

УДК 669.018.44:699.245

А.А. Шестакова¹, Ф.Н. Карачевцев¹, Н.М. Жебелев¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ СТАРЕНИЯ
НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВЕ ВЖ177**

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-3-11

Представлены исследования влияния температуры старения на выделения вторичных карбидов и упрочняющей γ' -фазы в новом жаропрочном никелевом сплаве ВЖ177 для дисков ГТД. Установлена температура начала выделения мелкодисперсных карбидов по границам зерен. Определено изменение концентрации и размера γ' -фазы в интервале температур 850–1000°C. Предложен способ оценки структурно-фазовых превращений во время старения методом измерения микротвердости сплава. Представлены результаты механических испытаний после длительных выдержек, подтверждающие стабильность механических свойств материала при рабочих температурах.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, микроструктура, γ' -фаза, карбиды, термическая обработка, старение.

А.А. Shestakova¹, F.N. Karavchevtsev¹, N.M. Zhebelev¹**THE INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF AGEING TEMPERATURE
ON STRUCTURAL AND PHASE TRANSFORMATIONS IN VZh177**

The investigation of the influence of ageing temperature on the precipitation of secondary carbides and strengthen γ' -phase in new Ni-base superalloy VZh177 for disk application are presented in the article. The temperature of the precipitation beginning fine dispersion carbides at grain boundaries was established. The changing of the volume fraction and size of γ' -phase was determined in the temperature range from 850 to 1000°C. The method of the estimation of structural and phase transformations during ageing via microhardness testing of the alloy was suggested. The results of the mechanical tests after long-time exposure which confirm stability of mechanical properties of the material at the working temperatures were presented.

Keywords: nickel-base superalloy, microstructure, γ' -phase, carbides, heat treatment, ageing.

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

Введение

Проблема долговечности деталей газотурбинных двигателей, работающих в условиях воздействия высокотемпературного газового потока, является одной из важнейших в авиационном двигателестроении. Рост термомеханической напряженности деталей камеры сгорания, турбины и сопла является основной причиной малых межремонтных ресурсов газотурбинных двигателей при использовании в их конструкции серийных сплавов предыдущих поколений. В связи с этим особую актуальность приобретает проблема разработки новых жаропрочных сплавов и технологий их обработки [1–3]. Для получения высокого комплекса физико-механических свойств многокомпонентных жаропрочных никелевых сплавов необходимо не только тщательно подбирать легирующие элементы, но и формировать требуемое структурно-фазовое состояние материала, стабильное во всем интервале рабочих температур длительное время [4–6].

Для современных высоколегированных деформируемых жаропрочных никелевых сплавов принято проводить термическую обработку, состоящую из закалки из двухфазной области для формирования требуемого размера рекристаллизованного зерна и упрочняющих фаз, а также пересыщения твердого раствора, и двухступенчатого старения для довыделения из твердого раствора набора микро- и наночастиц упрочняющей γ' -фазы, образования карбидов и боридов требуемой морфологии [7, 8]. Исследованиям закалки посвящено большое количество научных работ, однако детальное рассмотрение процессов старения для никелевых деформируемых сплавов практически отсутствует.

Последнее обстоятельство связано не только с большим количеством легирующих элементов в составе современных жаропрочных никелевых сплавов и их сложным влиянием на термодинамические процессы, происходящие при распаде твердого раствора, но и с большой распространенностью эмпирического подхода в назначении режимов старения, когда исследователи опираются только лишь на конечные механические свойства материала.

Первое старение предпочтительно проводить при температуре выделения максимального количества упрочняющей γ' -фазы. Второе старение проводят при температуре на 20–50°C выше максимальной рабочей температуры для выравнивания структурно-фазового состояния и предотвращения возможных фазовых изменений непосредственно во время эксплуатации деталей [9].

Следует также уделять особое внимание вторичным карбидам, выделяющимся при данном виде термообработки. Для дисковых жаропрочных сплавов, работающих при температурах >750°C, именно упрочнение границ зерен мелкодисперсными карбидами в наибольшей степени обеспечивает высокие жаропрочные характеристики.

Из-за низких скоростей охлаждения при отливке исходных слитков под дальнейшую деформацию размер первичных карбидов MeC составляет 10–15 мкм и более. В связи с достаточно большим размером исходных карбидов MeC карбидная реакция может идти недостаточно интенсивно:



Кроме того, мелкозернистая структура деформированной заготовки характеризуется высокой протяженностью границ зерен. По причине двух указанных обстоятельств карбидное упрочнение в деформируемых сплавах затруднено и не всегда реализуется на практике. Во время старения происходит взаимодействие (1) первичных карбидов с γ -твердым раствором с образованием вторичных фаз типа Me_6C , Me_{23}C_6 и γ' -фазы [10].

Целью данной работы является исследование изменения микроструктуры нового деформированного жаропрочного никелевого сплава ВЖ177 в процессе старения. Особенностью сплава является повышенное легирование тугоплавкими элементами, что позволило достичь одновременно высоких показателей длительной прочности при 750°C ($\sigma_{100}^{750^\circ} = 770$ МПа) без существенной потери кратковременной прочности при комнатной температуре ($\sigma_{\text{в}}^{20^\circ} = 1550$ МПа) [11].

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 9.7. «Высокотемпературные деформируемые сплавы и композиционные материалы, упрочненные тугоплавкими металлическими волокнами и частицами, карбидами, нитридами и др., истираемые уплотнительные материалы» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

Материал для исследования – новый высокожаропрочный деформируемый сплав ВЖ177 на основе никеля системы легирования Ni–Co–Cr–W–Mo–Ta–Al–Ti–Nb–C.

Сплав для проведения исследований получен из чистой шихты путем вакуумно-индукционной выплавки с последующим переплавом в слитки методом высокоградиентной направленной кристаллизации (ВГНК). Далее слиток подпрессовывали в закрытом контейнере для измельчения структуры после переплава, проводили гомогенизационный отжиг и многоступенчатую изотермическую деформацию в двухфазной ($\gamma+\gamma'$)-области на гидравлическом прессе с применением установки индукционного нагрева штампов типа УИДИН [12].

Термическую обработку (закалку и старение) материала проводили в лабораторной камерной печи сопротивления типа СНОЛ, режимы закалки выбирали, основываясь на материалах статьи [13], таким образом, чтобы превратить деформированное рекристаллизованное зерно размером ~ 10 мкм (9 балл) в более крупное – до 40 мкм (6–7 балл).

После термической обработки образцы для исследования микроструктуры изготавливали на оборудовании фирмы Struers шлифованием с последующей полировкой с суспензиями различной зернистости (от большей к меньшей). Исследование выделения вторичных карбидов и измерение микротвердости проводили на нетравленных образцах, а исследование изменений упрочняющей γ' -фазы – на образцах после электролитического травления раствором бихромата калия в фосфорной кислоте.

Исследование микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-51 и на растровом электронном микроскопе Hitachi SU 8010, снабженном рентгеновским детектором Oxford Instruments X-Max (80 мм^2), при ускоряющем напряжении 15–25 кВ. Обработку изображений и исследование параметров фазовых выделений проводили в программах Analysis Start и Image Expert Pro 3.

Для измерения микротвердости подготовили 35 образцов: один образец после закалки, десять образцов после закалки и первого старения с разными временными выдержками (с интервалом 1 ч) и двадцать четыре образца после закалки, первого старения (с фиксированным временем выдержки) и второго старения с разными временными выдержками (с интервалом 1 ч.) Измерения проводили на микротвердомере DuraScan по методу Виккерса с применением индентора в форме усеченной четырехгранной алмазной пирамиды с квадратным основанием и углом при вершине между противоположными гранями 136 град при нагрузке 100 г в 50 точках на образце, произвольно расположенных по всему полю каждого исследуемого микрошлифа. Нагрузка выбрана таким образом, чтобы диаметр отпечатка был меньше среднего размера зерна γ -твердого раствора.

Для получения качественного достоверного результата значений микротвердости и исключения попадания случайных величин в результаты измерений произведен статистический анализ полученных выборок. Для этого для каждого набора измерений (для каждого образца) посчитано среднее арифметическое значение. Далее для определения границ интервалов, в которые попадут все полученные измерения с вероятностью $p=0,95$, проводили вычисление среднего квадратичного отклонения.

Среднее квадратичное отклонение измеряет абсолютный размер колебаний параметра, выражается в тех же единицах измерения, что и сам параметр, и является абсолютной мерой вариации значений. Для того чтобы понять, насколько велик разброс относительно самих значений, по формуле (2) рассчитывали параметр, который является относительной мерой вариации значений, – а именно коэффициент вариации, который измеряют в процентах:

$$V_i = \frac{\sigma_i}{\bar{X}_i} \cdot 100\%. \quad (2)$$

Поскольку коэффициент вариации для каждой выборки измерений микротвердости составлял <33%, то считали, что совокупности измерений однородные и могут использоваться для совместной групповой обработки.

Испытания при растяжении выполнены в соответствии с ГОСТ 1497–84 на цилиндрических образцах с рабочей частью $\varnothing 5$ мм. Испытания на длительную прочность проводили на аналогичных образцах по ГОСТ 10145–81 при температуре 750°C с постоянным приложенным напряжением 765 МПа.

Результаты

Микроструктура материала после закалки стандартна для современных многокомпонентных дисковых жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом деформации слитка [14–16], и представлена зернами γ -твердого раствора на основе никеля размером 40–50 мкм (рис. 1, *а*), выделениями крупной γ' -фазы и первичных карбидов (рис. 1, *б*, *в*).

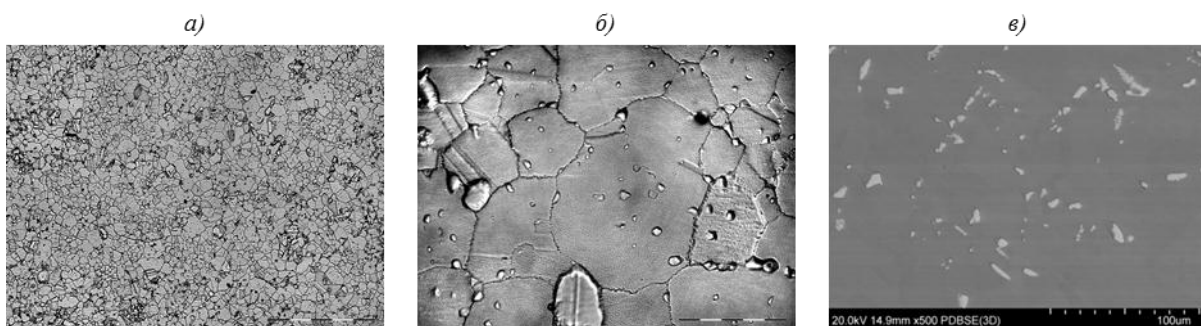


Рис. 1. Микроструктура сплава после закалки:
а – зернистая ($\times 100$); *б* – выделения крупной γ' -фазы и карбидов ($\times 1000$); *в* – карбиды ($\times 500$)

Для качественной оценки основных элементов, образующих первичные карбиды, проведено рентгеновское картирование материала после закалки при помощи энергодисперсионного спектрометра (ЭДС). Место съема для анализа приведено на рис. 2, *а*. Установлено, что наиболее интенсивные спектры при исследовании получали от титана (рис. 2, *б*), ниобия (рис. 2, *в*) и тантала (рис. 2, *г*). Поскольку эти элементы также входят в состав γ -матрицы и γ' -фазы, то менее выраженное излучение от них присутствует на всем изображении.

Для металлографического исследования образования вторичных карбидов изготовлены микрошлифы после термической обработки в интервале температур 850–1000°C с шагом 50°C. Исследование вторичных карбидов проводили на нетравленных шлифах с применением растрового электронного микроскопа со съемкой в режиме отраженных электронов. Данный режим позволяет получать контрастное изображение за счет разной электронной плотности фаз, входящих в состав исследуемого объекта.

Результаты анализа микроструктур показали, что температура начала выделения вторичных карбидных фаз из твердого раствора составляет $\sim 900^\circ\text{C}$ (рис. 3, *б*), а при 950°C их размеры достигают 1 мкм (рис. 3, *в*). Для всех исследованных температур характерно образование мелкодисперсных карбидов преимущественно вдоль границ зерен.

Исследование изменения упрочняющей γ' -фазы во время первого старения проводили на этих же шлифах после электролитического травления. Работу проводили на растровом электронном микроскопе в режиме вторичных электронов. На рис. 4 представлены микроструктуры γ' -фазы после термической обработки при разных температурах. Видно, что температура влияет не только на размер фазы, но и на ее морфологию: с увеличением температуры обработки форма изменяется с кубоидной (рис. 4, *а*) на близкую к сферической (рис. 4, *г*). Предположительно это связано с изменением

мисфита γ/γ' (величины несоответствия решеток матрицы и γ' -фазы) при различных температурах. Диаграмма состояния γ' -фазы в многокомпонентных дисковых сплавах имеет область переменной растворимости, поэтому при различных температурах химический состав фазы меняется и, следовательно, параметр кристаллической решетки также изменяется. Форма частиц (октетты, кубоидная или округлая), вероятно, зависит от напряжений, возникающих при когерентном искажении решеток γ/γ' .

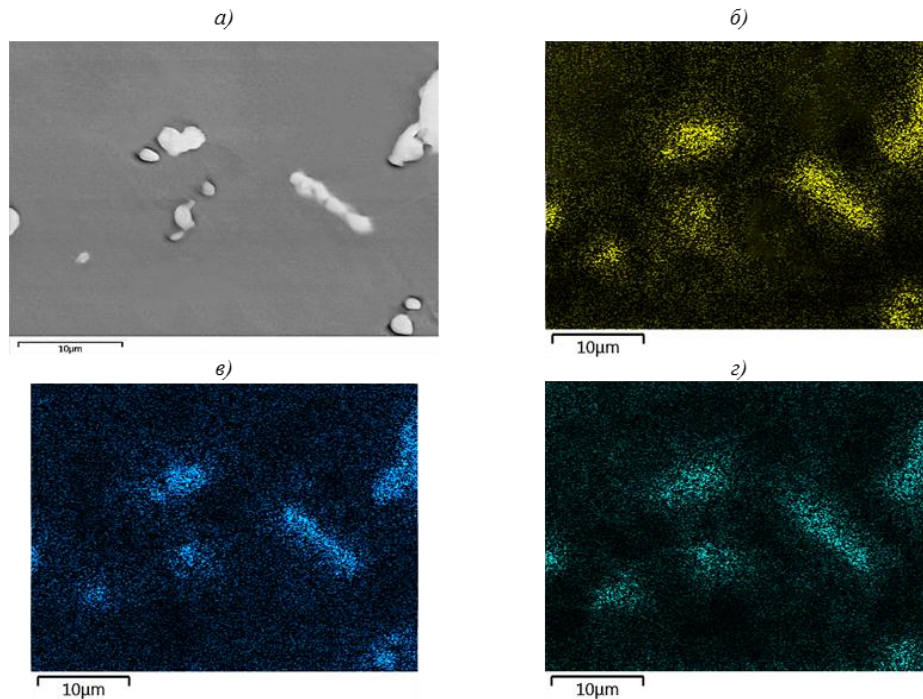


Рис. 2. Результат рентгеноструктурного картирования ($\times 5000$):
a – место съема информации; *б* – спектр титана; *в* – спектр ниобия; *г* – спектр тантала

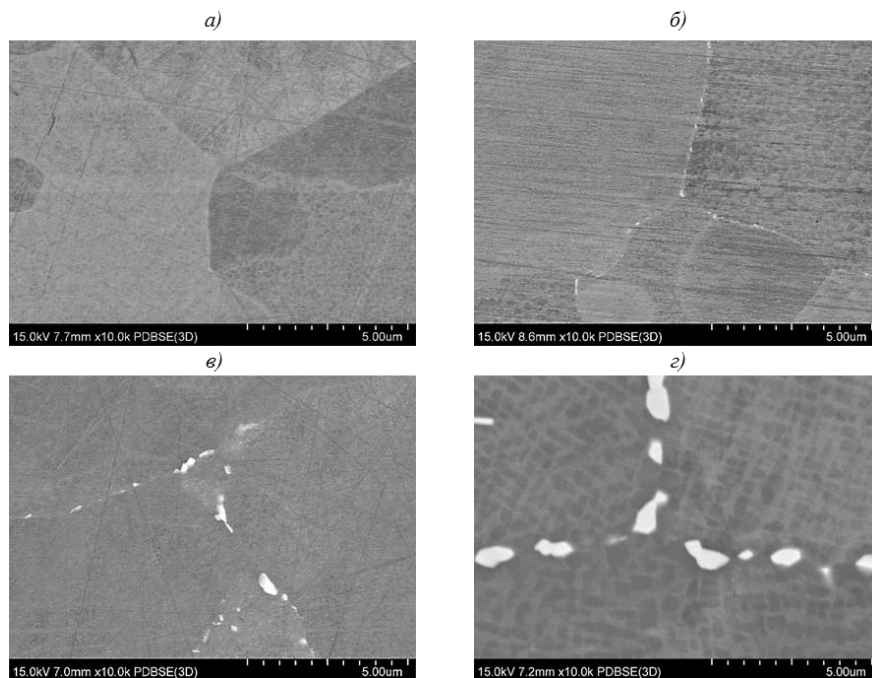


Рис. 3. Образование вторичных карбидов ($\times 10000$) по границам зерен при температурах старения 850 (*a*), 900 (*б*), 950 (*в*) и 1000°C (*г*)

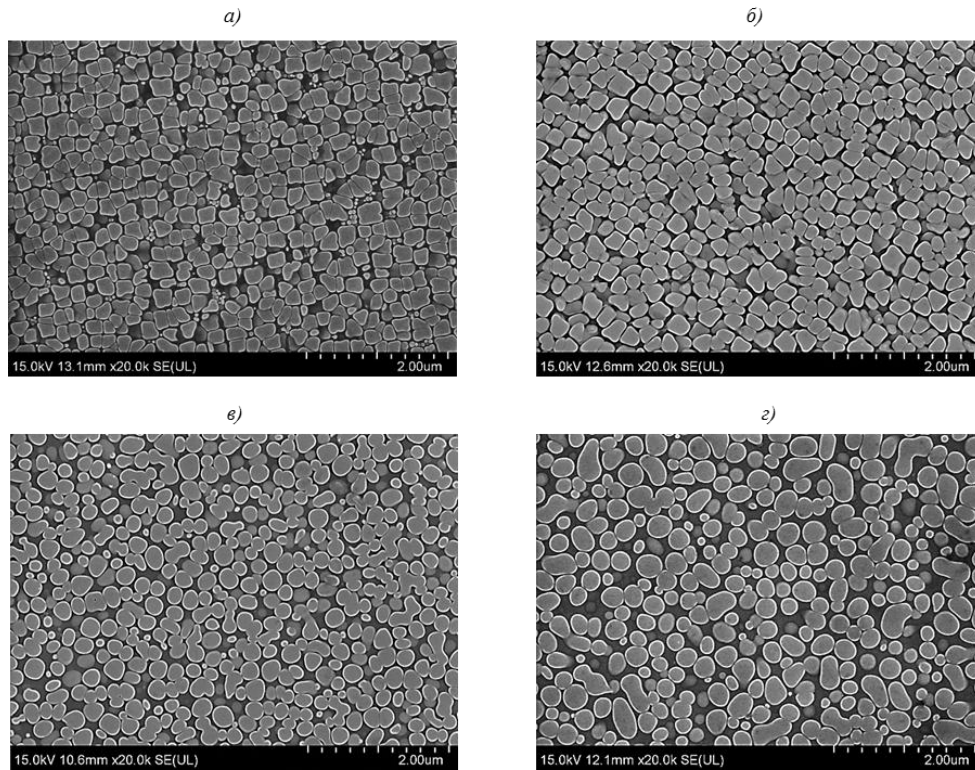


Рис. 4. Микроструктура ($\times 20000$) упрочняющей γ' -фазы при температурах старения 850 (а), 900 (б), 950 (в) и 1000°C (г)

В данной работе исследовано влияние температуры старения на концентрацию (рис. 5, а) и средний диаметр частиц (рис. 5, б) упрочняющей γ' -фазы. Установлено, что для данного сплава максимальная концентрация γ' -фазы достигается при термической обработке при $\sim 900^\circ\text{C}$. Средний диаметр частиц γ' -фазы при данной температуре достигает 0,26 мкм и практически не изменяется до 950°C. При более высоких температурах резко снижается концентрация фазы и постепенно уменьшается средний диаметр частиц.

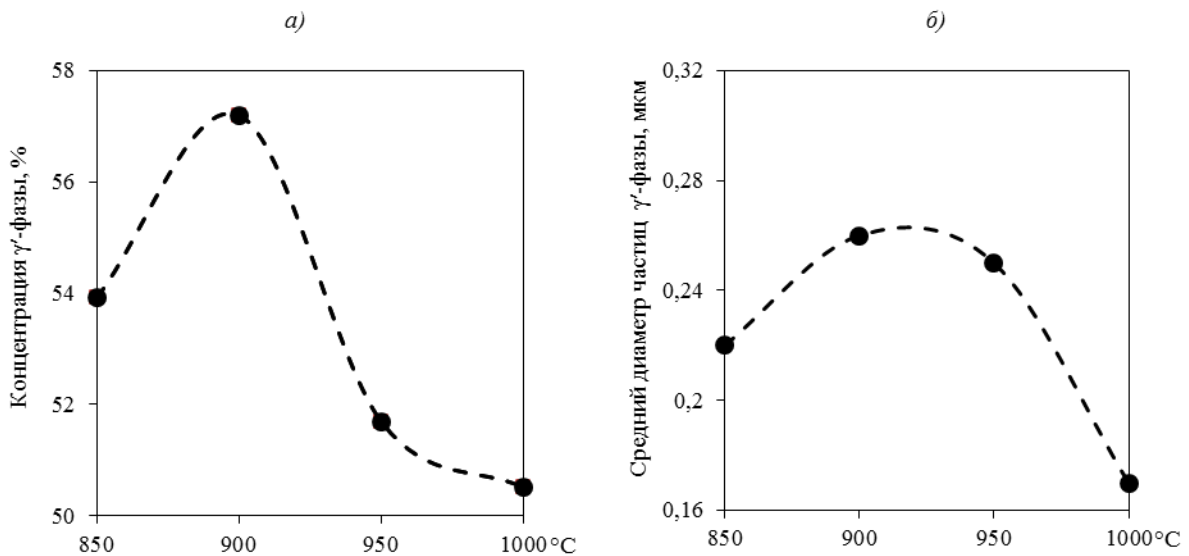


Рис. 5. Зависимость концентрации (а) и среднего диаметра частиц упрочняющей γ' -фазы (б) от температуры первого старения

При проведении второго старения в жаропрочных дисковых сплавах не происходит резких изменений микроструктуры, однако оно необходимо для завершения процессов формирования тонкой структуры (третичной γ' -фазы). Причем данные процессы могут идти достаточно продолжительное время. Задачей данного исследования было определение минимального времени, за которое в сплаве завершатся основные структурно-фазовые изменения, которые могут негативно сказаться при эксплуатации изделия на форсированном режиме двигателя (при забросе рабочей температуры газового потока в зоне обода и замкового паза дисков). Поэтому для оценки стабильности структуры выбран метод измерения микротвердости сплава при разной продолжительности выдержки – от 1 до 24 ч.

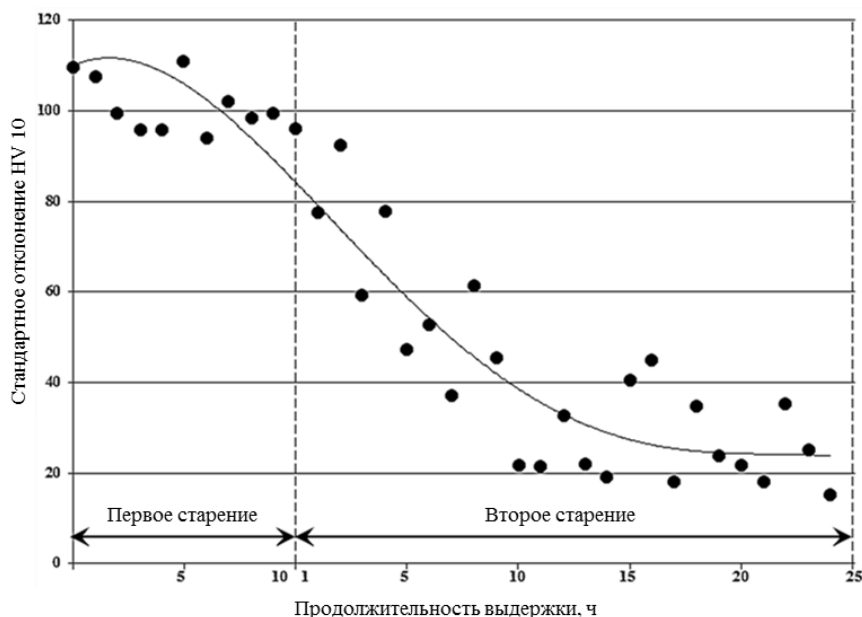


Рис. 6. Зависимость стандартного отклонения значений микротвердости сплава от продолжительности выдержки при первом и втором старении

На рис. 6 приведен график зависимости стандартного отклонения значений микротвердости сплава от продолжительности выдержки при первом и втором старении. Видно, что с увеличением времени колебания разброса микротвердости снижаются, что может свидетельствовать о завершении структурно-фазовых изменений в сплаве.

Обсуждение и заключения

Для нового жаропрочного дискового никелевого сплава ВЖ177 определены температурно-временные интервалы проведения термической обработки (первого и второго старения).

Установлено, что для реализации упрочнения границ зерен вторичными дисперсными карбидами необходимо проводить первое старение при температуре $>900^{\circ}\text{C}$. Показано также, что в реакции, проходящей в соответствии с формулой (1), участвуют первичные карбиды, основными образующими элементами которых являются ниобий, титан и тантал.

Установлено, что для обеспечения дисперсионного упрочнения сплава необходимо проводить первое старение в температурном интервале $900\text{--}950^{\circ}\text{C}$, в котором концентрация γ' -фазы достигает максимального значения ($\sim 57\%$), она имеет кубоидную форму со средним размером частиц $0,26\text{ мкм}$.

Второе старение необходимо проводить не менее 16 ч. По предложенному методу исследования установлено, что за данный временной интервал величина стандартного отклонения микротвердости снижается более чем в 2 раза, по сравнению с результатами после первого старения, что может свидетельствовать о завершении большинства структурно-фазовых превращений в сплаве. Для получения более достоверных результатов необходимо продолжить эксперимент с более продолжительной выдержкой при температуре второго старения.

Для подтверждения правильности полученных результатов исследованы механические свойства после полной термической обработки по разработанному режиму и после имитации наработки (выдержка при максимальной рабочей температуре 800°C в течение 1000 ч). Результаты приведены в таблице. Показано, что снижение кратковременной прочности и предела текучести составляет <10%, снижение пластичности – около 5%. Снижения жаропрочности материала не наблюдалось.

Свойства сплава ВЖ177 после полной термической обработки и последующей выдержки в течение 1050 ч при 800°C (средние значения)

Состояние сплава	Кратковременная прочность при 20°C				Жаропрочность при 750°C, σ=765 МПа, в течение, ч
	σ _в	σ _{0,2}	δ	ψ	
	МПа		%		
В исходном состоянии (после термообработки)	1550	1120	14,3	15,3	105
То же+выдержка 1050 ч при 800°C	1440	1020	13,5	14,5	118

Полученные в работе результаты и примененные подходы могут использоваться для разработки режимов старения аналогичных высоколегированных жаропрочных никелевых сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения // Защита и безопасность. 2014. №4. С. 28–29.
2. Оспенникова О.Г. Стратегия развития жаропрочных сплавов и сталей специального назначения, защитных и теплозащитных покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 19–36.
3. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Создание современных жаропрочных материалов и технологий их производства для авиационного двигателестроения // Крылья Родины. 2012. №3–4 С. 34–38.
4. 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.
5. 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 (43). С. 80–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86.
6. Locq D., Caron (Onera) P. On Some Advanced Nickel-Based Superalloys for Disk Applications // High Temperature Materials AL03-01. 2011. Issue 3. P. 1–9.
7. Ломберг Б.С., Бакрадзе М.М., Чабина Е.Б., Филонова Е.В. Взаимосвязь структуры и свойств высокожаропрочных никелевых сплавов для дисков газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2011. №2. С. 25–30.
8. Gabb T.P., Gayda J., Johnson D.F. et al. Comparison of γ-γ' Phase Coarsening Responses of Three Powder Metal Disk Superalloys // NASA/TM–2016-218936. February, 2016.
9. Овсепян С.В., Ломберг Б.С., Бакрадзе М.М., Летников М.Н. Термическая обработка деформируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД // Вестник Московского

- государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2011. № SP2. С. 122–130.
10. Симс Ч.Т., Столофф Н.С., Хагель У.К. Суперсплавы II: Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок в 2 кн. Пер. с англ. / под ред. Р.Е. Шалина. М: Металлургия, 1995. Кн. 1. 384 с.
 11. Жаропрочный деформируемый сплав на основе никеля и изделие, выполненное из этого сплава: пат. 2280091 Рос. Федерация. №2004137299/02; заявл. 21.12.04; опубл. 20.07.06.
 12. 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.
 13. Буякина А.А., Летников М.Н., Бакрадзе М.М., Шугаев С.А. Влияние термомеханической и термической обработки на структуру и свойства сплава ВЖ177 // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2016. №10. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.04.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-2-2.
 14. Филонова Е.В., Бакрадзе М.М., Кочубей А.Я., Вавилин Н.Л. Исследование изменений структурно-фазового состояния сплава ВЖ175 в процессе горячей деформации и термической обработки // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №3. С. 10–13. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-10-13.
 15. Gaofeng Tian, Jinwen Zou, Yu Wang, Wuxiang Wang. Hot Deformation Behaviors and Microstructure Evolution in a New PM Nickel-Base Superalloy // *Advanced Materials Research*. 2011. Vol. 278. P. 411–416.
 16. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Летников М.Н., Мазалов И.С. Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 116–129. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129.