

УДК 621.762

Б.Р. Некрасов¹, С.В. Выдумкина¹, Ю.В. Столянков¹,
Е.В. Филонова¹, Е.С. Чеботарева²

ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛ ШТАМПОВОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ХРОМА

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-3-3

Рассмотрены технологические особенности изготовления электродов из штампового сплава на основе хрома и гранул методом плазменно-ротационного распыления с целью дальнейшего компактирования. Показано влияние содержания тугоплавких элементов в рассматриваемом сплаве на гранулометрический состав и морфологию гранул. Помимо основного состава, содержащего 30% (по массе) молибдена и 5% (по массе) железа, исследованы составы с увеличенным содержанием молибдена и добавлением вольфрама. Сплав на основе хрома предназначен для изготовления штамповой оснастки, способной работать при температурах >1100°C.

Ключевые слова: штамповые материалы, выплавка, сплавы на основе хрома, изотермическая деформация, никелевые сплавы, порошковая металлургия.

The article discusses the technological features of manufacturing chromium alloy, the manufacture of granules with the plasma rotary atomization for the purpose of further compaction. Influence of the content of refractory elements in the alloy, the particle size and morphology of granules. In addition to the base composition containing 30% molybdenum and 5% iron was studied compositions with increased content of molybdenum and addition of tungsten. Chromium alloy designed for the manufacture of die tooling capable of operating at temperatures above 1100°C.

Keywords: die alloy, melting, chromium alloys, isothermal forging, nickel-based alloys, powder metallurgy.

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

Изотермическая штамповка является одним из перспективных методов получения полуфабрикатов из сложнолегированных сплавов на титановой, никелевой и интерметаллидной основах. Изотермическая штамповка позволяет изготавливать точные заготовки с минимальными припусками под механическую обработку и, как следствие, с высоким коэффициентом использования металла, с регламентированной структурой и высоким уровнем механических и эксплуатационных свойств [1–3].

Изотермическая штамповка подразумевает использование специализированного штампового оборудования – нагревательного блока, расположенного на столе прессы; литой оснастки из высокожаропрочных сплавов, способной выдерживать высокие удельные усилия при температурах >900°C и быть экономически оправданной в условиях серийного производства [4, 5].

В большинстве случаев изотермическую деформацию применяют для деформации сплавов на никелевой основе, которые используются для изготовления дисков турбин ГТД и ГТУ. Основными проблемами при деформации труднодеформируемых сплавов на никелевой основе с высоким содержанием упрочняющей γ' -фазы является узкий температурный интервал и высокое сопротивление деформации. Решение этих проблем требует повышения температуры штамповой оснастки и, как следствие, разработки новых штамповых материалов, способных снизить температурный градиент между заготовкой и штампом, поскольку эффективность процесса изотермической штамповки на воздухе зависит от ряда факторов – одним из основных является стойкость штамповой оснастки [6, 7].

Материал штампа выбирают в зависимости от свойств штампуемого металла и объема производства, основными требованиями являются: высокие предел текучести, жаростойкость, сопротивление термической усталости, износостойкость и твердость при повышенной температуре. За рубежом для изготовления штампов для изотермической деформации на воздухе используют литейные сплавы Mar-M200 или IN100 при температуре нагрева оснастки до 1000°C. При нагреве оснастки до температуры 1100–1150°C используются молибденовые сплавы TZM, способные работать только в вакууме или среде инертного газа, что связано с низкой жаростойкостью молибдена при высоких температурах. Но применение дорогостоящего вакуумного оборудования экономически оправдано только при крупносерийном производстве [8].

В России наиболее распространенным сплавом, удовлетворяющим вышеперечисленным условиям, является сплав ЖС6У, однако температура деформации современных жаропрочных никелевых сплавов (ЭП742, ЭК151, ЭП975, ВЖ175) располагается в интервале 1050–1140°C, что создает температурный градиент между деформируемой заготовкой и штамповым инструментом из традиционного сплава ЖС6У, нагретого до температуры 900–950°C. Градиент температур также не позволяет в полной мере использовать эффект сверхпластичности в исходной заготовке с подготовленной мелкозернистой структурой, полученной методами всестороннего перекова или прессования с пониженными температурами [9].

Для повышения жаропрочности и стойкости штамповой оснастки возможно использование оснастки из интерметаллидных сплавов на основе Ni_3Al , обладающих более высокой жаропрочностью и жаростойкостью, стабильностью фазового состава до температуры плавления при высоких температурах. Уникальность алюминидов никеля заключается в кристаллической решетке типа $L1_2$ и упорядоченной структуре, которая сохраняется вплоть до температуры плавления и обеспечивает удовлетворительный уровень физико-механических свойств. Следует отметить, что из-за высокой термостабильности структуры интерметаллидные сплавы не подвергаются упрочняющей термической обработке, что позволяет снизить энергозатраты при производстве отливок из них. Еще одно преимущество интерметаллидных никелевых сплавов – нечувствительность механических свойств к длительным нагревам, что обеспечивает литым деталям стабильность свойств при высоких температурах [10, 11].

Перспективным направлением также является изготовление высокотемпературной штамповой оснастки из сплавов на основе хрома, в частности сплава системы Cr–Mo–Fe с высоким содержанием молибдена. Сплавы этой системы отличаются высокой температурой плавления (для выплавки необходимо использование тиглей из оксида иттрия), жаропрочностью, твердостью, а также сложностью механической обработки полуфабрикатов [12–14]. Поэтому оптимальным методом изготовления штамповой оснастки из них является метод порошковой металлургии, обеспечивающий возможность изготовления крупногабаритных изделий.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.2. «Изотермическая деформация на воздухе нового поколения гетерофазных труднодеформируемых жаропрочных сплавов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [15].

Материалы и методы

Технологическая схема изготовления штамповой оснастки из сплава системы Cr–Mo–Fe включает выплавку исходного электрода, механическую обработку электрода, распыление на гранулы, компактирование методом горячего изостатического прессования, механическую обработку компактированной заготовки в соответствии с чертежом оснастки.

Цель исследования – определение возможности выплавки и распыления электрода из сплава на основе хрома, а также исследование влияния тугоплавких легирующих элементов на морфологию и дисперсность гранул сплава.

Для проведения исследований выбраны экспериментальные композиции сплава системы Cr–Mo–Fe. За основу взяли сплав, содержащий 30% (по массе) молибдена и 5% (по массе) железа, который исследовали ранее. Основные легирующие элементы – молибден и железо, твердый раствор которых в хrome должен обеспечить высокую жаропрочность и жаростойкость, также этому способствует выделение интерметаллидной фазы Fe₂Mo. Первый и второй состав легировали молибденом и железом в различном соотношении. Третий состав легировали молибденом, железом и вольфрамом для повышения жаропрочности сплава.

Вакуумную индукционную плавку сплава системы Cr–Mo–Fe проводили на установке ВИП УВРК-1У в тигле на основе оксида иттрия. Материал тигля выбран из-за его высокой стойкости к реакционно-активным высокотемпературным сплавам на основе хрома ($T_{пл} \approx 1890^\circ\text{C}$) с добавлением молибдена ($T_{пл} \approx 2620^\circ\text{C}$). Это было предпринято для обеспечения безопасной работы при выплавке сплавов с температурой плавления $\sim 2000^\circ\text{C}$. Буферный слой заполняли смесью на основе оксидов циркония, что позволило обеспечить низкую теплопроводность и надежную теплоизоляцию индуктора.

По результатам серии плавов установлено, что такие тугоплавкие металлы, как молибден и вольфрам, усваиваются лучше при их введении в заливку, причем кусочками небольшого размера (до 0,5 см). Для обеспечения полного усвоения молибдена и вольфрама в процессе плавки следует также давать выдержку с перемешиванием на максимальной мощности после полного расплавления шихты.

При разливке электрода в двухпальчиковые керамические формы из оксида алюминия, подогретые до $700\text{--}750^\circ\text{C}$, получены более плотные отливки (в сравнении с литьем в графитовые изложницы). Это связано, прежде всего, с усадочной раковинной, которая при литье высокотемпературного расплава в большей степени склонна к формированию в сравнительно холодной графитовой изложнице, чем в прогретой керамической форме. После выплавки электроды подвергали тщательной дробеструйной обработке с целью удаления частиц керамики с поверхности электрода.

Распыление исследуемого сплава представляет определенные трудности в связи с высокой твердостью и хрупкостью литых заготовок и, как следствие, невозможностью механической обработки электродов.

Существует несколько методов распыления жаропрочных сплавов [16]:

– *газоструйный метод*, развитый в основном за рубежом, заключается в распылении струи расплава высокоскоростным потоком инертного газа (преимущественно используют Ar или He). При этом методе струя расплава, истекающая из отверстия, выполненного из огнеупорного материала, подвергается распылению на отдельные относительно

крупные капли при помощи газового потока высокого давления. Расплав получают, как правило, методом индукционного плавления в вакууме. В процессе плавки во всем объеме установки создается вакуум, установка имеет высокую колонну охлаждения, в верхней части которой расположена форсунка для распыления потока расплава сжатым аргоном. Затвердевшие частицы металла окончательно остывают на водоохлаждаемой поверхности в нижней части колонны, откуда порошок поступает в боксы, где осуществляется его рассев и классификация. Один из недостатков этого способа – то, что струя расплава под воздействием высокоскоростного газового потока дробится сначала на пленки, а затем пленка расплава под действием сил поверхностного натяжения захлопывается и при формировании капли происходит захват инертного газа внутрь частицы. Пузырек внутри частицы работает как концентратор напряжения;

– *метод центробежного распыления*, наиболее распространенный в России, основан на использовании возникающих при вращении центробежных сил для ускорения и диспергирования расплава. Наиболее распространенной разновидностью центробежного распыления является распыление методом вращающегося электрода, при котором нагрев осуществляется плазменным факелом, создаваемым с помощью дугового плазмотрона, установленного обычно с эксцентриситетом, с заданной мощностью (метод PREP). Плазменный факел расплавляет торец заготовки, на котором образуется поверхностная пленка расплава. Под действием центробежных сил расплав в пленке движется от центра к периферии торца, где скапливается на кромке, образуя «венеч». От него и отлетают капли расплава, которые в полете кристаллизуются в гранулы. Весь процесс проходит в среде инертных газов (аргон, гелий);

– *метод центробежного распыления из гарнисажного тигля* состоит в том, что электрод медленно вращается вокруг своей оси, заостренный нижний конец электрода нагревается электронной пушкой до температуры, когда происходит его капельное оплавление. Поскольку электрод напоминает по форме заточенный карандаш, образующиеся капли расплава попадают в центр распылительного тигля, который вращается со скоростью 4000–15000 мин⁻¹.

На установке газоструйного распыления Hermiga 100/10 VI, расположенной во ФГУП «ВИАМ», максимальная температура расплава составляет 1750°C, что значительно ниже температуры плавления исследуемого сплава системы Cr–Mo–Fe (~2000°C). Использовать метод PREP также не представляется возможным, поскольку распыляемый электрод должен подвергаться сложной механической обработке. Наиболее подходящим является метод центробежного распыления из гарнисажного тигля, который реализован на установке плазменно-ротационного распыления в ООО «Сферамет» [17].

Результаты

Для последующего распыления литые электроды дробились на частицы размером не более 10 мм. В процессе распыления при использовании графитового тигля определили, что расплав взаимодействует с тиглем, в результате чего полученные гранулы содержат повышенное содержание углерода (~2%). Для предотвращения науглероживания гранул сплава при проведении распыления использовали медный гарнисажный водоохлаждаемый тигель. Чтобы исключить оплавление медного тигля потребовалось снизить мощность тока плазмотрона и применить в качестве исходного материала литой электрод, так как при пониженной мощности плазмотрона крупка не успевала расплавиться, проходя через поток плазмы. Поскольку механическая обработка электродов из сплава системы Cr–Mo–Fe затруднена в связи с высокой хрупкостью

и твердостью сплава, изготавливали стальные хвостовики, которые приваривались аргоно-дуговой сваркой к электроду.

При распылении вначале наплавляли слой металла (гарнисаж) толщиной 2,0–2,2 см на чашеобразный медный тигель, затем начинали распыление со скоростью 40–45 г/мин (скорость вращения тигля составляла 5400 об/мин). Схема плазменно-ротационного распыления представлена на рис. 1. Распыление электрода прекращали при остатке электрода длиной не менее 5 см (огарок) – для предотвращения расплавления хвостовика и сварной зоны.

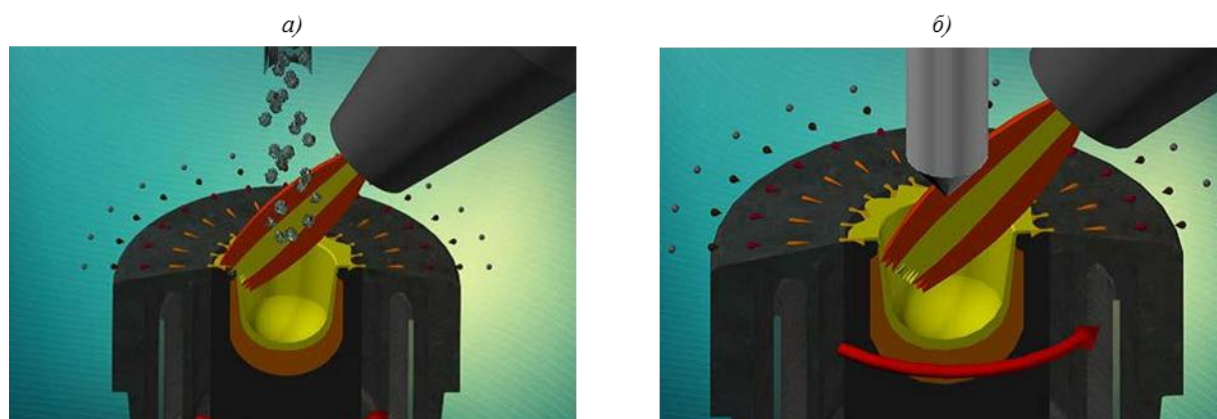


Рис. 1. Принципиальная схема получения гранул методом центробежного распыления из крупки (а) и расходующего электрода (б)

После распыления сплава на основе хрома с различным содержанием молибдена, железа и вольфрама проведен ситовой рассев получившихся гранул на фракции (см. таблицу).

Фракционный состав гранул

Легирующие элементы	Фракция, мкм	Количество фракции, % (по массе)
30% (по массе) Мо, 5%(по массе) Fe	≤100	0,8
	100–200	12,1
	200–500	56,7
	500–1000	8,8
	≥1000	5,9
	Огарок	15,2
35% (по массе) Мо, 5% (по массе) Fe	≤100	0,6
	100–200	9,3
	200–500	55,5
	500–1000	12,0
	≥1000	6,8
	Огарок	15,8
30% (по массе) Мо, 5% (по массе) Fe, 2% (по массе) W	≤100	0,6
	100–200	8,8
	200–500	54,7
	500–1000	12,8
	≥1000	7,2
	Огарок	16,0

Как видно из данных таблицы, ~55% гранул приходится на фракцию 200–500 мкм, также относительно большой процент составляют гранулы фракции 500–1000 мкм. Отмечена достаточно низкая доля сферических гранул в массе порошка: множество частиц неправильной или чешуйчатой формы. Это связано с недостаточно высокой скоростью кристаллизации гранулы в процессе полета к экрану-отражателю камеры. Если к моменту соударения с экраном на поверхности капли успевают образоваться твердая корка, внутри которой сохраняется жидкий металл, то после соударения происходит разрушение затвердевшего слоя с образованием частицы неправильной формы и нескольких мелких сферических частиц. Причиной получения гранул неправильной формы также является достаточно низкая жидкотекучесть сплава, в связи с чем каплевидная частица после отрыва от распылителя не принимает сферическую форму в процессе кристаллизации.

В дальнейшем проведены исследования микроструктуры гранул на растровом электронном микроскопе. Результаты представлены на рис. 2.

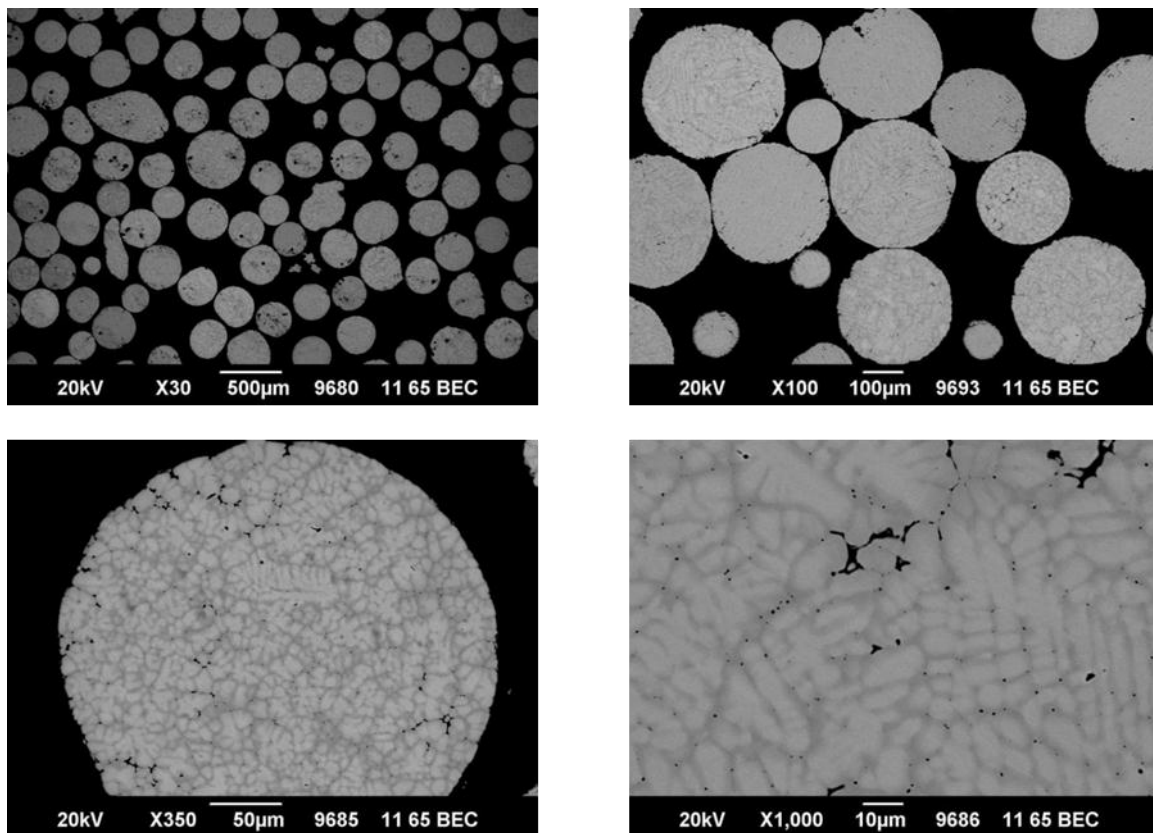


Рис. 2. Микроструктура гранул сплава типа Cr–Mo–Fe

По результатам исследования определено, что гранулы размерами до 300 мкм имеют в основном сферическую форму и небольшое количество дефектов: саттелитов, пор и трещин на поверхности гранул. Гранулы размером >300 мкм имеют, как правило, неправильную форму (многие гранулы разбиты) и неровную поверхность.

Микроструктура гранул имеет дендритное строение, в междендритных областях присутствуют поры. В отдельных гранулах около поверхности наблюдаются трещины. В составе, содержащем вольфрам, пор и трещин больше, чем в других образцах. Наличие трещин скорее всего объясняется высокими термическими напряжениями при кристаллизации гранул и высокой твердостью сплава (>50 HRC).

Обсуждение и заключения

Использование дорогостоящих тиглей из оксида иттрия ограничивает габариты литых деталей из сплава на основе хрома. Исходя из этого, порошковая технология является наиболее подходящей при изготовлении штамповой оснастки.

Получение гранул исследуемого сплава на основе хрома имеет ряд технологических трудностей из-за высокой твердости сплава и невозможности проводить механическую обработку слитка, а также высокой температуры плавления. Это не позволяет использовать для производства гранул наиболее распространенный метод центробежного распыления PREP, где в качестве электрода используется штанга, подвергаемая достаточно сложной механической обработке.

По результатам работы разработана технология и осуществлена выплавка электродов из сплава системы Cr–Mo–Fe с различным содержанием молибдена и добавлением вольфрама, выбран наиболее подходящий метод распыления электрода – центробежное распыление из гарнисажного тигля, который обеспечивает возможность получения гранул исследуемого сплава. Установлено, что гранулы размером <300 мкм имеют преимущественно сферическую форму, остальные гранулы из-за особенностей режима распыления имеют неправильную, чешуйчатую форму. Большая часть гранул для всех трех составов (~55% (по массе)) приходится на фракцию размером 200–500 мкм. Заметного влияния на гранулометрический состав увеличение содержания молибдена и вольфрама не оказывает.

Поскольку гранулы получают для последующего компактирования методом горячего изостатического прессования, то необходимо стремиться к получению сферических гранул и увеличивать долю гранул <300 мкм, что может быть достигнуто только при увеличении скорости вращения гарнисажного тигля.

ЛИТЕРАТУРА

1. 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.
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
3. 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. 47–54.
4. Фиглин С.З., Бойцов В.В., Калпин Ю.Г., Каплин Ю.И. Изотермическое деформирование металлов. М.: Машиностроение, 1978. 239 с.
5. Деменок О.Б., Ганеев А.А., Деменок А.О., Кулаков Б.А. Анализ условий работы литых штамповых материалов, работающих при 50–1000°C, и требования к ним при штамповке в изотермических условиях // Вестник ЮУрГУ. Сер.: Металлургия, 2014. Т. 14. №1. С. 41–47.
6. Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А. ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2016. №S1. С. 80–86. DOI:10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86.
7. Пономаренко Д.А., Скугорев А.В., Сидоров С.А., Шпагин А.С. Влияние теплообмена между заготовкой и штампом на процесс штамповки заготовок деталей авиационно-космического назначения на специализированных изотермических прессах // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №10. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-3-3.
8. Пономаренко Д.А., Моисеев Н.В., Скугорев А.В. Производство дисков ГТД из жаропрочных сплавов на изотермических прессах // Авиационные материалы и технологии. 2013. №1. С. 13–16.

9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Комплексная инновационная технология изотермической штамповки на воздухе в режиме сверхпластичности дисков из супержаропрочных сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №8. С. 129–141.
10. Моисеев Н.В., Некрасов Б.Р., Летникова Е.Ю., Выдумкина С.В. Штамповые материалы для высокотемпературной изотермической деформации на воздухе // *КШП ОМД*. 2017. №7. С. 25–30.
11. Каплин Ю.И., Мелимевкер О.Д., Бунтушкин В.П. Интерметаллидный сплав – штамповый материал для изостатического деформирования // *Авиационная промышленность*. 1981. №9. С. 48–50.
12. Сплав на основе хрома: пат. 1818877 СССР; заявл 19.06.91; опубл. 27.07.95, Бюл №21. 3 с.
13. Сплав на основе хрома и изделие, выполненное из него: пат. 2211875 Рос. Федерация; заявл. 17.12.2001; опубл. 27.08.06, Бюл №24. 3 с.
14. Сплав на основе хрома и изделие, выполненное из него: пат. 2221892 Рос. Федерация; заявл. 11.11.2002; опубл. 20.01.04, Бюл. №2. 3 с.
15. 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.
16. Гессингер Г.Х. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов. Челябинск: Металлургия, 1988. 318 с.
17. Москвичев Ю.П., Панин В.И., Агеев С.В., Чайнов Н.Д., Мягков Л.Л. Гранульные композиты и эффективность их применения // *Арматуростроение*. 2011. №1 (70). С. 44–48.