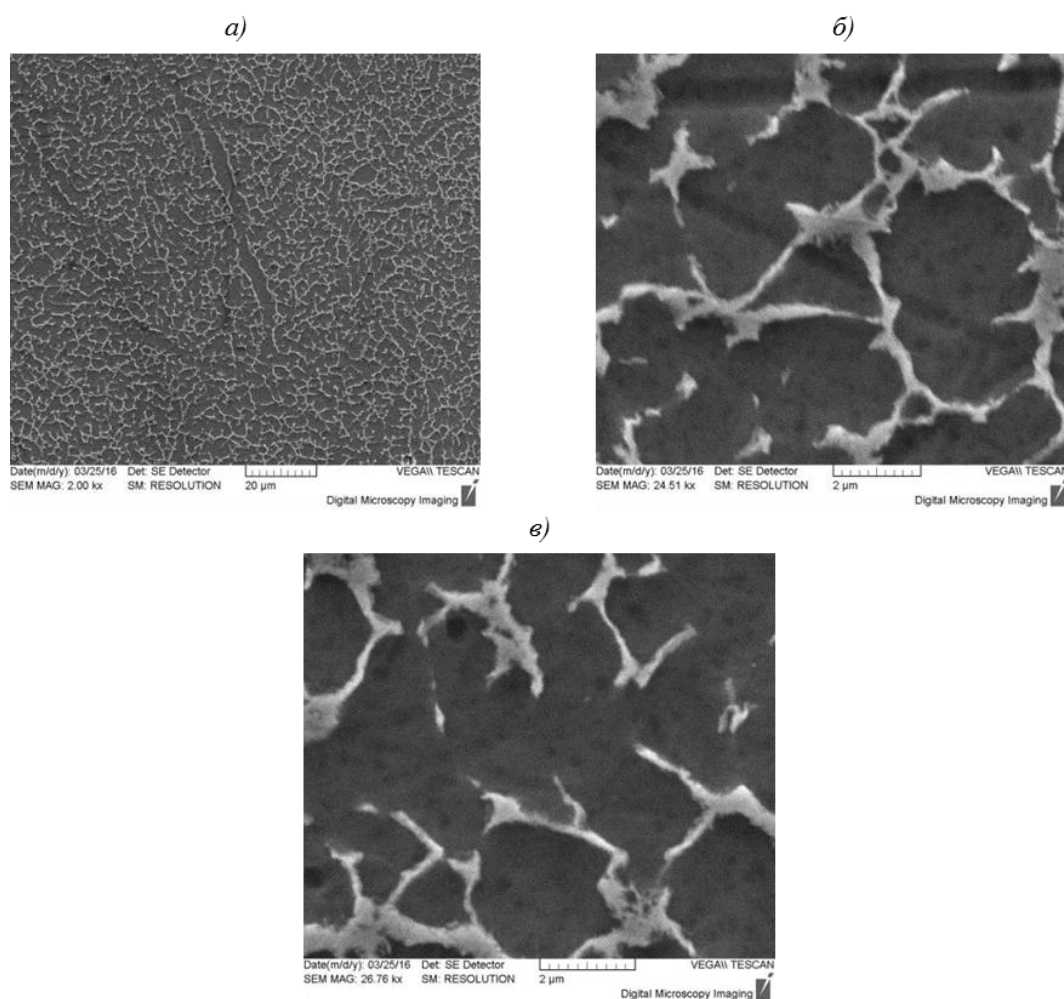


Рис. 3. Микроструктура образца в отожженном состоянии при 1290°C в течение 5 ч:
 а – общий вид; б, в – ось дендрита первого и второго порядка соответственно

Таблица 1

Результаты испытаний на длительную прочность с определением времени до разрушения при температуре 1100°C и напряжении 100 МПа

Условный номер режима	Режим термообработки	Условный номер образца	Время до разрушения τ, ч	δ, ψ		τ _{ср} , ч	δ _{ср} , %
				%			
1	1250°C, 5 ч	1	71	3,5	6,5	161	8,5
		2	148	4,5	10,5		
		3	264	17,5	21		
2	1250°C, 10 ч	4	225	17	22	204	15
		5	192	14	16,5		
		6	195	14	22,5		
3	1270°C, 5 ч	7	237	17	18	185	15,167
		8	197	15,5	21		
		9	121	13	19		
4	1270°C, 10 ч	10	202	14,5	16	226	19,333
		11	226	19	25		
		12	250	24,5	16		
5	1290°C, 5 ч	13	236	12	16	242,33	18,333
		14	256	22	22		
		15	235	21	31		
6	1290°C, 10 ч	16	132	12,5	14,5	145,33	10,833
		17	205	14	20,5		
		18	99	6	6		
Паспорт №1775				σ ₁₀₀ ¹¹⁰⁰ = 100 МПа			

Оценка изменения коэффициента ликвационной неоднородности ($K_L=C_d/C_{м.д.}$), проведенная методом количественного микрорентгеноспектрального анализа, показала (табл. 2), что в заготовках под образцы интерметаллидного сплава ВКНА-25 с монокристаллической структурой кристаллографической ориентации (КГО) [111], полученных методом ВГНК, в литом состоянии наблюдается дендритная ликвация, характерная для никелевых литейных жаропрочных сплавов [7]. Ряд элементов, таких как алюминий и титан, накапливаются в межосных пространствах, а таких как вольфрам и рений – в осях дендритов (рис. 4, а). Коэффициент ликвационной неоднородности тугоплавких элементов W и Re, имеющих меньшую диффузионную подвижность в литых образцах, значительно выше ($K_W=1,9-2,4$; $K_{Re}=3,2-3,8$), чем у остальных легирующих элементов интерметаллидного сплава. В процессе высокотемпературной термической обработки за счет диффузионных процессов дендритная ликвация уменьшается. Однако для тугоплавких элементов W и Re она остается достаточно высокой ($K_W=1,7-2,1$; $K_{Re}=1,5-1,9$), что характерно и для никелевых литейных жаропрочных сплавов (табл. 2).

Таблица 2

Локальный состав интерметаллидного сплава ВКНА-25

Режим термообработки	Участок анализа	Содержание элементов, % (по массе)/% (атомн.)								
		Al	Cr	Ti	Mo	W	Re	Co	Ni	Σ
В исходном (литом) состоянии	Центр оси дендрита первого порядка	8,34	5,29	0,66	4,24	2,25	1,32	5,05	72,85	100
		17,03	5,61	0,76	2,44	0,67	0,39	4,72	68,38	
	Центр оси дендрита второго порядка	7,39	5,00	0,43	3,94	3,39	2,22	5,58	72,05	100
		15,45	5,43	0,51	2,32	1,04	0,67	5,34	69,24	
Междендритная область	9,46	3,62	1,08	3,08	1,10	0,52	4,27	76,87	100	
	18,80	3,73	1,21	1,72	0,32	0,15	3,88	70,19		
	$K_L=C_d/C_{м.д.}^*$	0,9/0,8	1,46/1,4	0,6/0,4	1,38/1,3	2,0/3,1	2,5/4,3	1,2/1,3	–	–
1250°C, 5 ч	Центр оси дендрита первого порядка	7,65	4,99	0,42	4,68	3,69	1,92	5,47	71,18	100
		15,99	5,41	0,50	2,75	1,13	0,58	5,24	68,40	
	Центр оси дендрита второго порядка	7,90	4,98	0,56	4,11	3,49	2,0	5,19	71,77	100
		16,42	5,37	0,66	2,40	1,06	0,60	4,94	68,55	
Междендритная область	9,39	2,90	0,86	2,62	3,33	0,63	4,15	76,12	100	
	18,94	3,04	0,98	1,49	0,99	0,18	3,83	70,55		
	$K_L=C_d/C_{м.д.}$	0,8/0,84	1,7/1,7	0,5/0,65	1,8/1,57	1,1/1,05	3/3,2	1,3/1,25	–	–
1290°C, 5 ч	Центр оси дендрита первого порядка	7,61	5,27	0,69	4,49	3,71	1,91	5,05	71,27	100
		15,89	5,71	0,81	2,64	1,14	0,58	4,83	68,40	
	Центр оси дендрита второго порядка	7,70	4,98	0,61	4,35	3,70	1,70	5,15	71,81	100
		16,04	5,38	0,72	2,55	1,13	0,51	4,91	68,76	
Междендритная область	9,46	3,81	0,66	3,34	2,93	0,65	4,54	74,61	100	
	19,06	3,98	0,75	1,89	0,87	0,19	4,19	69,07		
	$K_L=C_d/C_{м.д.}$	0,8/0,81	1,4/1,3	1,05/0,9	1,34/1,3	1,3/1,3	2,9/2,6	1,1/1,1	–	–

* В числителе – коэффициент ликвационной неоднородности осей дендрита первого порядка и междендритной области; в знаменателе – коэффициент ликвационной неоднородности осей дендрита второго порядка и междендритной области.

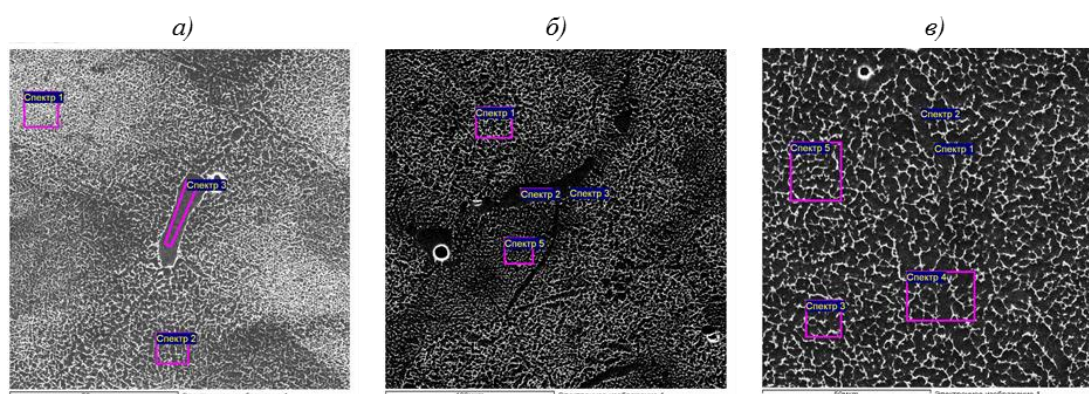


Рис. 4. Микрорентгеноспектральный анализ образцов монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА-25:

а – исходное литое состояние (вакуумная индукционная выплавка+вакуумный индукционный переплав); б, в – термообработка в течение 5 ч при 1250 (б) и 1290°C (в)

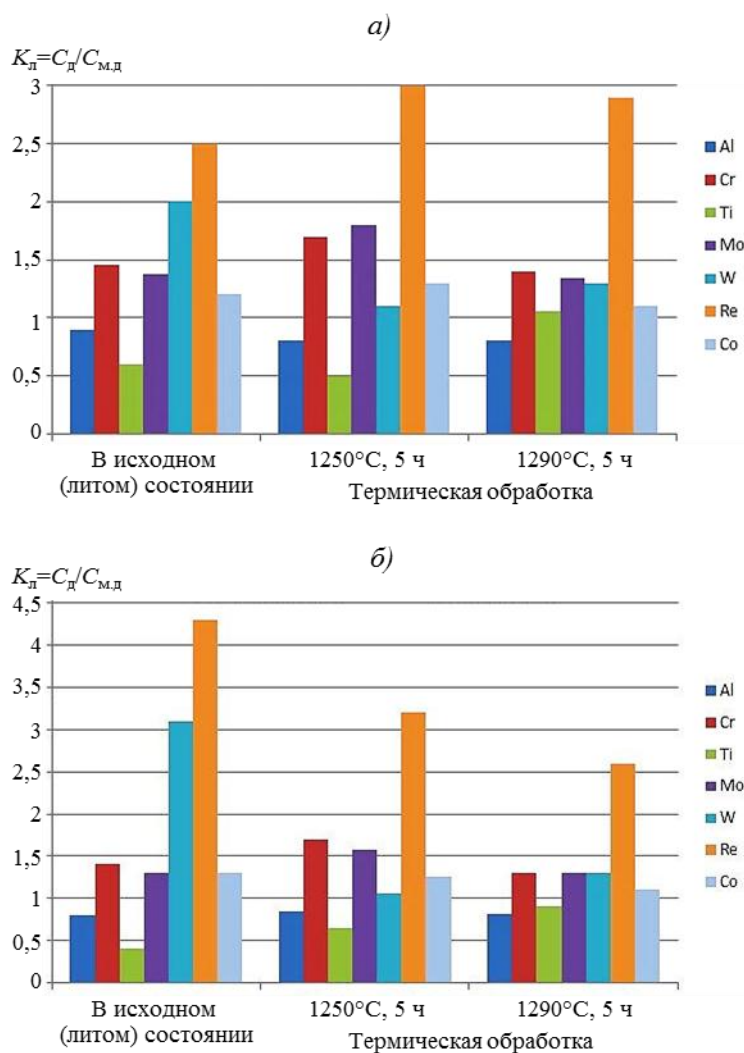


Рис. 5. Коэффициент ликвационной неоднородности сплава в исходном (литом) состоянии и после термической обработки осей дендрита первого порядка и междендритной области (а) и второго порядка и междендритной области (б)

Анализ параметра ликвационной неоднородности показал, что наибольший коэффициент наблюдается у тугоплавких элементов W и Re, причем в исходном (литом) состоянии в большей степени между осями дендритов второго порядка и междендритной областью, чем между осями дендритов первого порядка и междендритной областью (рис. 5). После проведения высокотемпературного отжига при 1250°C в течение 5 ч коэффициент K_{Re} несколько повышается для осей первого порядка (с 2,5 до 3,0) и понижается для осей второго порядка (с 4,3 до 3,2). Аналогичная картина наблюдается после проведения отжига при 1290°C в течение 5 ч (табл. 2), но при этом коэффициенты ликвационной неоднородности для осей первого и второго порядка и междендритной области приблизительно одинаковы: 2,9 и 2,6 соответственно. После проведения отжига при 1250°C в течение 5 ч коэффициент K_W снижается по сравнению с исходным (литым) состоянием, причем для осей второго порядка в ~3 раза, а для осей первого порядка в ~2 раза – с 2,0 до 1,1. После проведения высокотемпературного отжига при 1290°C в течение 5 ч коэффициент K_W незначительно повышается как для осей первого порядка, так и для осей второго порядка и имеет одинаковое значение $K_W=1,3$. Режим термообработки при 1290°C в течение 5 ч с охлаждением на воздухе оказывает благоприятное влияние на параметры ликвационной неоднородности сплава в целом, за ис-

ключением рения – значения $K_{л}=C_{л}/C_{м.л}$ стремятся к единице (рис. 5). Этот факт, вероятно, и оказывает влияние на стабильность значений длительных свойств – время до разрушения при температуре 1100°C и напряжении 100 МПа.

В результате регрессионного анализа получена зависимость влияния технологических параметров отжига на время до разрушения:

$$y=193,943-2,1676x_1+5,665x_2-35x_1x_2-17,335(x_2^2-0,67)+5(2-3x_2^2)(x_1^2+2x_1-1), \quad (3)$$

где x_1, x_2 – факторы эксперимента, соответствующие времени и температуре отжига соответственно.

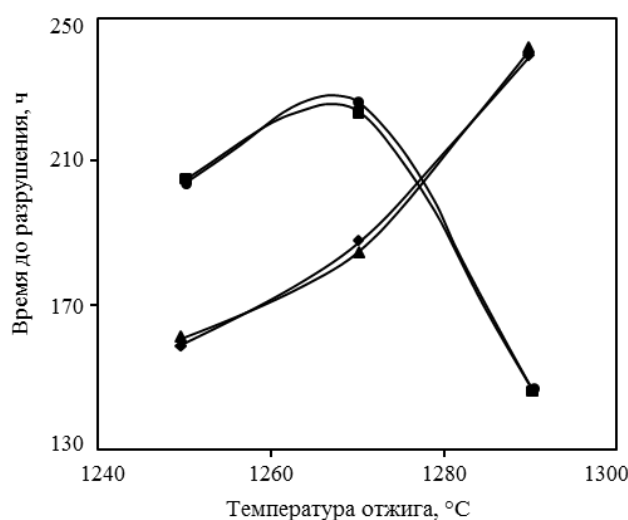


Рис. 6. Сравнение значений времени до разрушения при температуре 1100°C и напряжении 100 МПа, полученных по регрессионной модели (◆, ■), и экспериментальных данных (▲, ●) при времени термообработки 5 (◆, ▲) и 10 ч (■, ●)

Анализ экспериментальных данных испытаний на длительную прочность и расчетных, полученных по регрессионной модели, показал хорошую сходимость – отклонение от экспериментальных данных составило <1,5% (рис. 6).

Заключение

Установлено, что микроструктурные изменения и снижение ликвационной неоднородности, происходящие во время высокотемпературного отжига интерметаллидного сплава на основе соединения Ni_3Al , повышают время до разрушения образцов при испытании при температуре 1100°C и напряжении 100 МПа.

Разработана регрессионная модель, связывающая время до разрушения с технологическими параметрами (продолжительность и температура) термической обработки. Установлена сходимость регрессионной модели с экспериментальными данными, полученными при длительных статических испытаниях монокристаллических образцов сплава с кристаллографической ориентацией <111> при температуре 1100°C, отклонение от экспериментальных данных составило <1,5%.

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. 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. Jozwik P., Polkowski W., Wojar Z. Applications of Ni₃Al Based Intermetallic Alloys – Current Stage and Potential Perceptivities // Materials. 2015. No. 8. P. 2537–2568.
4. Николаев С.В. Совместное легирование никеля рением и переходными металлами V–VI групп: автореф. дис. ... к.т.н. М., 2014. 24 с.
5. Базылева О.А., Бондаренко Ю.А., Тимофеева О.Б., Чабина Е.Б. Интерметаллидные композиции на основе Ni₃Al, легированные рением // Metallurgia машиностроения. 2011. №4. С. 30–34.
6. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Василенок Л.Б., Морозова Г.И. Рений в жаропрочных никелевых сплавах // Материаловедение. 2000. №2. С. 23–29.
7. Базылева О.А., Горюнов А.В., Загвоздкина Т.Н., Нефедов Д.Г. Исследование ликвационной неоднородности сплава ВКНА-4У МОНО и ее влияния на свойства // Metallurgia машиностроения. 2012. №4. С. 18–21.
8. 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. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-2-21-26.
9. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Фесенко Т.В., Колодочкина В.Г. Исследование влияния ликвационной неоднородности на структуру и долговечность интерметаллидных сплавов на основе никеля // Материаловедение. 2014. №6. С. 7–12.
10. Józwik P., Wojar Z. Influence of Heat Treatment on the Structure and Mechanical Properties of Ni₃Al-Based Alloys // Archives of Metallurgy and Materials. 2010. Vol. 55. No. 1. P. 271–279.
11. Li P., Li S.S., Han Y.F. Influence of solution heat treatment on microstructure and stress rupture properties of a Ni₃Al base single crystal superalloy IC6SX // Intermetallics. 2011. Vol. 19. P. 182–186.
12. 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> (дата обращения: 26.05.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-2-2.
13. Ригин В.Е., Сидоров В.В., Бурцев В.Г. Удаление азота из сложнолегированных расплавов на основе никеля в процессе их обезуглероживания // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №1. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.06.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-1-2-2.
14. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. Особенности высокоградиентной направленной кристаллизации и современное оборудование, используемое при производстве лопаток газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №12. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.06.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-1-3-3.
15. Поварова К.Б., Дроздов А.А., Бондаренко Ю.А., Базылева О.А. и др. Влияние направленной кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплава на основе Ni₃Al, легированного W, Mo, Cr и P3Э // Металлы. 2014. №4. С. 35–40.
16. Новик Ф.С., Арсов Я.Б. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования эксперимента. М.: Машиностроение, 1980. 304 с.