

УДК 669.245

М.М. Бакрадзе<sup>1</sup>, А.М. Волков<sup>1</sup>, А.А. Шестакова<sup>1</sup>,  
М.Н. Летников<sup>1</sup>, М.В. Бубнов<sup>1</sup>

## ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ РАЗМЕРА ЗЕРЕН В ДИСКОВОМ ГРАНУЛИРУЕМОМ ЖАРОПРОЧНОМ НИКЕЛЕВОМ СПЛАВЕ, ПРОИЗВЕДЕННОМ ПО РАЗЛИЧНЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-1-1

*Рассмотрены процессы роста зерен в жаропрочном никелевом сплаве, гранулы которого получены газовой атомизацией и центробежным распылением литых заготовок. Проанализировано изменение размера зерен при закалке с различных температур непосредственно после горячего изостатического прессования (ГИП), а также после изотермической деформации компактированного материала. Показано, что зерно в материале, изготовленном из гранул, полученных газовой атомизацией, растет медленнее по сравнению с материалом из гранул, полученных с помощью центробежного распыления. Более интенсивный рост зерен при увеличении температуры закалки также наблюдается в случае дополнительной пластической деформации после ГИП.*

**Ключевые слова:** заготовка диска, газотурбинный двигатель (ГТД), гранула, жаропрочный никелевый сплав, микроструктура, зерно, рекристаллизация, горячее изостатическое прессование (ГИП), изотермическая штамповка.

М.М. Bakradze<sup>1</sup>, А.М. Volkov<sup>1</sup>, А.А. Shestakova<sup>1</sup>,  
М.Н. Letnikov<sup>1</sup>, М.В. Bubnov<sup>1</sup>,

## THE FEATURES OF THE GRAINS SIZE CHANGING IN THE P/M Ni-BASE SUPERALLOY FOR DISKS APPLICATION PRODUCED VIA DIFFERENT TECHNOLOGIES

*The processes of grain growth in the Ni-base superalloy are reviewed. The powder was produced via argon atomization and plasma rotating electrode process. The changing of grain size during solution treatment with various temperatures directly after hot isostatic pressing (HIP) and also after isothermal forging of the compacted material are analyzed. It is shown that grains of the material from argon atomization powder grow slower in comparison with the material from PREP-powder. More intensive grain growth during the increase of solutioning temperature is observed in the case of additional plastic deformation of the compacted material.*

**Keywords:** disk billet, turbine engine, powder, Ni-base superalloy, microstructure, grain, recrystallization, hot isostatic pressing (HIP), isothermal forging.

<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

Для реализации на практике неразрывности системы «материал–технология–конструкция» требуется детальная проработка всех стадий технологического процесса. Поиск новых маршрутов производства деталей ответственного назначения, в том числе производимых для нужд авиации, должен сопровождаться анализом возможных различий в технологиях изготовления, влияющих на структурные особенности материала [1, 2].

В настоящее время в отечественной практике активно конкурируют две основные технологии производства заготовок роторных деталей газотурбинных двигателей (ГТД), таких как диски, дефлекторы, лабиринты, турбинные валы из жаропрочных никелевых сплавов. Традиционной технологией, которая используется уже более 50 лет, является многоступенчатая деформация слитков вакуумного дугового переплава [3–5].

Альтернативой данному методу является технология металлургии гранул (гранульная или порошковая технология), включающая производство сферических гранул размером <100 мкм; заполнение ими сложноконтурных капсул, имеющих форму, близкую к конечному изделию; горячее изостатическое прессование (ГИП) и последующую термическую обработку [6, 7].

За рубежом подавляющее большинство высоконагруженных роторных деталей современных ГТД, изготавливаемых из жаропрочных никелевых сплавов, производится из гранульных заготовок, подвергнутых после ГИП экструзии и изотермической деформации [8–10]. Работы по созданию технологии ГИП+деформация проводятся также и в нашей стране уже достаточно длительное время [11–14].

Во ФГУП «ВИАМ» активно ведутся исследования по разработке технологии производства заготовок дисков ГТД из нового гранулируемого жаропрочного никелевого сплава. С учетом значительного накопленного опыта по деформируемым сплавам аналогичного назначения прорабатываются две схемы производства: прямое ГИП и ГИП с последующей изотермической штамповкой на воздухе. В связи с этим необходимо исследовать, как меняется размер зерна, являющийся одним из важных структурных параметров, влияющих на общий комплекс механических свойств материала, на различных технологических стадиях: после ГИП и закалки, а также после ГИП с последующей деформацией и закалкой.

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») [1].

### Материалы и методы

Исходные слитки нового жаропрочного никелевого сплава системы Ni–Co–Cr–W–Al–Mo–Nb–Ti–Ta–Hf–C выплавляли из свежих шихтовых материалов в вакуумной индукционной печи. Разливку расплава проводили в неразъемные кокилы (стальные трубы с утеплительной втулкой). После кристаллизации и остывания слитки выпрессовывали из труб на гидравлическом прессе.

Для производства гранул применяли два наиболее распространенных для высоколегированных жаропрочных никелевых сплавов метода распыления: газовую атомизацию (atomizing, argon atomization) и центробежное распыление литых заготовок (PREP).

Распыление методом газовой атомизации проводили на установке HERMIGA 10/100 VI. Затем применяли аэродинамическую классификацию на сепараторе фирмы PSI и рассев на виброгрохоте Analysette 3 Pro для выделения гранул фракции 10–100 мкм [15].

Для производства гранул методом центробежного распыления литых заготовок использовали установку УЦР-4. Предварительно литые прутки после вакуумной индукционной плавки подвергали вакуумному дуговому переплаву для устранения осевой усадочной раковины и механической обработке (бесцентровому шлифованию). Гранулы после распыления подвергали рассеву на установке КРП-3 с использованием тканых металлических сит с ячейкой 100×100 мкм, магнитной сепарации на установке КРП-2 и электростатической сепарации на установке типа СЭ [16].

Полученными гранулами заполняли экспериментальные капсулы, которые затем дегазировали и герметизировали электронно-лучевой сваркой. Масса засыпки гранул в капсулы составляла ~15 кг. Горячее изостатическое прессование проводили в однофазной

области, выше температуры сольвус (полного растворения –  $T_{п.р}$ )  $\gamma'$ -фазы выплавленного материала. Изотермическую деформацию осуществляли в двухфазной области на прессе с усилием 1600 МН с применением установки индукционного нагрева штампов УИДИН [17].

Закалку проводили в лабораторной печи сопротивления типа СНОЛ. Образцы для микроструктурных исследований подготавливали механической шлифовкой и полировкой на установке фирмы Struers в полуавтоматическом режиме, травление проводили в реактиве Васильева (92 мл HCl+5 мл HNO<sub>3</sub>+3 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+10 мл C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH+5 г CuSO<sub>4</sub>).

Исследование микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-51 и на растровом электронном микроскопе Hitachi SU 8010. Обработку изображений и исследование размеров зерен проводили в программе Analisis Start.

Испытания на растяжение и длительную прочность проводили на цилиндрических образцах  $\varnothing 5$  мм и длиной рабочей части  $l=5d$  по ГОСТ 1497 и ГОСТ 10145 соответственно. Испытания на ударный изгиб проводили на образцах сечением 10×10 мм с концентратором вида U по ГОСТ 9454. Твердость по Бринеллю (диаметр отпечатка) определяли по ГОСТ 9012 при нагрузке 3000 кгс/мм<sup>2</sup> (29430 Н) с использованием шарика  $\varnothing 10$  мм.

### Результаты и обсуждение

Микроструктура материала после ГИП в однофазной области характеризуется средним размером зерна ~25 мкм. Границы наследственных гранул и их исходная литая (дендритная) структура отсутствуют (рис. 1 *а, б*). Из-за большого количества зернограницных выделений границы извилистые (рис. 1 *в, з*). Существенного влияния метода производства гранул на микроструктуру материала не наблюдается – материал после ГИП, произведенный из гранул газовой атомизации (рис. 1 *а, в*), практически идентичен материалу из гранул центробежного распыления (рис. 1 *б, з*). Механические свойства материала представлены в табл. 1. В целом можно утверждать, что при обоих методах производства гранул материал после ГИП существенно не отличается ни по структуре, ни по свойствам.

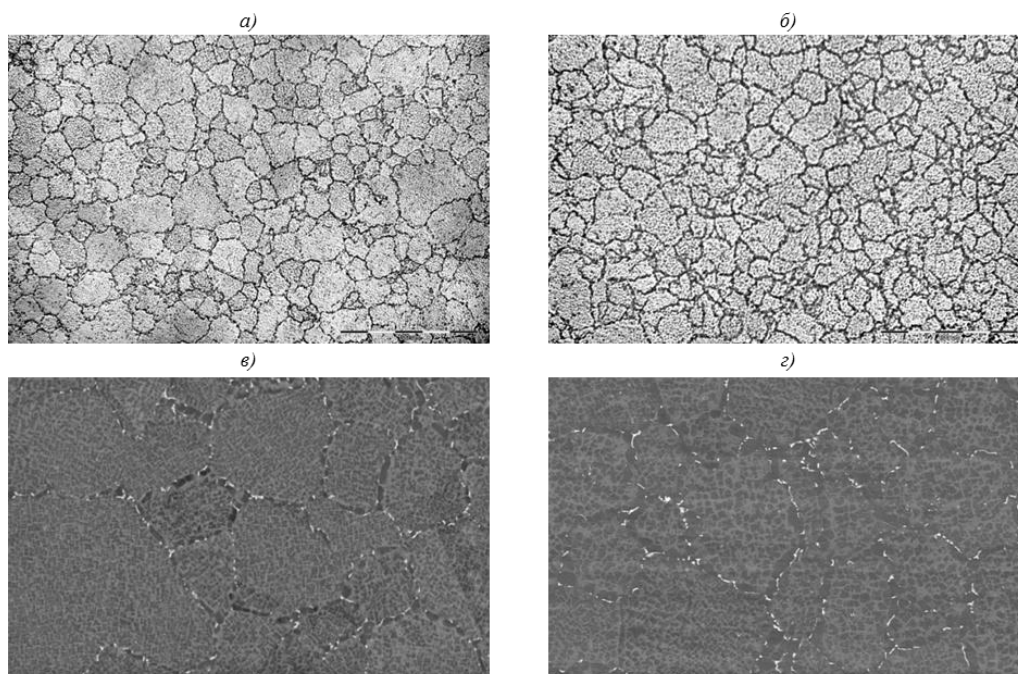


Рис. 1. Микроструктура (*а, б* – световая микроскопия –  $\times 500$ ); *в, з* – сканирующая электронная микроскопия –  $\times 2000$ ) материала после ГИП:

*а, в* – гранулы газовой атомизации; *б, з* – гранулы центробежного распыления

Средние значения механических свойств материала непосредственно после ГИП

Способ получения гранул	$\sigma_b$	$\sigma_{0.2}$	$\delta$	$\psi$
	МПа		%	
Газовая атомизация	1470	920	14	12
Центробежное распыление	1490	910	14	12

Для обеспечения максимальных прочностных свойств, длительной прочности и сопротивления МЦУ при температурах до 700°C необходимо сформировать в структуре материала максимально возможную объемную долю мелких частиц упрочняющей  $\gamma'$ -фазы. Для этого на дисковых жаропрочных никелевых сплавах проводят закалку и последующее старение (обычно ступенчатое). При закалке температуру назначают как можно ближе к температуре  $T_{п.р}$  (в ряде случаев – выше). Тем не менее переход в однофазную  $\gamma$ -область ведет к росту зерна, так как растворившиеся частицы  $\gamma$ -фазы уже не препятствуют движению границ зерен при рекристаллизации. В связи с этим оптимальная температура закалки должна обеспечивать не только максимальную степень пересыщения твердого раствора для выделения при старении частиц определенного размера в требуемом количестве, но и не вызывать чрезмерного роста зерен. Последний факт будет особенно актуален для материала, произведенного по схеме ГИП+деформация, за счет более высокой степени наклепа по сравнению с материалом непосредственно после ГИП.

В связи с этим проведено сравнительное исследование влияния температуры закалки на размер зерна. Для материала, изготовленного прямым ГИП из гранул газовой атомизации, при закалке с различных температур ( $T_{п.р}-10^\circ\text{C}$ ,  $T_{п.р}$ ,  $T_{п.р}+10^\circ\text{C}$ ) зерно практически не растет (рис. 2). По среднему размеру зерна, составляющему ~25 мкм, структура идентична материалу после ГИП (рис. 1, а).

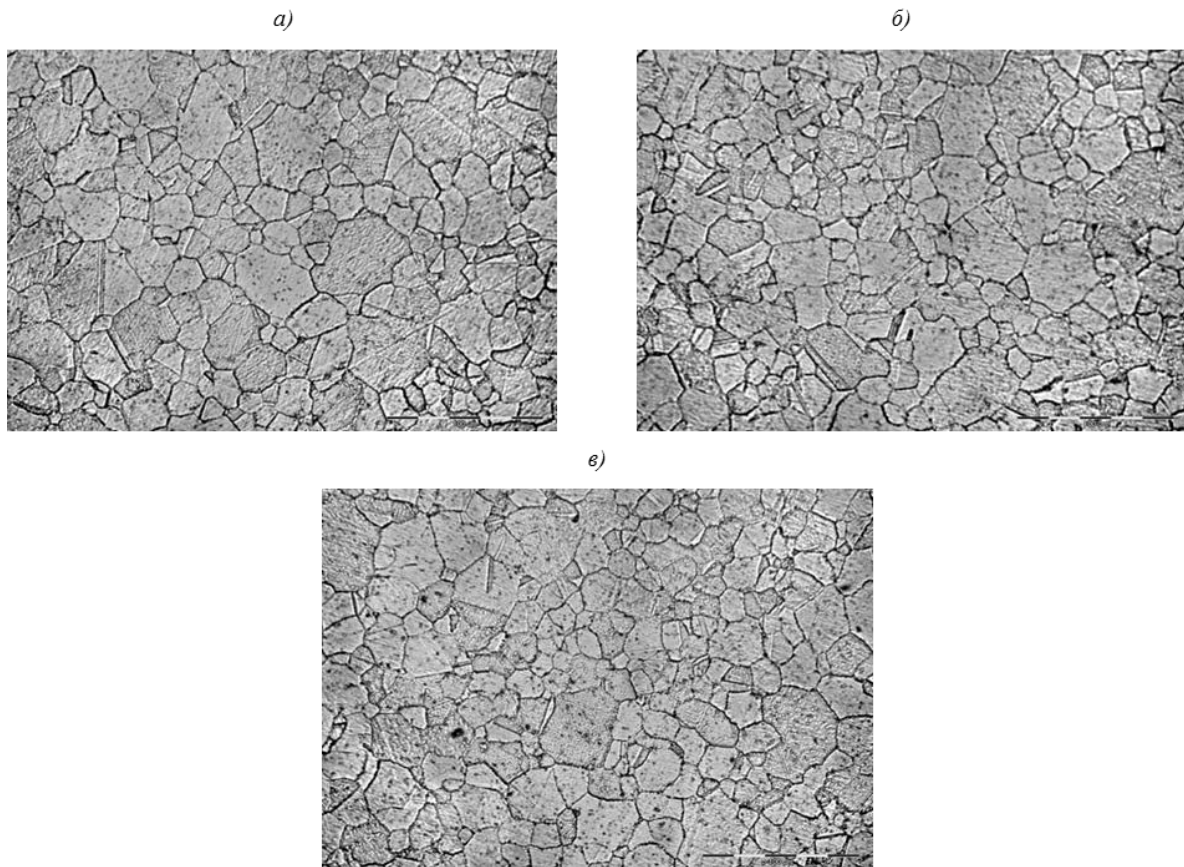


Рис. 2. Микроструктура ( $\times 500$ ) материала из гранул газовой атомизации после ГИП и закалки: а –  $T_{зак}=T_{п.р}-10^\circ\text{C}$ ; б –  $T_{зак}=T_{п.р}$ ; в –  $T_{зак}=T_{п.р}+10^\circ\text{C}$

Это соответствует данным, полученным авторами в работе [18]. Такой характер замедленного роста зерна предположительно связан с мелкими карбидными фазами, которые при производстве гранул методом газовой атомизации выделяются непосредственно из расплава, а не наследуются из литых заготовок, что характерно для метода центробежного распыления. Очевидно, что при одинаковом содержании углерода в сплаве, чем меньше средний размер карбидов, тем выше их дисперсность, и они, соответственно, в большей степени сдерживают движение границ зерен при рекристаллизации.

Для материала, изготовленного прямым ГИП из гранул центробежного распыления, при аналогичных режимах закалки зерно начинает расти, но незначительно – в пределах 30–35 мкм, что соответствует 7 баллу (рис. 3). В данном случае более активный рост зерен по сравнению с материалом, изготовленным из гранул газовой атомизации, как отмечено ранее, связан с размером и дисперсностью карбидных фаз, унаследованных из литого материала при центробежном распылении.

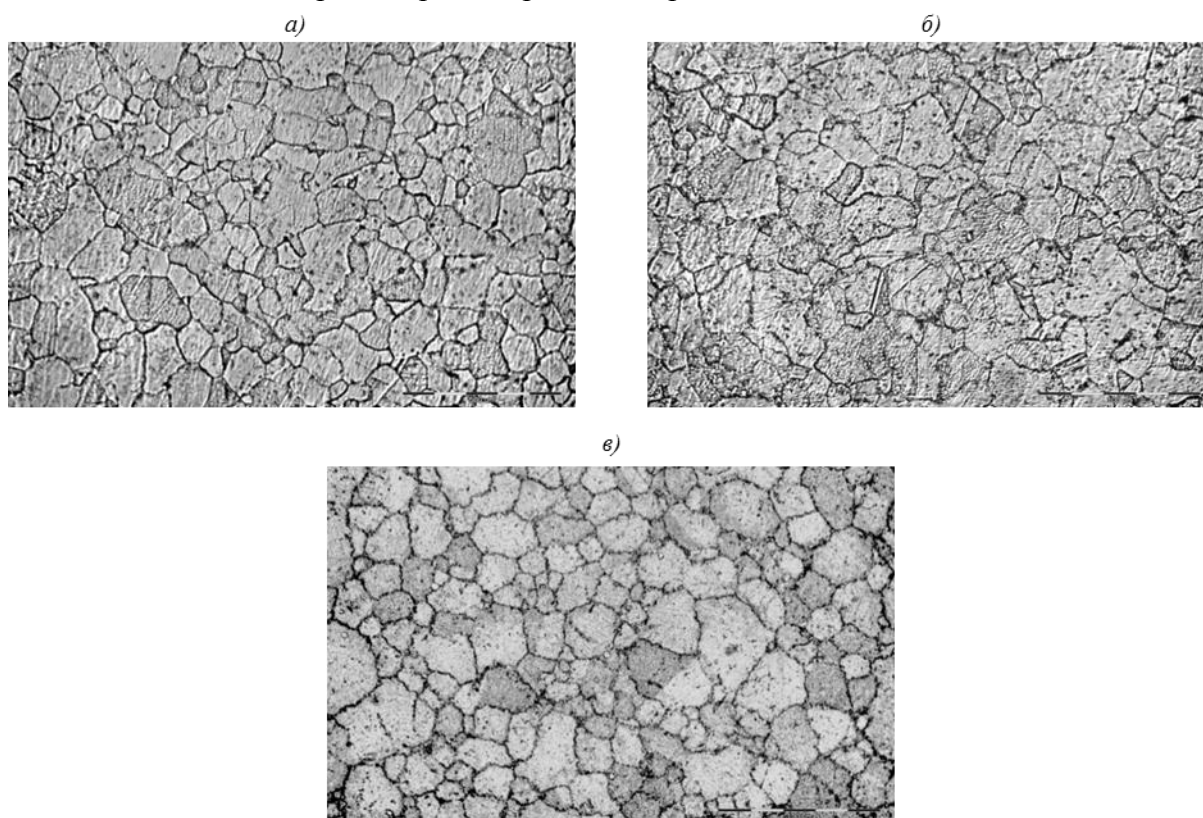


Рис. 3. Микроструктура ( $\times 500$ ) материала из гранул центробежного распыления после ГИП и закалки:

*a* –  $T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}} - 10^\circ\text{C}$ ; *б* –  $T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}}$ ; *в* –  $T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}} + 10^\circ\text{C}$

При практически одинаковом размере зерна в материале после ГИП и закалки с температуры полного растворения  $\gamma'$ -фазы (рис. 2, *б* и рис. 3, *б*) на заготовках под образцы проведено двухступенчатое старение, после которого определяли механические свойства (табл. 2). Причиной пониженных значений предела прочности, длительной прочности, ударной вязкости и твердости на материале, изготовленном из гранул газовой атомизации, является аргонная пористость гранул, характерная именно для данного метода распыления [19]. При высокой температуре, соответствующей закалке практически в однофазной  $\gamma$ -области, материал разупрочняется, и инертный газ, зажатый в результате воздействия ГИП, расширяясь, приводит к образованию пор. Наиболее наглядно это продемонстрировано на рис. 2, *в*.

Средние значения механических свойств материала после ГИП и термической обработки

Способ получения гранул	$\sigma_b$	$\sigma_{0,2}$	$\delta$	$\psi$	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>	$d_{отп}$ , мм	Длительная прочность, ч, при $\sigma^{650^\circ}=1118$ МПа
	МПа		%				
Газовая атомизация	1540	1200	10	11	17	2,99	90
Центробежное распыление	1610	1210	12	13	25	2,92	130

В зарубежной литературе данный процесс известен под термином TIP – thermal induced porosity (пористость, вызванная нагревом). Материал, изготовленный из гранул центробежного распыления, практически не имеет аргонной пористости, что обеспечивает ему более высокий предел прочности при сопоставимом пределе текучести. По-видимому, это связано с тем, что на значение  $\sigma_{0,2}$  главным образом влияют количество и размер  $\gamma'$ -фазы, т. е. структурные особенности, зависящие исключительно от режимов термической обработки, а не от метода производства гранул.

При наложении на материал после ГИП изотермической деформации при температуре на 70°C ниже температуры сольвус и проведении закалки (по тем же режимам, что и ранее) картина изменения размера зерен практически не изменилась. В целом на материале, изготовленном из гранул газовой атомизации, зерно мельче, и при закалке оно растет медленнее по сравнению с материалом из гранул центробежного распыления (рис. 4 и 5). Как отмечено ранее, это можно объяснить размером и дисперсностью карбидных фаз в гранулах, произведенных данными методами распыления.

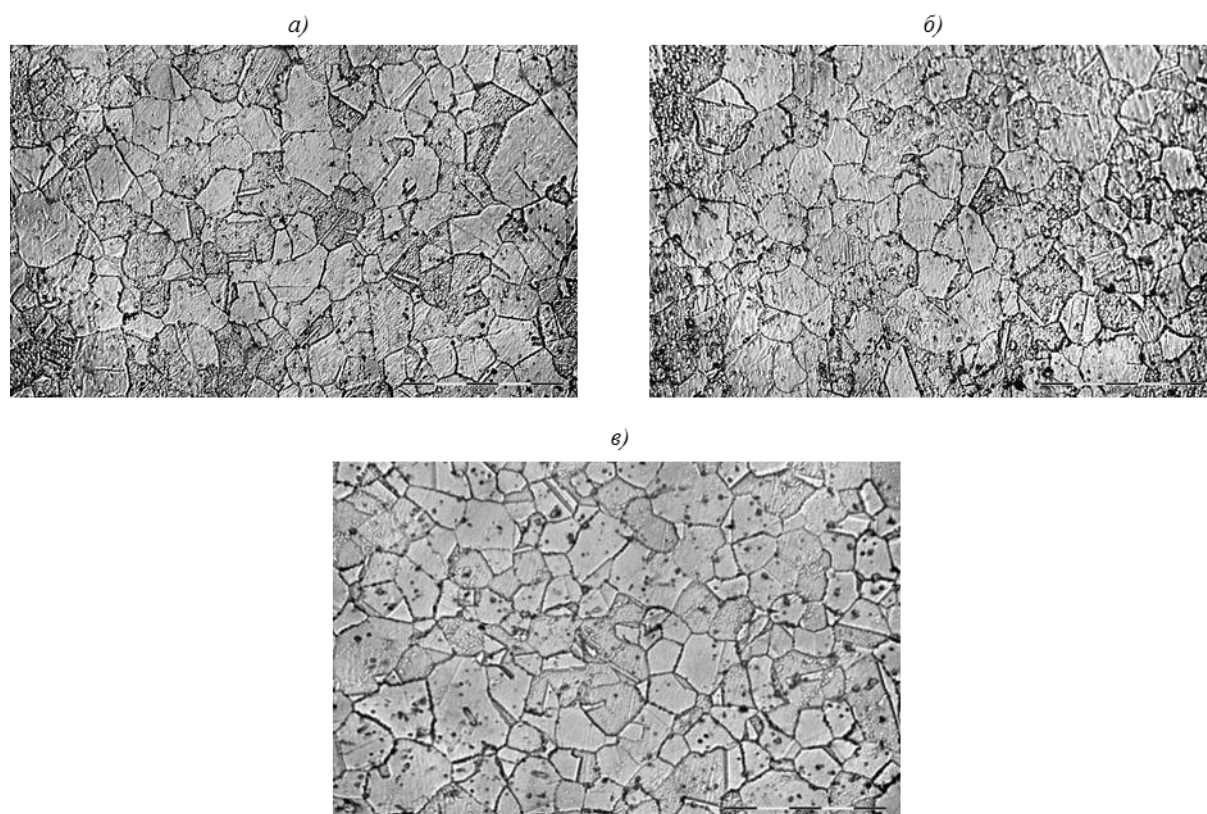


Рис. 4. Микроструктура ( $\times 500$ ) материала из гранул газовой атомизации после ГИП, деформации и закалки:

$a - T_{зак} = T_{п.р} - 10^\circ\text{C}$ ;  $b - T_{зак} = T_{п.р}$ ;  $c - T_{зак} = T_{п.р} + 10^\circ\text{C}$

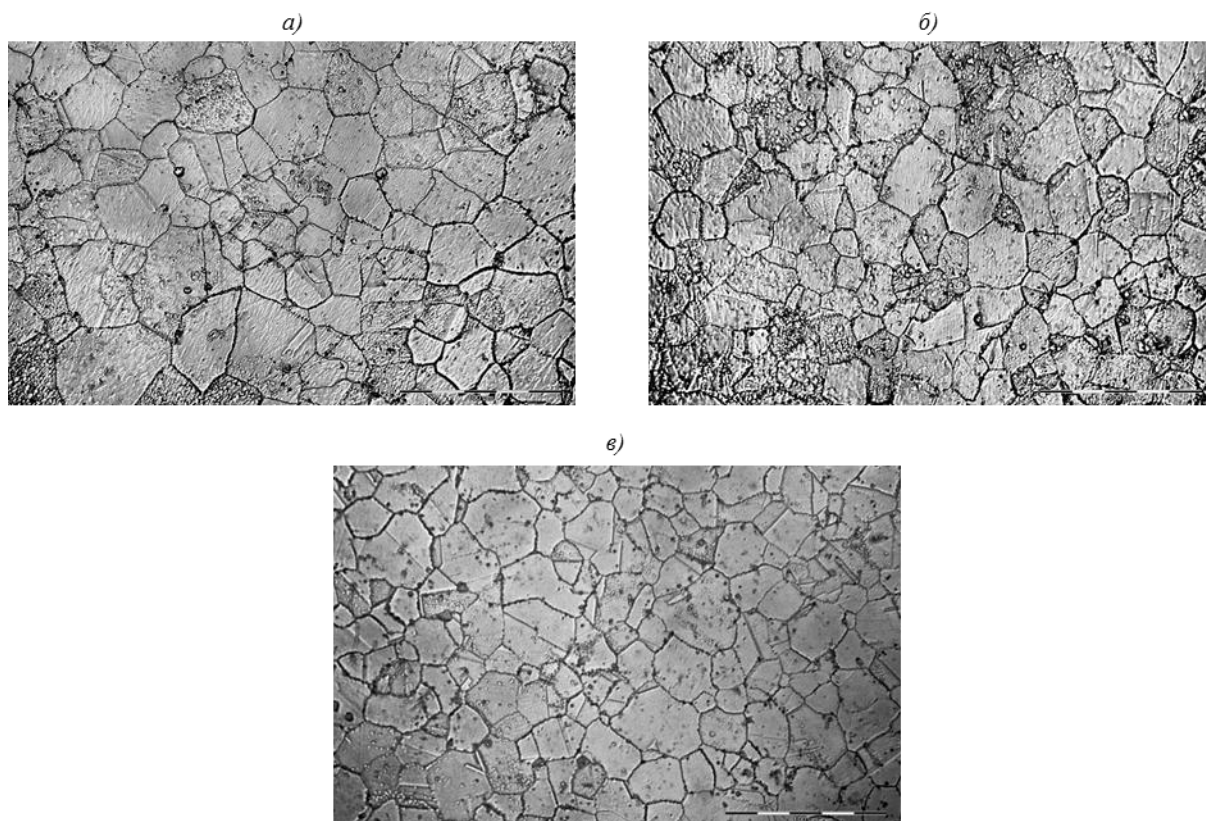


Рис. 5. Микроструктура ( $\times 500$ ) материала из гранул центробежного распыления после ГИП, деформации и закалки:

$a - T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}} - 10^\circ\text{C}$ ;  $b - T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}}$ ;  $e - T_{\text{зак}} = T_{\text{п.р}} + 10^\circ\text{C}$

Если сравнивать структуру материала после ГИП и закалки со структурой после ГИП, деформации и закалки, то при прочих равных условиях зерно на 3–5 мкм крупнее на деформированном материале. Это характерно и для гранул газовой атомизации (рис. 2 и 4), и для гранул центробежного распыления (рис. 3 и 5). Вероятно, это связано с более активным ходом рекристаллизационных процессов при нагреве после дополнительной изотермической деформации. Необходимо также отметить, что на деформированном материале из гранул газовой атомизации сильнее проявляется аргонная пористость по сравнению с аналогичным материалом после прямого ГИП. Это подтверждается и различием механических свойств в материале после ГИП, деформации и термообработки, изготовленном из гранул различных методов распыления, – падение свойств гораздо значительнее (табл. 3), если сравнивать с результатами после прямого ГИП (табл. 2).

Таблица 3

**Средние значения механических свойств материала после ГИП, изотермической деформации и термической обработки**

Способ получения гранул	$\sigma_B$	$\sigma_{0,2}$	$\delta$	$\psi$	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>	$d_{\text{отп}}$ , мм	Длительная прочность, ч, при $\sigma^{650^\circ} = 1118$ МПа
	МПа		%				
Газовая атомизация	1510	1270	8,5	6,5	19	2,92	75
Центробежное распыление	1670	1270	16	14	32	2,89	190

### Заключения

По результатам проведенных исследований можно утверждать, что использование гранул газовой атомизации для изготовления заготовок дисков методом ГИП требует устранения аргонной пористости гранул. Для этого необходимо проводить закалку из двухфазной области – существенно ниже температуры  $T_{п.р.}$ . Кроме того, известны такие технологические приемы, как снижение размера гранул (использование частиц фракций <63 мкм) и корректировка режимов атомизации. Преимущество в механических свойствах материала, изготовленного из гранул центробежного распыления, связано именно с отсутствием аргонной пористости, что позволяет проводить закалку при температуре вблизи температуры  $T_{п.р.}$  или выше нее.

Наложение после ГИП дополнительной изотермической деформации принципиально не меняет картину рекристаллизации сплава, а лишь интенсифицирует данный процесс. При прочих равных условиях зерно в материале, изготовленном из гранул газовой атомизации, растет в меньшей степени по сравнению с материалом из гранул центробежного распыления – независимо от наличия или отсутствия обработки давлением после ГИП.

В целом наложение дополнительной изотермической деформации благоприятно сказывается на однородности зеренной структуры и общем уровне механических свойств. Однако необходимо учитывать тот факт, что изготовление крупногабаритных заготовок дисков массой >200 кг с применением изотермической деформации связано с рядом технологических проблем. В связи с этим актуальной задачей является разработка технологии ГИП+деформация для производства заготовок дисков из гранул газоструйного распыления, а также оптимизация технологии изготовления крупногабаритных заготовок дисков методом прямого ГИП с использованием гранул центробежного распыления. По данным направлениям главным образом и будут продолжены исследования.

### 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. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002: юбил. науч.-технич. сб. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
3. 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. №S. С. 129–141.
4. 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.
5. Бубнов М.В., Сидоров С.А., Баженов А.Р., Чеботарева Е.С. Развитие теории и практики производства штамповок дисков ГТД из гетерофазных жаропрочных никелевых сплавов // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №2 (26). Ст. 02. URL: <http://materialsnews.ru> (дата обращения: 02.02.2018).
6. Гарибов Г.С., Востриков А.В., Гриц Н.М., Федоренко Е.А. Разработка новых гранулированных жаропрочных никелевых сплавов для производства дисков и валов авиационных двигателей // Технология легких сплавов. 2010. №2. С. 34–43.

7. Гарибов Г.С. Перспективы развития отечественных дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для новых образцов авиационной техники // Технология легких сплавов. 2017. №1. С. 7–28.
8. Ножницкий Ю.А. Проблемы применения гранулируемых сплавов в перспективных ГТД // Технология легких сплавов. 2007. №4. С. 13–20.
9. Furrer D., Fecht H. Ni-Based Superalloys for Turbine Discs // Journal of Metals. 1999. Vol. 51. P. 14–17.
10. Pollock T., Tin S. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties // Journal of Propulsion and Power. 2006. Vol. 22. No 2. P. 361–374.
11. Фаткуллин О.Х., Еременко В.И., Колесников Ю.Н. Особенности формирования структуры в процессе деформации и термической обработки гранулируемого сплава ЭП741НП // Технология легких сплавов. 1991. №12. С. 71.
12. Фаткуллин О.Х., Еременко В.И., Власова О.Н., Скляренко В.Г. Повышение пластичности (вплоть до сверхпластичности) гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов // Технология легких сплавов. 2002. №4. С. 105–118.
13. Береснев А.Г., Логунов А.В., Логачева А.И. Проблемы повышения качества жаропрочных сплавов, получаемых методом металлургии гранул // Вестник МАИ. 2008. Т. 15. С. 83–89.
14. 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.
15. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №5. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.02.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-4-4.
16. Давыдов А.К., Кононов С.А., Батурин А.И., Фаткуллин О.Х. Производство турбинных дисков по технологии металлургии гранул // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2008. №5. С. 21–22.
17. Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С., Моисеев Н.В., Капитаненко Д.В. Изотермическая деформация жаропрочных сплавов // Металлург. 2013. №10. С. 88–92.
18. Волков А.М., Востриков А.В. Образование и рост зерен в дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавах // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №2. (26). Ст. 01. URL: <http://materialsnews.ru> (дата обращения: 02.02.2018).
19. Wegmann G., Gerling R., Schimansky F. Temperature induced porosity in hot isostatically pressed gamma titanium aluminide alloy powders // Acta Materialia. 2003. Vol. 51. Issue 3. P. 741–752.