

На правах рукописи

**Булахтина Марина Анатольевна**

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В ЛИТЕЙНЫХ СПЛАВАХ  
НА ОСНОВЕ Ni<sub>3</sub>Al ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ, ПОСТОЯННЫХ И  
ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЖЕНИЯХ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ**

2.6.1 (05.16.01) – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Москва – 2022

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

**Научный руководитель:**

**Поварова Кира Борисовна** доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник ИМЕТ РАН

**Научный консультант:**

**Дроздов Андрей Александрович** кандидат технических наук, заместитель директора Научно-производственного центра порошковой металлургии ФГУП ГНЦ «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

**Официальные оппоненты:**

**Ночовная Надежда Алексеевна** доктор технических наук, профессор, заместитель начальника лаборатории Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

**Гнесин Иван Борисович** кандидат технических наук, старший научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела Российской академии наук

**Ведущая организация:**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)».

Защита диссертации состоится «9» июня 2022 г. в 14-00 часов на заседании диссертационного совета 24.1.078.01 (Д 002.060.01), созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по адресу: 119334, г. Москва, Ленинский пр., 49, БКЗ

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИМЕТ РАН, а также на официальном сайте ИМЕТ РАН <http://www.imet.ac.ru>

Автореферат разослан: «    » апреля 2022 года.

Ученый секретарь диссертационного совета  
доктор технических наук, доцент



М.В. Костина

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы** определяется необходимостью повышения рабочих температур ( $T_{\text{раб}}$ ) ответственных деталей авиационных газотурбинных двигателей (ГТД), которые сейчас не превышают 1050-1100°C. Повышение температуры газа перед турбиной ГТД обеспечивает увеличение работы цикла, повышение удельной мощности, уменьшение габаритов и снижение веса двигателя, снижение расхода топлива, улучшение экологических характеристик двигателя. Сопловые и рабочие лопатки, а также многие другие ответственные детали горячего тракта современных ГТД изготавливают из сложнолегированных, многокомпонентных жаропрочных никелевых суперсплавов (ЖНС). Недостатком ЖНС является то, что они разупрочняются при подсолидусных температурах из-за растворения  $\gamma'_{\text{ВТ}}$  в  $\gamma$  твердом растворе на основе никеля ( $\gamma\text{Ni}$ ) при температурах выше  $T_{\text{solvus}}$ . Для нового поколения авиационных и ракетных двигателей необходимы конструкционные материалы, имеющие более низкую плотность, которые можно эксплуатировать при температурах выше рабочих температур ЖНС. К таким материалам относятся легкие жаропрочные и жаростойкие сплавы на основе интерметаллидов (ИМ) - алюминидов переходных металлов. Наиболее продвинутыми из них являются сплавы на основе  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА, рабочие температуры которых на 100-150°C выше таковых для ЖНС, которые могут кратковременно работать на воздухе. Эти ИМ сплавы сочетают жаропрочность при 1100-1200°C с низкотемпературной пластичностью. Большой вклад в развитие работ по этим сплавам внесли В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, К.Б. Поварова, Г.И. Морозова, Е.Р. Голубовский. Была разработана такая система легирования и такое соотношение основных (Ni и Al) и легирующих элементов (ЛЭ), которое обеспечивает соотношение фаз в сплаве, близкое к эвтектическому. Это определяет высокую термостабильность гетерофазной ( $\gamma'+\gamma$ ) структуры и, следовательно, упрочнение, вплоть до температуры начала плавления ( $T_{\text{solidus}}$ ). Сплавы на основе  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  являются более легкими и жаростойкими, чем ЖНС, благодаря более высокому содержанию алюминия и более низкому (в 1,5-2,3 раза) содержанию тяжелых тугоплавких металлов. Эти сплавы предназначены и уже используются для изготовления рабочих и сопловых лопаток, створок сопла, камер сгорания и других ответственных деталей газотурбинных двигателей гражданской и военной авиации. Тяжело нагруженные детали современных авиационных ГТД работают в условиях высоких температур, термоциклирования, постоянных и знакопеременных нагрузок. Это интенсифицирует развитие в материале диффузионных и усталостных процессов, приводит к деградации структуры и, следовательно, к снижению жаропрочности, пластичности и вязкости разрушения, что ограничивает как рабочие температуры, так и срок службы наиболее нагруженных деталей. Для выбора оптимальных режимов процессов получения и термической обработки (ТО) многокомпонентных жаропрочных легких ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА необходимо изучение строения сплавов на всех стадиях их получения и эксплуатации, начиная от формирования структуры при затвердевании (кристаллизации), до разрушения в различных условиях, установление корреляции между происходящими при этом изменениями структуры и долговечностью материалов деталей горячего тракта современных ГТД.

**Целью диссертационной работы** является дальнейшее развитие физико-химических принципов легирования и создания специальных структурно-фазовых состояний в процессе кристаллизации и термической обработки легких, жаропрочных конструкционных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , обеспечивающих повышение их долговечности в условиях постоянных и циклических нагрузок при температурах 1000-1200°C.

*Для достижения поставленной цели необходимо решение следующих задач:*

1. Провести анализ систем легирования и способов термической обработки, использованных при создании отечественных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al.
2. Выявить характерные особенности формирования структурно-фазовых состояний в сплавах на основе Ni<sub>3</sub>Al в зависимости от способа выплавки и условий направленной кристаллизации (НК).
3. Выявить характерные особенности изменения ячеисто-дендритной структуры монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al при термической обработке и установление корреляции этих изменений с характеристиками жаропрочности.
4. Выявить характерные особенности изменения ячеисто-дендритной структуры монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al в условиях кратковременных и длительных испытаний при статических и циклических нагружениях.
5. Установить корреляцию между изменением структурно-фазового состояния и характеристиками жаропрочности при температурах до 1200°C гетерофазных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированных титаном, хромом, молибденом, вольфрамом, в том числе сплавов, содержащих кобальт и рений.

**Научная новизна** диссертационной работы:

1. Изучены структурно-фазовые превращения и степень дендритной микроликвации в монокристаллах ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированных Ti, Cr, Mo, W, Co и Re, в состояниях после НК, низко- и высокотемпературной ТО, кратковременных и длительных испытаний при статическом и циклических нагружениях.
2. Установлено, что увеличение продолжительности и повышение температуры ТО приводит к так называемой «гомогенизации» ( $\gamma'+\gamma$ ) интерметаллидных сплавов, сохраняющих гетерофазную структуру вплоть до T<sub>solidus</sub>. Коэффициенты дендритной микроликвации всех ЛЭ (кроме Re) приближаются к единице, формируется, принципиально отличающаяся от структуры ЖНС, характерная для дендритов ( $\gamma'+\gamma$ ) структура. Это приводит к снижению долговечности по сравнению с литым материалом, который сохраняет максимальную микроликвационную неоднородность после кратковременной ТО для снятия литейных напряжений.
3. Установлено наличие температурной аномалии предела выносливости при испытаниях на малоцикловую усталость (МЦУ) сплавов на основе  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al (сверхструктура L1<sub>2</sub>) типа ВКНА. Это обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой L1<sub>2</sub>. При температуре максимума в Ni<sub>3</sub>Al происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое.
4. Установлено, что при температурах ниже температуры максимума прочности сплавы типа ВКНА ведут себя, как композиционный материал, в котором достаточным запасом пластичности обладает только вязкая структурная составляющая  $\gamma$ Ni с ГЦК неупорядоченной кристаллической структурой.

**Практическая значимость работы:**

1. Рекомендованы температурно-временные параметры кратковременной ТО монокристаллов ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА, обеспечивающие сохранение максимальной микроликвационной неоднородности, что позволило повысить долговечность литых изделий.
2. Рекомендации по способу поэтапного введения основных и легирующих элементов в зависимости от их реакционной способности при вакуумной индукционной плавке (ВИП) заготовок для НК позволили предотвратить выделение крупных частиц топологически

плотнупакованных (ТПУ) фаз, аккумулярующлх тугоплавкле ЛЭ, что обеспелчло повышленне долговечности ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов.

3. Получен патент РФ на литейный сплав на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  и изделие, выполненное из него, с повышенными характеристиками малоцикловоу усталостн на базе  $N=10^4$  циклов.

**Положения, выносимые на защиту:**

1. Новые углубленные знания о структурно-фазовом строении литейных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , легированных Ti, Cr, Mo, W, Co и Re, в состояниях после НК, низко- и высокотемпературной ТО, кратковременных и длительных испытаний при статическом и циклических нагружениях в широком диапазоне температур.

2. Особенности микроликвационной неоднородности гетерофазных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  типа ВКНА.

3. Особенности «гомогенизации» ( $\gamma'+\gamma$ ) интерметаллидных сплавов, сохраняющих (в отличие от жаропрочных никелевых сплавов) гетерофазную структуру вплоть до  $T_{\text{solidus}}$ .

4. Особенности разрушения при испытаниях на МЦУ гетерофазных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $L1_2$  сверхструктура), связанные со сменой октаэдрического скольжения кубическим при переходе через температуру максимума прочности.

5. Экспериментальные данные, показывающие, что при температурах ниже температуры смены систем скольжения в  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  сплавы ведут себя, как композиционный материал, в котором достаточным запасом пластичности обладает только вязкая структурная составляющая  $\gamma\text{Ni}$  с ГЦК неупорядоченной кристаллической структурой.

**Апробация результатов работы.** Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих научно-технических конференциях: IV-VIII международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 2011, 2013, 2015, 2017, 2019 г.; VIII-XVII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 2011-2020 г.; «Усталость и термоусталость материалов и элементов конструкций», Киев, 2013 г.; «Вторая Всероссийская молодежная научно-техническая конференция с международным участием "Инновации в материаловедении"», Москва, 2015 г.; «XX Менделеевский съезд по общей и прикладной химии», Екатеринбург, 2016 г.; «Химия твердого тела и функциональные материалы», Санкт-Петербург, 2018 г.; «Развитие методов исследования химического состава металлов, сплавов и неорганических материалов», Москва, 2020 г.

**Личный вклад автора.** Основные положения результатов диссертационной работы основываются на структурных исследованиях, выполненных лично или при непосредственном участии соискателя. Все экспериментальные результаты получены самим соискателем или с его непосредственным участием. Анализ полученных результатов и подготовка публикаций выполнена при участии соавторов

**Достоверность** полученных результатов обусловлена последовательным теоретическим анализом и подтверждающими его данными испытаний и исследований, согласованностью и воспроизводимостью полученных результатов, а также использованием современного оборудования, подтверждена значительным количеством экспериментальных результатов, полученных с использованием современных взаимодополняющих методов исследования структуры, фазового состава и свойств изучаемых сплавов. Диссертационная работа выполнялась в рамках Госзаданий ИМЕТ РАН и грантов РФФИ: офи-м\_13-012133, 13-03-00200, 16-03-00721 и 19-03-00852.

**Публикации.** Все основные материалы диссертации в полной мере изложены в 31 печатной работе: 18 статей опубликовано в рецензируемых журналах, из них 9 статей в журналах, рекомендованных ВАК, 8 статей в журналах, индексируемых в международной базе данных Scopus, 18 статей в журналах, индексируемых в международной базе данных Web of Science; 10 статей в сборниках материалов конференций, входящих в базы данных РИНЦ; патент РФ №2433196 на изобретение.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 113 наименований. Общий объем диссертации составляет 127 страниц, в том числе 58 рисунков, 15 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** отмечена необходимость замены никелевых жаропрочных сплавов для нового поколения авиационных ГТД на конструкционные материалы, имеющие более низкую плотность, эксплуатация которых возможна при температурах выше рабочих температур никелевых суперсплавов. К таким материалам относятся осологкие жаропрочные и жаростойкие сплавы на основе алюминидов переходных металлов, в частности, на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  типа ВКНА, рабочие температуры которых на 100-150°C выше рабочих температур никелевых суперсплавов. Сформулирована цель и поставлены задачи исследования.

**В первой главе** представлен аналитический обзор литературных данных по сплавам на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ . Современные зарубежные сплавы на основе  $Ni_3Al$  содержат в качестве компонента бор, т.к. он положительно влияет на низкотемпературную пластичность  $Ni_3Al$  при комнатной температуре. Недостатком сплавов на основе  $Ni_3Al$ , легированных бором, является вероятность снижения температуры плавления ( $T_{пл}$ ) из-за образования борсодержащих эвтектик, а также повышенная склонность к горячеломкости. Создание отечественных сплавов на основе  $Ni_3Al$  (в отличие от сплавов GB, USA и Китая) велось в направлении практически полного исключения бора. Описаны принципы легирования сплавов на основе  $\gamma'Ni_3Al$  и представлены двойные и тройные диаграммы состояния (ДС), являющиеся базовыми для разработки ЖНС и сплавов на основе  $\gamma'Ni_3Al$ . Существуют два основных варианта двойной ДС системы Ni-Al, предполагающие две разные схемы кристаллизации этих сплавов: (1)  $\gamma'Ni_3Al$  фаза образуется по перитектической реакции  $L+\beta NiAl \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al$  и образует с  $\gamma Ni$  эвтектику  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$ ; (2)  $\gamma'Ni_3Al$  фаза образуется по перитектической реакции  $L+\gamma Ni \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al$  и образует с  $\beta NiAl$  эвтектику  $L \leftrightarrow \gamma'Ni_3Al + \beta NiAl$ . Показано, что выбор системы легирования определен несколькими факторами, среди которых решающее значение имеют термодинамическая стабильность гетерофазной структуры и твердорастворное упрочнение обеих основных фаз. Чем больше различие в атомных размерах и электронном строении замещаемого атома (Al и/или Ni) и ЛЭ, тем больше упрочнение при  $T < 0,6T_{пл}$ . При  $T > 0,6T_{пл}$  упрочнение связано с замедлением диффузионных процессов при легировании тугоплавкими «медленными, тяжелыми» металлами. В качестве базовых систем легирования сплавов типа ВКНА на основе  $\gamma'Ni_3Al$  принята система Ni-Al-Cr-Ti-W-Mo-(Co)-(Re), которая содержит такое количество компонентов, которое обуславливает в сплаве соотношение  $\gamma'Ni_3Al$  и  $\gamma Ni$  фаз, равное (или близкое) эвтектическому  $\gamma'Ni_3Al-(10-15\%)\gamma Ni$ . Это обеспечивает высокий уровень характеристик низкотемпературной пластичности в отсутствие бора, а также неизменность фазового состава сплава и, следовательно, его высокую

термостабильность (сохранение гетерофазной ( $\gamma' + \gamma$ ) структуры при повышении температуры вплоть до предплавильных).

**Во второй главе** описаны материалы и методы исследования, использованные для решения поставленных задач. В качестве шихтовых материалов использовали никель марки Н1, алюминий марки А99, электролитический хром марки ЭРХ-1, молибден металлический в виде штабиков марки МШ-В, йодидный цирконий, лигатуры Ni-10% мас. W и NiLa. Шихтовые заготовки в виде слитков диаметром 60 мм и массой 10 кг получали методом вакуумной индукционной плавки. Разливку расплава осуществляли в инертной атмосфере аргона. Шихтовые заготовки расплавляли в ВИП для последующей направленной кристаллизации с температурным градиентом  $G=60, 80$  и  $150$  °C/см и скоростями кристаллизации  $R = 5, 10$  и  $20$  мм/мин (скорость охлаждения  $G \cdot R=30-300$ °C/мин) от затравки с кристаллографической ориентацией (КГО)  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 001 \rangle$ . Исследовали монокристаллы диаметром 16 мм и длиной  $170 \div 180$  мм без макрограней, отклонение от заданного направления КГО  $\leq 10^\circ$ , разориентация между блоками  $\leq 6^\circ$ . Микроструктурный анализ проводили с помощью оптической микроскопии (ОМ) на инвертированном металлографическом микроскопе "Olympus" модели GX51, применяя методы количественной металлографии для определения объемных долей структурных составляющих (компьютерная программа Atlas) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопах Carl Zeiss LEO-1420, JEOL JSM-840 и FEI Scios в режимах вторичных (SE). Исследование тонкой структуры образцов проводилось методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии (ПЭМ и ПРЭМ) на микроскопе Теспаі G2 F20 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ. Микрорентгеноспектральный анализ (МРСА) проводили для изучения распределения элементов в различных фазах и на фазовых границах на СЭМ MSM-5 типа МИНИ-СЭМ, на СЭМ в комплекте с рентгеноспектральным микроанализатором "Супер-зонд" JXA-733. Определение кристаллографической ориентации заготовок осуществляли рентгеновским методом на установке ДРОН-3.

Испытания на растяжение при комнатной и повышенной температурах, длительные высокотемпературные испытания на долговечность проводили в ВИАМ на цилиндрических образцах (диаметр и длина рабочей части 5 и 25 мм соответственно) по стандартным методикам (ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение», ГОСТ 9651-84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение при повышенных температурах», ГОСТ 10145-81 «Металлы. Метод испытания на длительную прочность» соответственно). Испытания на малоцикловую усталость на базе  $10^4$  циклов проводили в ВИАМ при температурах 20, 750 и 950°С при «мягком» нагружении в «пульсирующем» режиме (повторное растяжение, коэффициент асимметрии цикла  $R=0,1$ , частота нагружения 1 Гц) на гладких разрывных 5-кратных образцах круглого сечения с резьбовыми захватами на машине PSB-10 (ГОСТ 25.502-79). Испытания на малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении (термоциклирование) были проведены в ЦИАМ (ГОСТ 25.505-85 «Методы механических испытаний металлов. Метод испытаний на малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении»). Испытания монокристаллических образцов из сплава ВКНА-1В на термоусталость проводили при границах термоцикла  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$ ,  $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$  при различных значениях размаха напряжений в термоцикле  $\Delta\sigma_{\text{терм}}$  (сумма максимального сжимающего напряжения при нагреве и растягивающего напряжения при охлаждении).

Термическую обработку сплавов проводили в печах типа СНОЛ в воздушной атмосфере, охлаждение на воздухе. Образцы помещались в нагретую печь.

**Третья глава** посвящена изучению влияния способа выплавки, режимов кристаллизации и термической обработки на структуру и механические свойства монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА-1В и ВКНА-25 (таблица 1).

Таблица 1. Содержание (мас. %) основных ЛЭ в сплавах (Ni-основа)

Сплав	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Re	W+Re+Mo
ВКНА-1В	8,6	1,6	5,7	-	3,1	3,5	-	6,6
ВКНА-25	8,37	0,52	5,7	4,5	5,14	3,0	1,6	9,74

Исследовали влияние способа введения основных и легирующих элементов при получении заготовок методом ВИП на строение и механические свойства сплавов.

**Выплавка заготовок по I способу** (стандартная процедура), предполагает введение в тигель вакуумной индукционной печи всего Al (совместно Ti + Zr + Al) в шихту, состоящую из Ni, Co, Cr, W, Ta, Mo, Re и очищенного лома. При одновременной загрузке шихтовых материалов при нагреве до 1480-1500°C происходит интенсивный алюмотермический разогрев шихты и образующегося расплава до высоких температур (~1750-1850°C), что является нежелательным, поскольку препятствует удалению С и О в виде СО, так как образуются тугоплавкие карбиды. Кроме того, происходит опускание на дно расплава (и слитка) тяжелых тугоплавких ЛЭ, которые не успевают прореагировать с расплавленным алюминием и раствориться в расплаве.

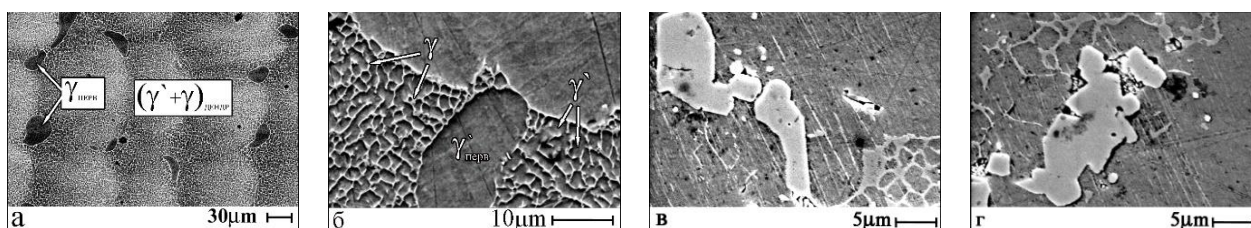


Рис. 1. Микроструктура НК сплава ВКНА-1В (а, б), ТПУ-фазы. I способ плавки (в, г)

По данным МРСА состав крупных включений фаз на рис. 1 соответствует примерной формуле Ni<sub>35</sub>Mo<sub>34</sub>Cr<sub>14</sub>W<sub>8,7</sub>Al<sub>4</sub>Si<sub>3</sub>Ti<sub>1,3</sub>. Включения представляют собой ТПУ фазу (твёрдый раствор на основе δ-фазы в системе Mo-Ni).

**Выплавка заготовок по II способу** предполагает поэтапное введение элементов в шихту и расплав при ВИП для протекания реакционного сплавообразования в оптимальной последовательности. На первой стадии в шихту вводили химически неактивные (реакционно-неактивные) элементы Ni, W, Mo, Re, в том числе через лигатуры типа W<sub>x</sub>Ni<sub>y</sub>, более легкоплавкие и с меньшей плотностью, чем ЛЭ (W, Re), чтобы устранить необходимость перегрева расплава и предотвратить опускание тяжелых ЛЭ в донную часть ванны. На второй стадии последовательно вводили 2-3 порциями весь Cr и весь Ti. На третьей стадии последовательно вводили 3-4 порциями реакционно-активные элементы, образующие термодинамически стабильные оксиды (первые порции Al вместе со всем Zr и Ti, последняя порция Al вместе со всем La или другими РЗМ) в виде лигатуры NiLa. Выдержки расплава между стадиями и перед разливкой в чугунные кокили (получение заготовок для последующей НК) при 1500-1550°C составляли 5-10 мин.



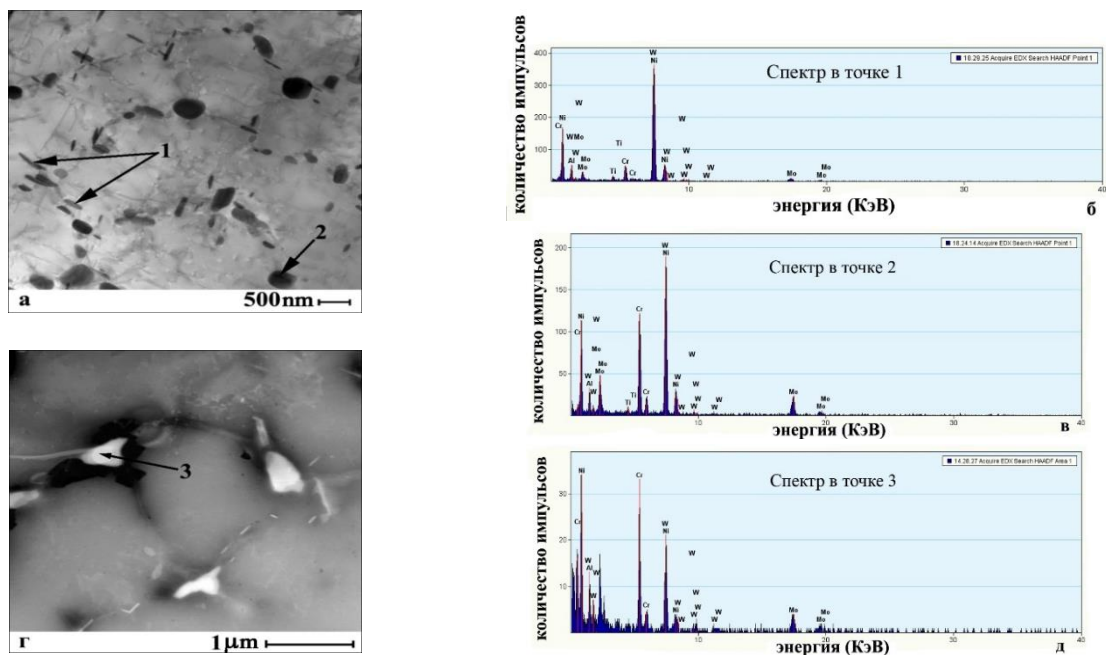


Рис. 2. Микроструктура и ЭДС наноразмерных включений ТПУ фаз, содержащих тугоплавкие металлы, в монокристаллах сплава ВКНА-1В, выплавленных по способу II. ПРЭМ

В НК сплавах из заготовок, выплавленных по способу II отсутствуют крупные включения ТПУ фаз (рис. 1), аккумулирующие тугоплавкие металлы и являющиеся потенциальными источниками зарождения трещин. Образуются субмикронные округлые и плоские выделения фаз с упорядоченной ОЦК структурой (200-500 нм), содержащие тугоплавкие элементы (рис. 2а). Округлые типа  $\sigma$ -фаз включения на рис. 2а, и компактные включения неправильной формы на рис. 2 г (~ 500 нм) обогащены хромом (рис. 2в и 2д соответственно). Такие структурные изменения обеспечили повышение характеристик жаропрочности, что показано на примере сплава ВКНА-1В (табл. 2).

Таблица 2. Влияние способа ВИП заготовок сплава ВКНА-1В на прочность и пластичность при 1000, 1100 и 1200°C монокристаллов с КГО <111> с 0,1 мас. % La

Т, °С	$\sigma_{0,2}$ , МПа		$\sigma_B$ , МПа		$\delta$ , % (среднее)	
	I	II	I	II	I	II
1000	440	507-540	540	596-618	32	28
1100	360	405-440	420	457-500	24	25
1200	196	215	250	275-283	31	28

**Влияние условий НК на структуру и свойства монокристаллов.** Монокристаллы сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25, независимо от скорости охлаждения при кристаллизации, имеют ячеисто-дендритную структуру (рис. 3), которая представляет собой двухфазные ( $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al+ $\gamma$ Ni)-дендриты и крупные включения первичных выделений  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al<sub>перв</sub> в междендритном пространстве. В дендритах участки  $\gamma'$ Ni<sub>3</sub>Al-матрицы разделены тонкими прерывистыми прослойками  $\gamma$ -твердого раствора на основе никеля. Кристаллизация сплава ВКНА-25 заканчивается образованием в междендритном пространстве двухфазных

выделений  $\gamma'Ni_3Al$ , внутри которых расположены выделения, обогащенные алюминием, обозначенные на рисунках как  $\beta NiAl$ .

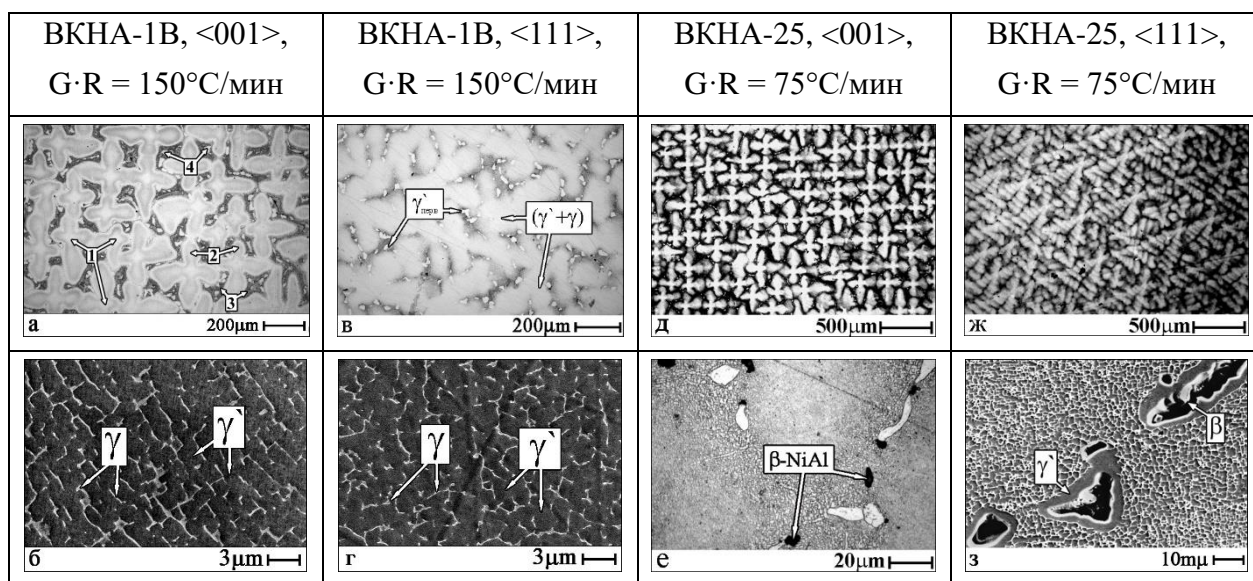


Рис. 3. Структура монокристаллов, полученных НК. 1 - ось дендрита ( $\gamma'+\gamma$ ) первого порядка, 2 - ось дендрита ( $\gamma'+\gamma$ ) второго порядка, 3 - междендритное пространство, 4 - первичные выделения  $\gamma'Ni_3Al$  в междендритном пространстве

Однофазные первичные выделения (рис. 3 а, в) можно трактовать, как вырожденную эвтектику [ $L \leftrightarrow (\gamma'+\gamma) + \gamma'$ ], если кристаллизация идет по первому варианту ДС, двухфазные включения (рис. 3 е, з) - как вырожденную эвтектику [ $L \leftrightarrow (\gamma'+\beta) + \beta$ ], если кристаллизация идет по второму варианту ДС. Увеличение скорости охлаждения при кристаллизации в 2,5 раза приводит к измельчению всех структурных составляющих в 2-3 раза (рис. 3, 4). При этом морфология и взаимное расположение структурных составляющих от скорости кристаллизации не зависят. Введение в сплав ВКНА-25 кобальта и рения приводит к уменьшению размеров структурных составляющих всех уровней (рис. 4).

Для количественной оценки степени неоднородности распределения ЛЭ в ячеисто-дендритной структуре монокристаллов в работе использовали коэффициент распределения ( $k_p$ ) и коэффициент дендритной микроликвации ( $k_{л}$ ). Для определения их значений пользовались следующими соотношениями:  $k_p = c_{од} / c_0$  и  $k_{л} = c_{од} / c_{мд}$ , где  $c_0$  - концентрация ЛЭ в жидкой фазе, которая соответствует составу сплава;  $c_{од}$  и  $c_{мд}$  - состав сплава в осях дендрита первого порядка и междендритном пространстве соответственно, как обозначено на рис. 3 а.

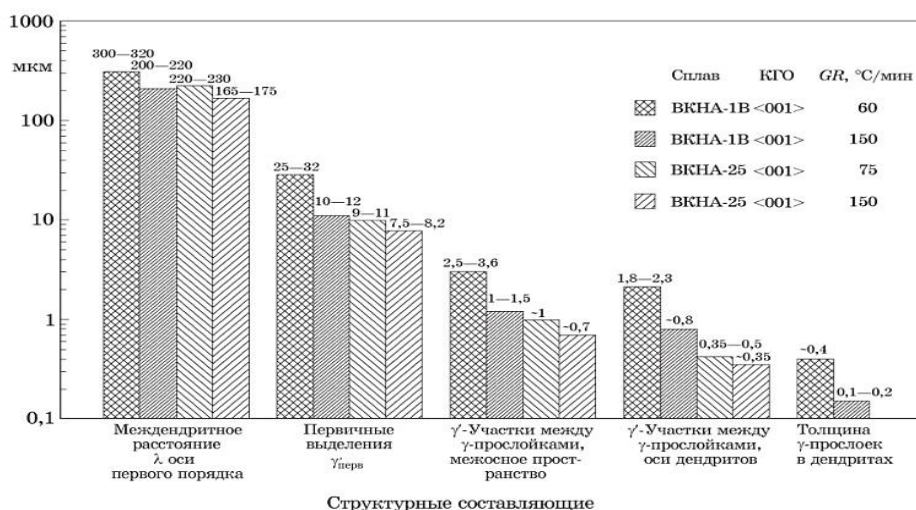


Рис. 4. Размер структурных составляющих монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 с КГО <001>, полученных НК с разными скоростями охлаждения

Установлено, что для интерметаллидных сплавов на основе  $\gamma\text{-Ni}_3\text{Al}$  соблюдается правило, выведенное для двух- и трехкомпонентных сплавов на основе никеля: если вводимый ЛЭ повышает  $T_{\text{пл}}$  металла-основы (Ni), то  $k_p > 1$  и ЛЭ обогащает оси дендритов, причем тем больше, чем больше  $T_{\text{пл}}$  плавления: Co ( $k_p \sim 1,1$ ), Re ( $k_p \sim 1,25$ ), W ( $k_p \sim 1,35$ ). Если ЛЭ понижает  $T_{\text{пл}}$  никеля, то  $k_p < 1$  (ЛЭ обогащает междендритное пространство): Mo (Cr) ( $k_p \sim 0,98$ ), Al ( $k_p \sim 0,75-0,97$ ), Ti ( $k_p \sim 0,5-0,6$ ). Установлено, что коэффициенты дендритной микроликвации  $k_L$  всех ЛЭ практически не зависят от скорости охлаждения при НК и понижаются в следующем ряду: Re ( $k_L \sim 1,92$ ), W ( $k_L \sim 1,77$ ), Co ( $k_L \sim 1,11$ ), Cr ( $k_L \sim 0,97$ ), Mo ( $k_L \sim 0,94$ ), Al ( $k_L \sim 0,82$ ), Ti ( $k_L \sim 0,51$ ). Значения приведены для  $G \cdot R = 150^\circ\text{C}/\text{мин}$ .

**Механические свойства монокристаллов** сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25. В состоянии после НК монокристаллы имеют высокие, но не всегда стабильные характеристики прочности и пластичности из-за напряжений, возникающих при кристаллизации. В связи с этим свойства изучали после ТО по режимам, приведенным в таблице 3.

Таблица 3. Режимы термической обработки

ТО	Интервал температур	Температура, °C	Продолжительность, часы
ТО1	$T < T_{\text{solvus}}$ *	1000-1200	1-2 (кратковременная ТО)
ТО2	$T < T_{\text{solvus}}$	1000	25, 50 и 100 (длительная ТО)
ТО3	$T \geq T_{\text{solvus}}$	1200-1280	5, 10, 100, 250, 500
ТО4	$T_{\text{solvus}} \leq T \leq T_{\text{solidus}}$ **	1300	10

\* $T_{\text{solvus}}$  – температура выделения  $\gamma'$ -фазы из образующей прослойки между  $\gamma'$ -участками в дендритах пересыщенного твердого раствора на основе никеля ( $\gamma$ -фаза).

\*\* $T_{\text{solidus}}$  – температура эвтектического превращения  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$ , которая для сплавов типа ВКНА может колебаться в пределах 1330-1350°C).

Предел текучести монокристаллов с КГО <001> и <111> (НК со скоростями охлаждения  $G \cdot R = 60$  и  $150^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) после ТО1 приведены на рис. 5.

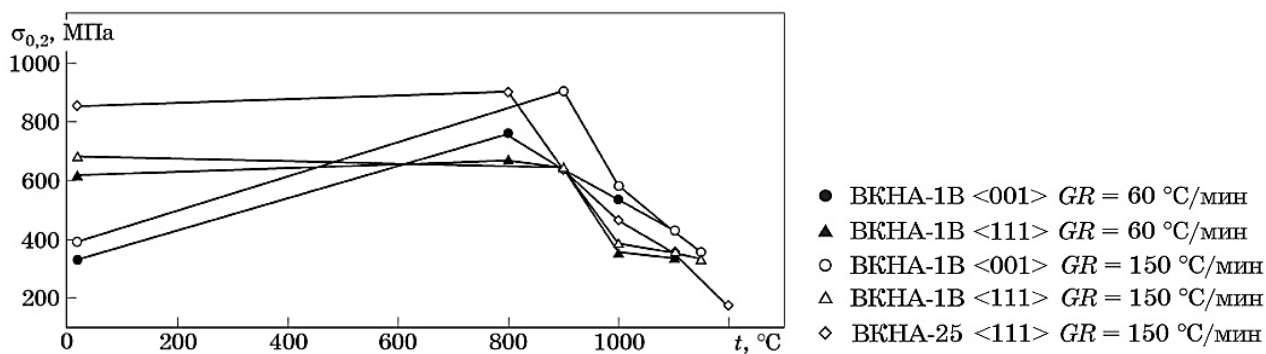


Рис. 5. Влияние температуры на предел текучести монокристаллов сплавов ВКНА после НК и ТО1

При температурах 1000-1150°C значения предела текучести монокристаллов с различными КГО и G·R зависят от скорости охлаждения в меньшей мере, чем при комнатной температуре ( $T_k$ ). При температурах выше 1100°C монокристаллы сплава ВКНА-25 с КГО <111> разупрочняются быстрее, чем монокристаллы сплава ВКНА-1В с любой КГО. Обращает на себя внимание аномальный рост предела текучести монокристаллов с КГО <001> сплава ВКНА-1В вплоть до максимума в окрестностях температур 800-900°C, обусловленный термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций. Для монокристаллов обоих сплавов с КГО <111> это проявляется в отсутствии разупрочнения в этом интервале температур: пределы текучести при 20 и 800-900°C практически равны. Это явление характерно для многих интерметаллидов со сверхструктурами  $L_{12}$  (в том числе и  $Ni_3Al$ ) и  $L_{10}$  ( $TiAl$ ). Высота и температура пика зависят от содержания и комбинации легирующих элементов. Изменение хода кривых предела текучести связано с изменением систем скольжения (смена октаэдрического скольжения кубическим) при переходе через температуру максимума текучести (в окрестностях 800°C).

**Влияние температуры и продолжительности ТО на строение и механические свойства сплавов.** Установлено, что характеристики долговечности с увеличением температуры ТО изменяются немонотонно (рис. 6): наиболее высокие реализуются на образцах, отожженных при 1150°C в течение 1 ч. Сплавы находятся в неравновесном структурно-фазовом состоянии: в образцах ВКНА-25 после ТО1 сохраняются двухфазные ( $\gamma'+\beta$ ) первичные включения в междендритных пространствах.

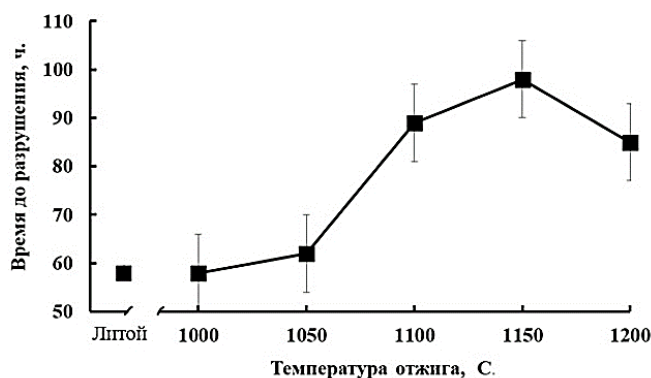


Рис. 6. Влияние температуры ТО в течение 1 ч на долговечность сплава ВКНА-1В



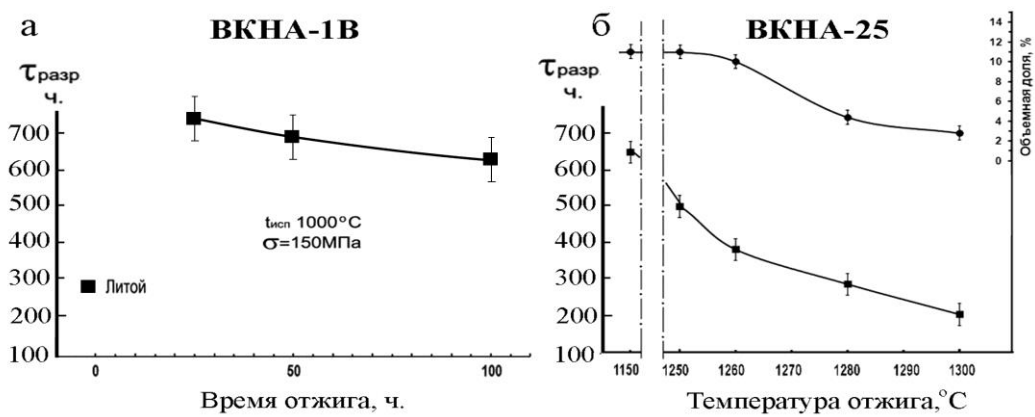


Рис. 7. Влияние длительности ТО2 на долговечность ВКНА-1В, <111> при 1000°C (а) и температуры 10-ч ТО3-ТО4 на объемную долю  $\gamma'$  перв и долговечность при 1100°C и  $\sigma=50$  МПа сплава ВКНА-25, КГО <001> (б)

Повышение температуры кратковременного отжига до 1200°C приводит к некоторому снижению прочности и долговечности монокристаллов сплавов обоих типов.

С увеличением длительности ТО до 100 ч при  $T < T_{\text{solvus}}$  (1000°C) долговечность сплава понижается (рис. 7 а). С повышением температуры 10-ч ТО от 1250 до 1300°C (ТО3-ТО4) объемная доля первичных выделений ( $\gamma'+\beta$ ) (или  $\gamma'$ ) в междендритных областях снижается (рис. 7 б), долговечность сплава ВКНА-25 резко снижается (рис. 7 б). Это обусловлено структурно-фазовыми изменениями, происходящими при повышении температуры ТО. В первичных выделениях ( $\gamma'+\beta$ ) исчезают неравновесная  $\beta$ -фаза (рис. 8 а-в). Структура обоих сплавов становится практически однородной и представляет собой довольно крупные участки  $\gamma'$ -фазы неправильной формы, окруженные сплошными или прерывистыми прослойками  $\gamma$ -фазы, могут сохраняться редкие небольшие выделения  $\gamma'$  перв (рис. 8 б).

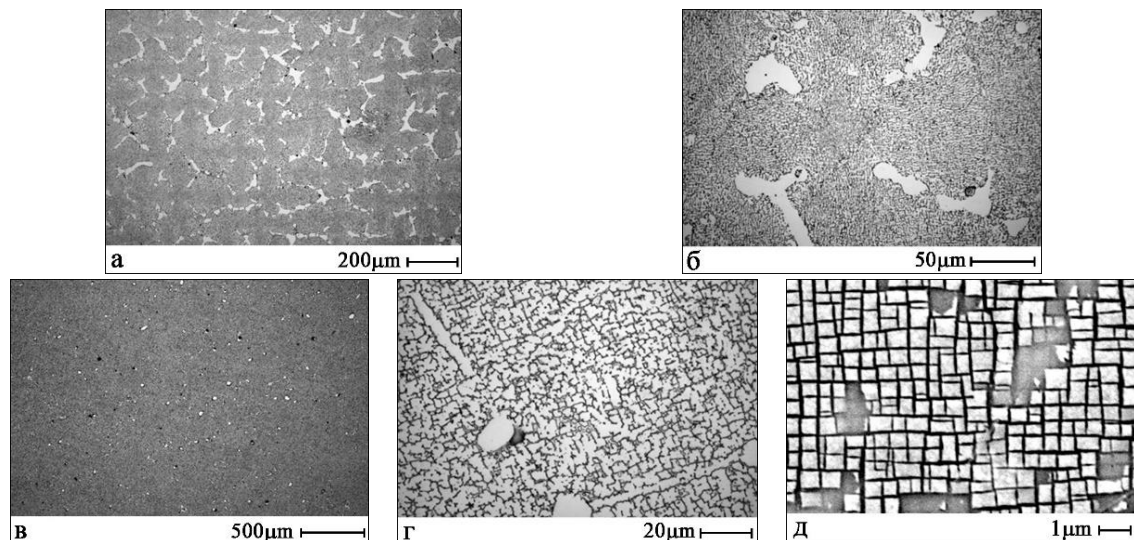


Рис. 8. Микроструктуры сплава ВКНА-25 с КГО <001> после ТО 10 ч при 1260°C (а, б), 1300°C (в, г) и ЖНС после полной ТО по традиционной схеме (д)

Кратковременный и длительный отжиг при  $T \geq T_{\text{solvus}}$  по режиму ТО3 практически устраняет дендритную микроликвацию большинства ЛЭ. В монокристаллах сплава ВКНА-25  $k_{\text{л}}$  как легкоплавких ЛЭ (Al), так и наиболее тугоплавких (W), а также Cr, Co и Mo, становятся

равными 1. Исключение составляют Ti ( $k_T=0,85$ ) и Re ( $k_T=1,3$ ). После длительного (10 ч) отжига при подсолидусной температуре (ТО4)  $k_L \approx 1$  для всех ЛЭ, кроме Re. Такие тугоплавкие металлы как рений и вольфрам, согласно коэффициенту распределения ( $k_p$ ) обогащают преимущественно оси дендритов. Однако вольфрам растворяется в той или иной пропорции во всех фазах и, следовательно, структурных составляющих, тогда как рений растворяется только в  $\gamma$ -прослойках преимущественно в осях ( $\gamma'+\gamma$ ) дендритов и не растворяется в крупных первичных выделениях  $\gamma'$ -фазы, расположенных в междендритных пространствах. После ТО4 структура монокристаллов  $\langle 001 \rangle$  обоих сплавов становится практически однородной и представляет собой довольно крупные квазикубоиды  $\gamma'$ -фазы размером  $\sim 5$  мкм, окруженные прерывистыми извилистыми прослойками  $\gamma$ -фазы (рис. 8 г). Можно назвать это «гомогенизацией» ( $\gamma'+\gamma$ ) ИМ сплавов, сохраняющих гетерофазную структуру вплоть до  $T_{\text{solidus}}$ . Такая структура ИМ сплавов принципиально отличается от структуры ЖНС, отвечающей за их высокую жаропрочность. Структура ЖНС (рис. 8 д) формируется в результате полной ТО, состоящей из чередующихся циклов «растворение  $\gamma'_{\text{вт}}$  в  $\gamma$  при подсолидусных температурах (гомогенизация) + выделение  $\gamma'_{\text{вт}}$  (старение)». Структура ЖНС характеризуется заданными морфологией (квазикубоиды) и размерами ( $\leq 0,5$  мкм) дисперсных частиц упрочняющей  $\gamma'_{\text{вт}}$  и оптимальным мисфитом. Описанная «гомогенизация» ИМ сплавов на основе  $\gamma'Ni_3Al$  нежелательна, т.к. приводит к уменьшению долговечности при высоких температурах монокристаллов сплавов обоих типов. Кратковременная ТО1 монокристаллов ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА для снятия литейных напряжений (1150°C, 1-1,5 ч), обеспечивающая сохранение максимальной микроликвационной неоднородности, является необходимой и достаточной для реализации максимальных характеристик долговечности сплавов типа ВКНА.

**В четвертой главе** представлены результаты исследования влияния кратковременных и длительных статических нагружений при постоянных температурах, термоциклирования, циклических нагрузок на структуру и характер разрушения монокристаллов сплавов типа ВКНА.

Все виды упомянутых нагрузок интенсифицируют в материалах диффузионные и усталостные процессы. Это ограничивает срок службы наиболее нагруженных деталей ГТД, к которым относятся, прежде всего, рабочие лопатки. Особенности структуры сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 на основе  $\gamma'Ni_3Al$ , а именно ( $\gamma'+\gamma$ )-дендриты и первичные  $\gamma'$  или ( $\gamma'+\beta$ ) выделения в междендритном пространстве (см. гл. 3 и рис. 9 а, в, д) определяют особенности характера разрушения монокристаллов в различных условиях нагружения.

Строение зоны разрушения (продольный шлиф шейки образца) после кратковременных и длительных испытаний на растяжение (рис. 9 б, г, е, з) свидетельствует, что оба сплава, по крайней мере в интервале температур 20-1000°C, не склонны к сосредоточенной деформации, сужение практически отсутствует. При 20°C отсутствуют свидетельства концентрации напряжений в виде поперечных микротрещин (рис. 9 б, г). После кратковременных испытаний при 1000°C в шейке образца в зоне разрушения появляются поперечные разрывы, профиль зоны отрыва демонстрирует как элементы кристаллографического, так и деформационного разрушения. На поверхности образцов практически отсутствуют следы, предшествующие зарождению трещин (рис. 9 б, г, е). Разрушение начинается на внутренних концентраторах напряжений, по-видимому, в междендритных пространствах, где располагаются первичные  $\gamma'$  или ( $\gamma'+\beta$ ) выделения.

Длительные испытания (177 ч) при 1000°C резко изменяют и структуру, и характер разрушения монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$ . Объемная доля и размеры первичных выделений

$\gamma'$ -фазы уменьшаются, исчезают включения  $\beta$ -фазы (рис. 9 ж). Разрушению предшествует формирование многочисленных крупных поперечных трещин на поверхности и в теле образца (рис. 9 з).

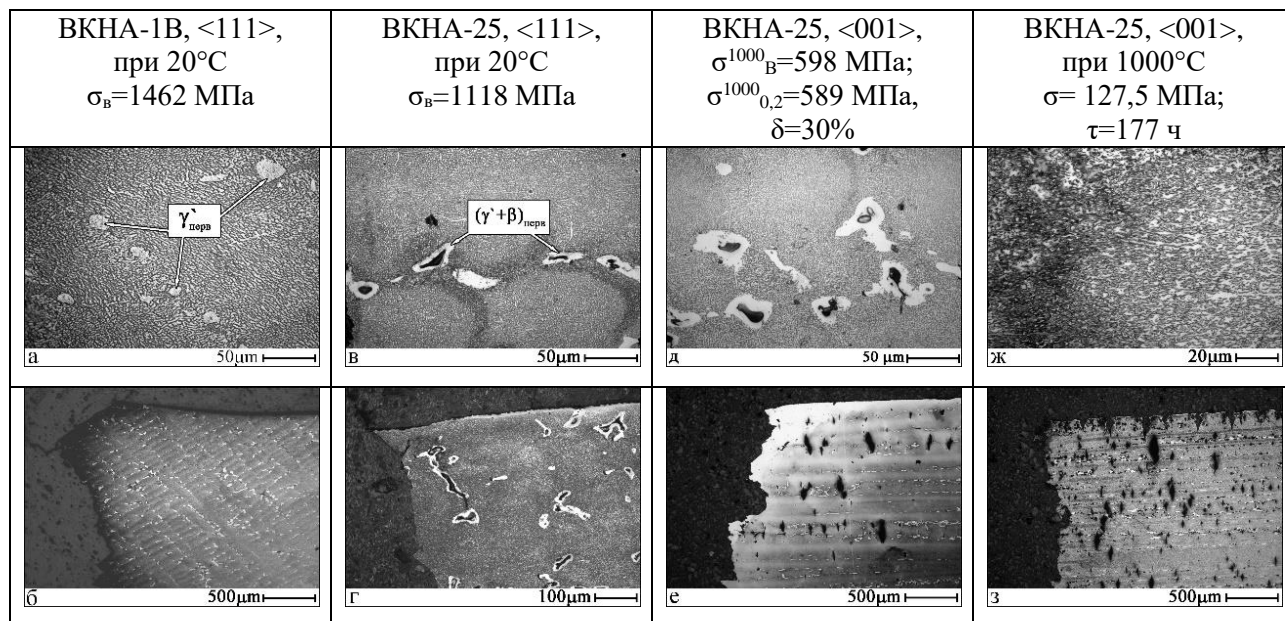


Рис. 9. Микроструктуры и структуры в зоне разрушения монокристаллов ВКНА-1В и ВКНА-25, ТО1. Кратковременные (а-е) и длительные (ж, з) испытания на растяжение

В процессе испытаний на долговечность изменяется строение дендритов. Толщина  $\gamma$ -прослойки в дендритах увеличивается практически до ширины участков  $\gamma'$ -фазы. Происходит распад твердого раствора на основе никеля и выделение в  $\gamma$ -прослойках дисперсных частиц  $\gamma'_{вт}$  (рис. 10 а). Формируются локальные участки с рафт-структурой и наноразмерными выделениями  $\gamma'_{вт}$  в  $\gamma$ -прослойках (рис. 10 б). Обращает на себя внимание, что такой распад не происходит при ТО по любому из исследованных режимов (см. гл. 3), а реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений. Распад  $\gamma$ -твердого раствора тем интенсивнее, чем выше приложенное напряжение, что видно при сравнении структур на рис 10 а и 10 б.

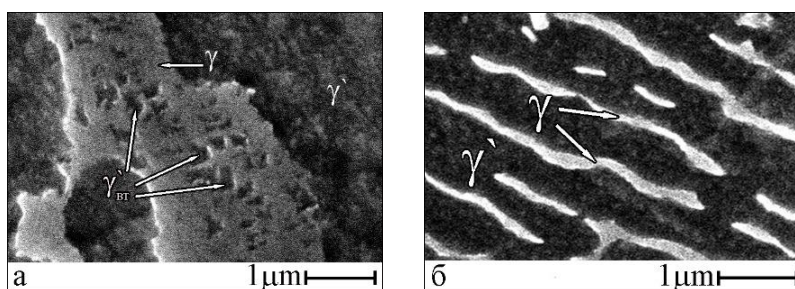


Рис. 10. Строение дендритов монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  сплава ВКНА-25 после испытаний на долговечность при 1100°C. (а)  $\sigma=130$  МПа, 118,5 ч, (б)  $\sigma=50$  МПа – 1820 ч (~1/3 ресурса)

Большинство разрушений рабочих лопаток ГТД носит усталостный и термоусталостный характер. В условиях испытания на МЦУ, когда максимальные напряжения цикла превосходят предел упругости, пластические деформации возникают в

больших объемах материала, накапливаются и при сравнительно небольшом количестве циклов достигают предельной величины (предел выносливости). Внешний вид некоторых монокристаллов в зоне разрушения при 20 и 900°C приведен на рис. 11.

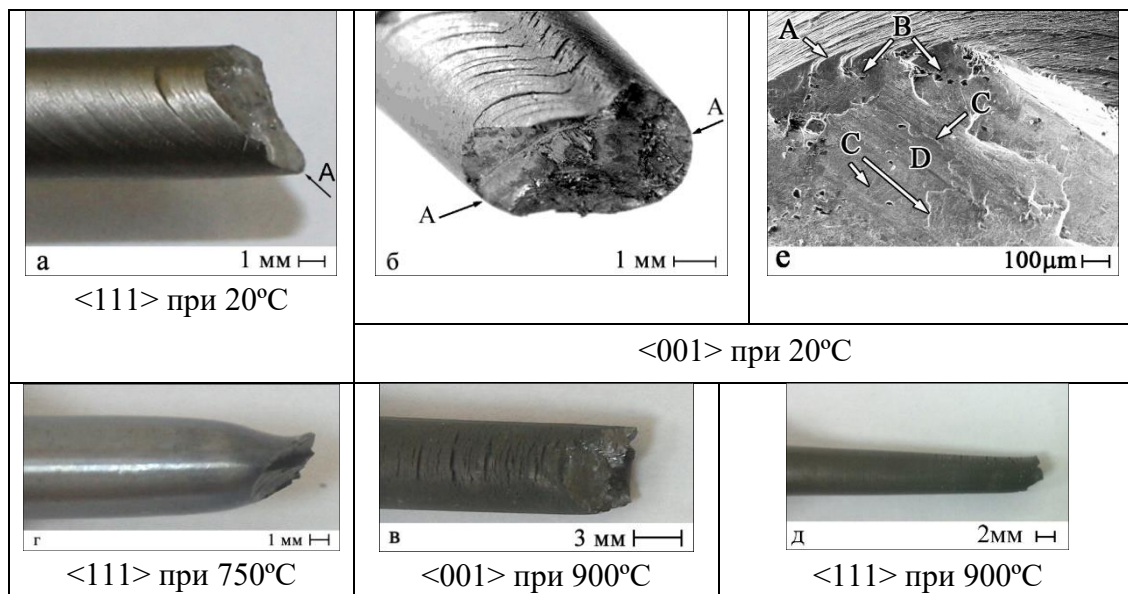


Рис. 11. Монокристаллы сплава ВКНА-25 в зоне разрушения при испытаниях на МЦУ при различных температурах

Деформация монокристаллов с КГО  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 001 \rangle$  при испытаниях на МЦУ при 20°C происходит множественным сдвигом по плоскостям октаэдра  $\{111\}$ . Это привело к деформации рабочей части образцов поперечное сечение монокристаллов после испытаний при 20°C приобрело эллипсоидную форму (рис. 11 а, б). При 900°C скольжение по плоскостям отсутствует, форма рабочей части образцов не меняется (рис. 11 в, д). При 20°C следы пересечения плоскостей октаэдра  $\{111\}$  с боковыми поверхностями образцов являются источниками зарождения трещин (стрелки А) (рис. 11 а, б, е). На рис. 11е видно, что поверхность разрушения образца монокристалла  $\langle 001 \rangle$  лежит в плоскости с относительно слабо развитым рельефом. Глубина первичной трещины, по-видимому, колеблется в пределах 100-200 мкм. Видны поры, образующиеся перед фронтом распространения трещины, некоторые из которых имеют характерную огранку (стрелки В). Линейный размер пор может достигать 20-25 мкм. Первичная трещина продолжает развиваться в той же плоскости, образуются слабо выраженные террасы (стрелки С), перемежающиеся с участками псевдовязкого разрушения (зоны D).

Результаты испытаний на МЦУ на базе  $10^4$  циклов, приведены в таблице 4.

Таблица 4. Пределы выносливости при испытаниях на МЦУ в режиме «мягкого» нагружения монокристаллов сплава типа ВКНА-25 с различной КГО

Температура испытания, °С	Средние значения предела МЦУ (МПа)		
	$\langle 111 \rangle$	$\langle 011 \rangle$	$\langle 001 \rangle$
20	860	660	740
750	840	740	840
900	620	580	660



По выносливости при испытаниях на МЦУ на базе  $10^4$  циклов при температуре  $900^\circ\text{C}$  сплавы типа ВКНА-25 близки к никелевому суперсплаву ЖС-26 ( $660\pm 20$  МПа), но при этом имеют более низкую плотность и более высокую жаростойкость, чем никелевые сплавы.

Температурные зависимости предела выносливости при испытаниях на МЦУ при «мягком» нагружении ( $\sigma_{\text{МЦУ}}^t$ ) на базе  $10^4$  цикла (рис. 12 а) и предела прочности монокристаллов с разной КГО сплава ВКНА-25 (рис. 12 б) подобны.

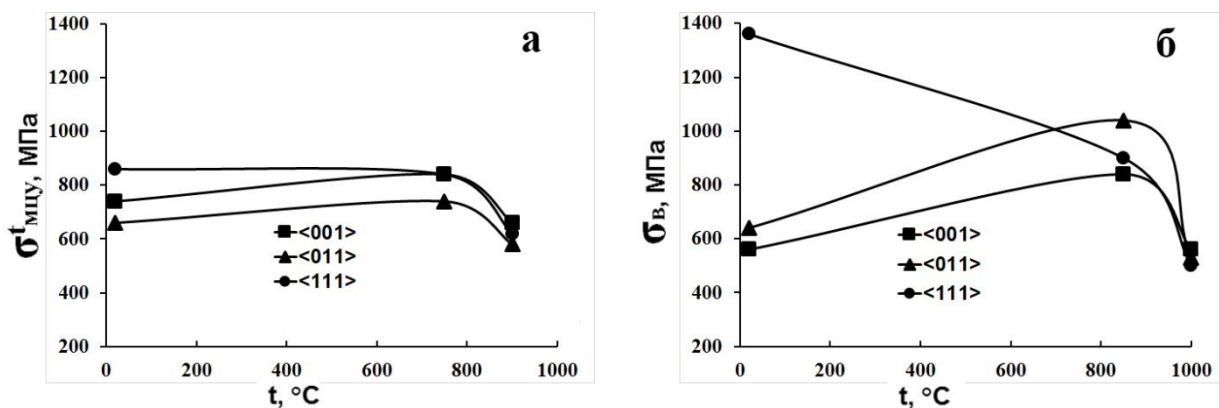


Рис. 12 Влияние температуры на: (а) - предел выносливости при «мягком» нагружении ( $\sigma_{\text{МЦУ}}^t$ ) на базе  $10^4$  цикла, (б) - предел прочности монокристаллов сплава ВКНА-25

Аномальное повышение предела выносливости МЦУ (рис. 12 а), также, как и предела текучести (рис. 5), и предела прочности (рис. 12 б) монокристаллов <001> и <011> до  $T_{\text{макс}}=750-850^\circ\text{C}$  обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой  $L1_2$ . При температуре максимума в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое.

При  $20^\circ\text{C}$  магистральная усталостная трещина, распространяясь на участке  $(\gamma'+\gamma)$  структурной составляющей, меняет направление, переходя из одной октаэдрической плоскости в другую, что свидетельствует о кристаллографическом характере разрушения (рис. 13 а). Видны вытянутые участки прослоек вязкой фазы  $\gamma_{\text{дендр}}$ , деформирующихся (растягивающихся) при отрыве (стрелки С), образующих мостики (стрелки D) и тормозящих распространение многочисленных продольных вторичных трещин (стрелка E) в  $\gamma'_{\text{дендр}}$ -матрице вглубь образца (рис. 13 б). Полости внутри выделений  $\gamma'_{\text{перв}}$  (стрелка В) являются следствием травления шлифов. Разрушение  $\gamma'$ -матрицы происходит хрупко и раньше, чем разрушение  $\gamma$ -прослоек, которые деформировались растяжением и как бы «вытягивались» из  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}_{\text{дендр}}$  матрицы в направлении растяжения (рис. 13 в). Материал деформировался как композит. При  $900^\circ\text{C}$  разрушению предшествует значительная пластическая деформация (рис. 13 г-е), в шейке видны «волокна», образованные осями  $(\gamma'+\gamma)$  дендритов, образуются вытянутые полосы деформации с «рафт-структурой» (зона I), перемежающиеся с зонами, в которых вытянувшиеся частицы  $\gamma'_{\text{перв}}$  окружены прерывистыми прослойками  $\gamma$ -фазы (зона II) (рис. 13 д). Трещины возникают как на поверхности образцов, так и в объеме материала, в осях дендритов (стрелка А на рис. 13 г) и в междендритном пространстве (стрелка В) и не связаны с границами между структурными составляющими  $\gamma'_{\text{перв}} / (\gamma'+\gamma)$ .

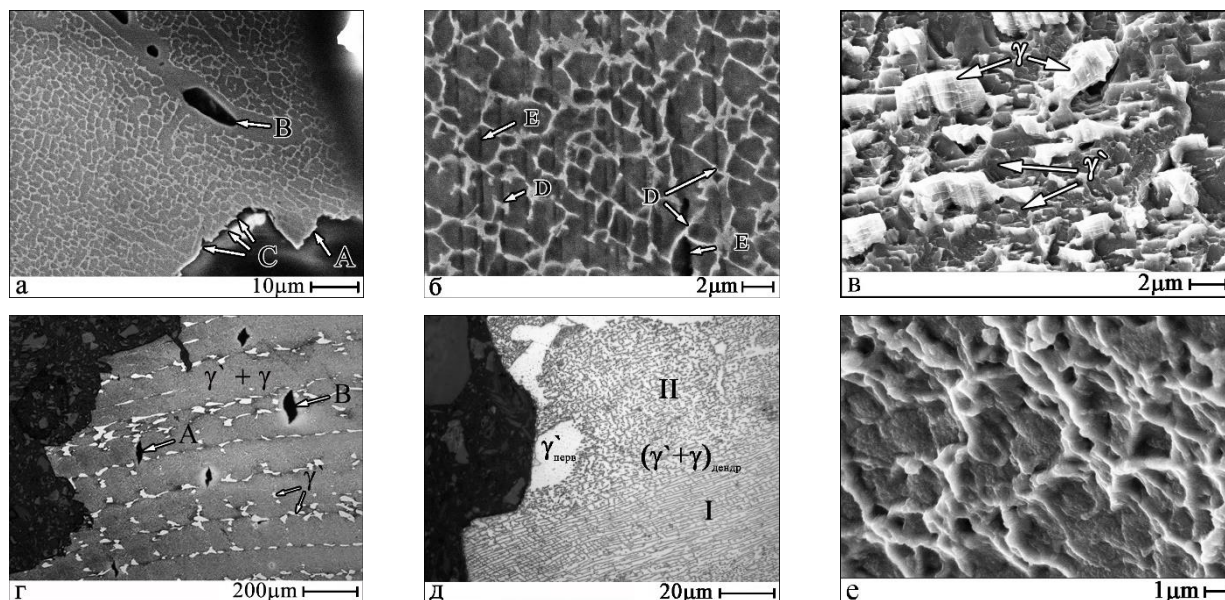


Рис. 13. Микроструктура (а, б) и поверхность разрушения (в) при 20°C, микроструктура (г, д) и поверхность разрушения (е) при 900°C после испытания на МЦУ монокристалла ВКНА-25 с КГО  $\langle 111 \rangle$

Исследовано влияние **термической усталости** на базе  $10^3$  термоциклов в условиях  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$  и  $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$  с контролируемым напряжением в цикле на структуру и свойства монокристаллов сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (Таблица 5).

Таблица 5. Результаты испытаний на термоциклирование сплава ВКНА-1В

КГО	Режим испытания	$\Delta\sigma_{\text{терм}}$ , МПа	Число циклов до разрушения
$\langle 001 \rangle$	$100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$	730	7700
$\langle 001 \rangle$	$100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$	650	1097
$\langle 111 \rangle$	$100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$	1000	7920
$\langle 111 \rangle$	$100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$	700	1399

Монокристаллы с КГО  $\langle 111 \rangle$  обладают бóльшим сопротивлением термической усталости при циклировании в условиях  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$  на базе  $10^3$  цикла, чем с КГО  $\langle 001 \rangle$ . При повышении температуры цикла ( $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$ ) различие невелико.

После испытаний в условиях термоциклирования с максимальными температурами термоцикла 850 и  $1100^\circ\text{C}$  монокристаллические образцы сохраняют ячеисто-дендритное строение, свойственное литым сплавам. После термоциклирования по режиму  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$  ( $T < T_{\text{solvus}}$ )  $\gamma$ -прослойки в двухфазных ( $\gamma' + \gamma$ ) дендритах сохраняют однофазное строение, как и в литом материале (рис. 14 а, б). При повышении температуры термоцикла до  $1100^\circ\text{C}$  ( $T > T_{\text{solvus}}$ ) прерывистые прослойки  $\gamma$ -фазы становятся короче и шире (рис. 14 г, д), происходит распад пересыщенного твердого раствора на основе никеля и образуются вторичные выделения  $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $\gamma'_{\text{вт}}$ ), которые имеют форму кубоидов. Размер кубоидов составляет до 100 нм для режима  $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$ .

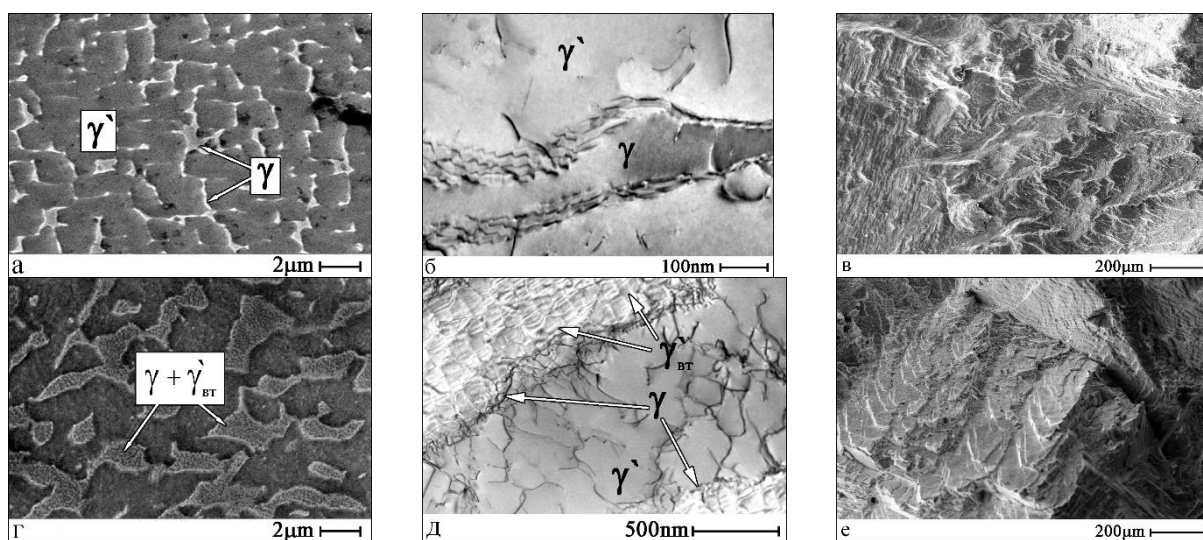


Рис. 14. Микроструктуры и поверхности разрушения монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$ , испытанных по температурным режимам  $100 \leftrightarrow 850^\circ\text{C}$  (а-в) и  $100 \leftrightarrow 1100^\circ\text{C}$  (г-е)

Под действием возникающих при термоциклировании знакопеременных напряжений происходит пластическая деформация, которая, как и в никелевых сплавах, на первой стадии осуществляется скольжением винтовых дислокаций  $a/2 [110]$  по октаэдрическим плоскостям  $\{111\}$  в каналах  $\gamma'$ -матрицы. При этом на поверхностях раздела  $\gamma'/\gamma$  образуются сетки 60-градусных дислокационных сегментов (рис. 14 б, д). Плотность дислокаций в сетке зависит от степени пластической деформации. Плотность дислокаций в  $\gamma'$ -матрице низка. Источником зарождения магистральных трещин служат линии пересечения плоскостей скольжения октаэдра  $\{111\}$  с поверхностью образца. Трещина переходит из одной октаэдрической плоскости в другую, образует террасы и ступеньки, расположенные под определенными углами друг к другу, в результате чего поверхность разрушения изгибается, становится криволинейной. Излом во всех случаях имеет смешанный хрупко-вязкий характер, сочетаются элементы кристаллографического разрушения и вязкого (ямочного) отрыва (рис. 14 в, е).

**В пятой главе** приведены данные об использовании некоторых результатов структурных исследований для достижения высоких характеристик жаропрочности сплавов типа ВКНА.

Установление корреляции между способом введения основных и легирующих элементов при вакуумной индукционной выплавке заготовок ИМ сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с учетом реакционной активности элементов и размером частиц ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ, характером их распределения позволило заменить способ *одновременной* загрузки шихты (более инертные тугоплавкие и более легкоплавкие реакционно активные элементы) на способ *постадийного* введения при ВИП основных и легирующих элементов в зависимости от их реакционной способности при получении заготовок для отливок изделий ответственного назначения с повышенной долговечностью.

Установление корреляции между параметрами направленной кристаллизацией, степенью дендритной микроликвации в монокристаллах ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов типа ВКНА, имеющих ячеисто-дендритную структуру, и составом, размером и морфологией фаз и структурных составляющих в сплавах, формирующихся при кристаллизации и термической обработке, и характеристиками их жаропрочности, а также характером разрушения при длительных

статических испытаниях на растяжение *было использовано* в ФГУП ВИАМ при выборе режимов НК для отливки ответственных изделий для современных ГТД (рис. 15-16).



Рис. 15. Отливки рабочих неохлаждаемых лопаток ГТД из сплавов ВКНА-1В (а), ВКНА-25 (б)



Рис. 16. Сопловой аппарат из сплава ВКНА-25 (а) и проставки реактивного сопла из сплава ВКНА-1В (б)

Выявлены особенности структурно-фазового строения литейных ( $\gamma'+\gamma$ ) сплавов на основе  $Ni_3Al$ , легированных титаном, хромом, молибденом, вольфрамом, кобальтом и рением, в состояниях после направленной кристаллизации, низко и высокотемпературной ТО. *Это позволило научно обосновать выбор режимов ТО*, которая снимает литейные напряжения, практически не приводит к укрупнению структурных составляющих и исчезновению неравновесных первичных выделений  $(\gamma'+\beta)_{перв}$  в сплаве с Co и Re, и  $\gamma'_{перв}$  в сплаве без них, а также обеспечивает сохранение дендритной микроликвации. Это обеспечило повышение долговечности литых изделий, позволило скорректировать температурно-временные параметры кратковременной ТО сплавов, которые были использованы при выборе режимов ТО для деталей ГТД нового поколения.

Как видно из табл. 6, наиболее продвинутые зарубежные ИМ сплавы уступают отечественным сплавам типа ВКНА по характеристикам длительной прочности при 1100°C и, тем более 1200°C, и следовательно по предельным рабочим температурам.

Таблица 6. Характерные свойства интерметаллидных отечественных промышленных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА и двух промышленных сплавов США

Сплав, производитель	T <sub>раб</sub> , °C	ρ, г/м <sup>3</sup>	σ <sub>в</sub> <sup>20</sup> , МПа	δ <sup>20</sup> , %	σ <sub>100</sub> <sup>1100</sup> , МПа	σ <sub>100</sub> <sup>1200</sup> , МПа
ВКНА-1В (ФГУП ВИАМ)	1200, с забросом до 1300	7,938	1350	14	100	50
ВКНА-25 (ФГУП ВИАМ)	1200	7,910	1120	10	125	48
IC221M, (ORNL, USA)	1100	7,860	770	14	28	18
IC6SX, (Lockheed Martin Energy Res.)	1100	7,900	1093	13	σ <sub>40</sub> <sup>1100</sup> = 130	-

На основании проведенных исследований разработан литейный сплав на основе Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА и изделие, выполненное из него, с повышенными характеристиками: малоцикловая усталость на базе N=10<sup>4</sup> циклов при осевой нагрузке на гладких образцах и образцах с надрезом при 20°C и при 900° увеличена в 2,5-3 раза, число теплосмен N до разрушения при термоциклировании от 100 до 1100°C при напряжении Δσ =600 МПа увеличено более чем в 2,5 раза. Получен патент РФ № 2433196 С1 от 10.11.2011. Бюл. №31, 5 стр.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние способа получения, условий кристаллизации и температурно-временных параметров термической обработки (γ'Ni<sub>3</sub>Al+γNi) сплавов системы Ni-Al-Ti-Cr-Mo-W (ВКНА-1В) и сплавов с Re и Co (ВКНА-25), не содержащих бор, на характер распределения компонентов, структуру и свойства монокристаллов с кристаллографическими ориентациями <001> и <111>.

2. Разработанный способ постадийного введения элементов в зависимости от их реакционной способности при вакуумной индукционной плавке заготовок для направленной кристаллизации позволил предотвратить формирование крупных частиц ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ и служащих концентраторами напряжений. Наноразмерные выделения дополнительных интерметаллидных фаз в сплавах, выплавленных по этому способу, стабилизируют структуру (γ'+γ) сплавов и обеспечивают повышение их долговечности.

3. Установлено, что увеличение скорости охлаждения при направленной кристаллизации сплавов типа ВКНА в 2,5 раза приводит к измельчению всех структурных составляющих в 2-3 раза; введение Co и Re приводит к уменьшению размеров структурных составляющих всех уровней.

4. Установлено, что для многокомпонентных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al соблюдается правило, выведенное для двух- и трехкомпонентных сплавов на основе никеля: если вводимый ЛЭ повышает T<sub>пл</sub> металла-основы (никель), коэффициент распределения легирующих элементов k<sub>p</sub>>1 и ЛЭ обогащает оси дендритов (Co, Re, W); если ЛЭ понижает T<sub>пл</sub> никеля, то k<sub>p</sub><1 и ЛЭ обогащает междендритное пространство (Mo, Cr, Al, Ti). Установлено, что коэффициенты дендритной микроликвации k<sub>л</sub> практически не зависят от скорости охлаждения



при кристаллизации и понижаются в следующем ряду: Re, W, Co, Mo, Cr, Al, Ti, т.е. в той же последовательности, что и коэффициент распределения  $k_p$ .

5. Установлено, что увеличение продолжительности и повышение температуры термической обработки (до  $T_{\text{solvus}} \leq T \leq T_{\text{solidus}}$ ) приводит к так называемой «гомогенизации» интерметаллидных сплавов, сохраняющих гетерофазную ( $\gamma' + \gamma$ ) структуру вплоть до температуры плавления. При этом коэффициенты дендритной микроликвации всех ЛЭ (кроме Re) приближаются к единице, исчезают междендритные неравновесные выделения, формируется однородная ( $\gamma' + \gamma$ )–структура, характерная для дендритов (участки  $\gamma'$ -фазы, разделенные прерывистыми извилистыми прослойками  $\gamma$ -фазы), отличающаяся от структуры жаропрочных никелевых сплавов ( $\gamma + \gamma'_{\text{вт}}$ ), ответственной за максимальную жаропрочность. «Гомогенизация» интерметаллидного сплава приводит к снижению долговечности по сравнению с литым материалом, который сохраняет максимальную микроликвационную неоднородность после кратковременной ТО (1150°C, 1ч) для снятия литейных напряжений и не нуждается в длительных высокотемпературных отжигах, необходимых для ЖНС.

6. Изучены особенности изменения структуры и характера разрушения монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 на основе алюминида никеля  $\gamma' \text{Ni}_3\text{Al}$ , в условиях кратковременных и длительных статических нагрузжений при температурах до 1200°C, в условиях малоциклового усталости при осевом пульсирующем нагружении при температурах 20, 750 и 900°C и в условиях термоциклирования.

7. Установлено, что при совместном воздействии высоких температур и напряжений исчезают первичные включения в междендритном пространстве, в дендритах в утолщенных  $\gamma$ -прослойках происходит выделение субмикронных или наноразмерных частиц  $\gamma'_{\text{вт}}$ . Такой распад не происходит при ТО по любому из исследованных режимов, а реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений.

8. Установлено, что деформация монокристаллов со всеми изученными КГО при испытаниях на МЦУ при 20°C происходит множественным сдвигом по соответствующим плоскостям скольжения октаэдра  $\{111\}$ , круглое поперечное сечение образца становится эллипсовидным. Источником зарождения магистральных трещин служат линии пересечения плоскостей скольжения с поверхностью образца.

9. Установлено, что при испытаниях на МЦУ при 20°C установлено, что монокристаллы сплавов деформируются как композит, состоящий из хрупкой  $\gamma'$  и вязкой  $\gamma$  составляющих, тогда как при 750-900°C разрушение становится вязким, что связано со склонностью  $\gamma'$ -фазы к деформации.

10. В сплавах типа ВКНА выявлено наличие аномального роста с повышением температуры до 750-850°C как пределов текучести и прочности при испытаниях на растяжение, так и предела выносливости при испытаниях на МЦУ. Это обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой  $L1_2$ . При температуре максимума в  $\text{Ni}_3\text{Al}$  происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое. Скольжение по плоскостям отсутствует, разрушению монокристаллов с КГО  $\langle 001 \rangle$  предшествует образование на поверхности и в рабочей части образцов множественных поперечных трещин. При испытаниях на растяжение при этих температурах (1000-1100°C) разрушение также начинается на внутренних концентраторах напряжений, в зоне разрушения появляются многочисленные поперечные разрывы.

**Основное содержание диссертации представлено в следующих научно-технических публикациях**

1. *Поварова, К.Б.* Конструкционные жаропрочные сплавы на основе Ni<sub>3</sub>Al: получение, структура и свойства / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, Н.К. Казанская, А.Е. Морозов, **М.А. Самсонова (М.А. Булахтина)** // *Материаловедение*. 2011. №4. С. 39–48.

2. *Поварова, К.Б.* Исследование малоциклового усталости при комнатной температуре сплава на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al типа ВКНА-25 / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, Н.А. Аладьев, **М.А. Самсонова (М.А. Булахтина)** // *Металлы*. 2012. №6. С. 70–81. — (Povarova K.B., Bazyleva O.A., Drozdov A.A., Alad'ev N.A., **Samsonova M.A. (Bulakhtina M.A.)**). Low-cycle fatigue of an Ni<sub>3</sub>Al-based VKNA-25 alloy at room temperature. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2012. №11. P.975—984.)

3. *Поварова, К.Б.* Влияние способа получения монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al на макро- и микрооднородность распределения компонентов, структуру и свойства / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, Ю.А. Бондаренко, **М.А. Булахтина**, Э.Г. Аргинбаева, А.В. Антонова, А.Е. Морозов, Д.Г. Нефедов // *Металлы*. 2014. №3. С. 40–51. — (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., Bondarenko Y.A., **Bulakhtina M.A.**, Arginbaeva E.G., Antonova A.V., Morozov A.E., Nefedov D.G. Effect of the method of producing Ni<sub>3</sub>Al-base alloy single crystals on the macro- and microhomogeneity of component distribution, structure, and properties. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2014. №5. P. 382—391.)

4. *Поварова, К.Б.* Исследование влияния термической усталости на структуру и свойства монокристаллов сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, **М.А. Булахтина**, Н.А. Аладьев, А.В. Антонова, Э.Г. Аргинбаева, А.Е. Морозов // *Металлы*. 2014. №3. С. 52–61. — (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., **Bulakhtina M.A.**, Alad'ev N.A., Antonova A.V., Arginbaeva E.G., Morozov A.E. Effect of thermal fatigue on the structure and properties of Ni<sub>3</sub>Al-based alloy single crystals. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2014. №5. P.392—399.)

5. *Поварова, К.Б.* Влияние направленной кристаллизации на структуру и свойства монокристаллов сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированного W, Mo, Cr и PЗЭ / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, Ю.А. Бондаренко, О.А. Базылева, **М.А. Булахтина**, А.Е. Морозов, А.В. Антонова // *Металлы*. 2014. №4. С. 35–40. — (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bondarenko Y.A., Bazyleva O.A., **Bulakhtina M.A.**, Morozov A.E., Antonova A.V. Effect of directional solidification on the structure and properties of Ni<sub>3</sub>Al-based alloy single crystals alloyed with W, Mo, Cr, and REM. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2014. №7. P.532—536.)

6. *Дроздов, А.А.* Дендритная ликвация в монокристаллах интерметаллидных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, легированных Cr, Mo, W, Ti, Co, Re / А.А. Дроздов, К.Б. Поварова, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, **М.А. Булахтина** // *Металлы*. 2015. №6. С.48—55. — (Drozdov A.A., Povarova K.B., Morozov A.E., Antonova A.V., **Bulakhtina M.A.** Dendrite segregation in Ni<sub>3</sub>Al-based intermetallic single crystals alloyed with Cr, Mo, W, Ti, Co, and Re. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2015. №7. P.551—557.)

7. *Поварова, К.Б.* Изучение влияния температуры на характеристики малоциклового усталости монокристаллов интерметаллидного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al, содержащего рений / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, М.А. Горбовец, А.А. Дроздов, **М.А. Булахтина** // *Металлы*. 2019. №4. С. 33–40. — (Povarova K.B., Bazyleva O.A., Gorbovets, M.A Drozdov A.A., **Bulakhtina M.A.** Effect of temperature on the low-cycle fatigue characteristics of single crystals made of an

Ni<sub>3</sub>Al-based rhenium-containing intermetallic alloy // Russian metallurgy (Metally). 2019. Т. 2019. № 7. pp. 687-693.)

8. *Поварова, К.Б.* Особенности кристаллизации и структурно-фазового состояния сплавов системы Ni<sub>3</sub>Al-Ni-NiAl, легированных хромом, молибденом, вольфрамом, рением и кобальтом / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, **М.А. Булахтина**, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, Э.Г. Аргинбаева, Ю.В. Лощинин // Металлы. 2020. №3. С.41–50. — (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., **Bulakhtina M.A.**, Morozov A.E., Antonova A.V., Arginbaeva E.G., Loshchinin Yu.V. Solidification and the structure-phase state of Ni<sub>3</sub>Al–Ni–NiAl alloys with chromium, molybdenum, tungsten, rhenium, and cobalt // Russian Metallurgy (Metally), Vol. 2020, No 5, pp. 540–548.)

9. *Поварова, К.Б.* Особенности изменения структурно-фазового состояния и механических свойств при термической обработке литых сплавов системы Ni<sub>3</sub>Al-Ni-NiAl, легированных хромом, молибденом, вольфрамом, рением и кобальтом / К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, О.А. Базылева, А.Е. Морозов, А.В. Антонова, **М.А. Булахтина**, Н.А. Аладьев // Металлы. 2021. №4. С.41–55. — (Povarova K.B., Drozdov A.A., Bazyleva O.A., Morozov A.E., Antonova A.V., **Bulakhtina M.A.**, and Alad'ev N.A. Changes in the Structural-Phase State and Mechanical Properties of Ni<sub>3</sub>Al–Ni–NiAl Cast Alloys Containing Chromium, Molybdenum, Tungsten, Rhenium, and Cobalt after Heat Treatment // Russian Metallurgy (Metally), 2021. Vol.2021, №7, pp.842–855.)

#### **Патент**

1. Литейный сплав на основе интерметаллида Ni<sub>3</sub>Al и изделие, выполненное из него : пат. Рос. Федерация : МПК С2С 19/05 / К.Б. Поварова, О.А. Базылева, А.А. Дроздов, Н.К. Казанская, А.Е. Морозов, **М.А. Самсонова (М.А. Булахтина)** ; заявитель и патентообладатель ИМЕТ РАН. – N 2433196 С1 ; заявл. 29.10.2010 ; опубл. 10.11.2011, Бюл. 31. – 5 с.