

Отзыв

официального оппонента д.т.н., проф. Ночовой Надежды Алексеевны
на диссертационную работу Булахтиной Марины Анатольевны
«Особенности структурных изменений в литейных сплавах на основе Ni_3Al при термической обработке, постоянных и циклических нагружениях при высоких температурах», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 (05.16.01) – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность диссертационной работы М.А. Булахтиной определяется необходимостью повышения рабочих температур ответственных деталей авиационных газотурбинных двигателей (ГТД), которые работают при температурах до 1000-1100°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 их разупрочнение при подсолидусных температурах из-за растворения $\gamma'_{\text{вт}}$ в γ твердом растворе на основе никеля (γNi) при температурах выше T_{solvus} . Для нового поколения авиационных и ракетных двигателей необходимы конструкционные материалы, имеющие более низкую плотность, эксплуатация которых возможна при температурах выше рабочих температур ЖНС. К таким материалам относятся легкие жаропрочные и жаростойкие сплавы на основе интерметаллидов (ИМ) - алюминидов переходных металлов. Наиболее перспективными 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. Эти интерметаллидные сплавы типа ВКНА с монокристаллической структурой сочетают жаропрочность при 1100-1200°C с низкотемпературной пластичностью, являются более тугоплавкими, более легкими и жаростойкими по сравнению с современными ЖНС благодаря более высокому содержанию алюминия и более низкому (в 1,5-2,3 раза) содержанию тяжелых тугоплавких металлов. Высокие характеристики жаропрочности этих сплавов определяются термостабильностью гетерофазной ($\gamma'+\gamma$) структуры вплоть до температуры начала плавления (T_{solidus}). Сплавы на основе $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ предназначены и уже используются для изготовления рабочих и сопловых лопаток, створок сопла, камер сгорания и

других ответственных деталей ГТД 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. Это определило *цель исследования*: изучение строения сплавов на всех стадиях их получения и эксплуатации, начиная от формирования структуры при кристаллизации, до разрушения в различных условиях, установление корреляции между происходящими при этом изменениями структуры и долговечностью материалов деталей горячего тракта современных ГТД и выбор оптимальных режимов процессов получения и термической обработки (ТО) многокомпонентных жаропрочных легких ($\gamma' + \gamma$) сплавов типа ВКНА.

Работа состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 113 наименований. Объем диссертации составляет 127 страниц.

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цели и задачи, представлены положения, выносимые на защиту, научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе представлен аналитический обзор литературных данных как отечественных, так и зарубежных сплавов на основе Ni_3Al . Отмечено, что создание современных отечественных сплавов, в отличие от зарубежных сплавов, велось в направлении практически полного исключения бора из состава сплава. Описаны принципы легирования сплавов на основе $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ и представлены двойные и тройные диаграммы состояния (ДС), являющиеся базовыми для разработки ЖНС и сплавов на основе $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$. В качестве базовых систем легирования сплавов типа ВКНА на основе $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ принята система $\text{Ni-Al-Cr-Ti-W-Mo-(Co)-(Re)}$, которая содержит в сплаве такое количество компонентов, которое обуславливает соотношение $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}$ и γNi фаз, равное (или близкое) эвтектическому $\gamma'\text{Ni}_3\text{Al}-(10-15\%)\gamma\text{Ni}$. 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. Кратко описаны методики испытаний на растяжение при комнатной и повышенной температурах,

длительные высокотемпературные испытания, испытания на малоцикловую усталость (МЦУ) и термоциклирование.

В третьей главе описано влияние способа получения, условий кристаллизации и температурно-временных параметров термической обработки (γ' -Ni₃Al+ γ -Ni) 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 $\langle 001 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$.

Предложен способ постадийного введения элементов в шихту и расплав при вакуумной индукционной плавке заготовок для направленной кристаллизации (НК) в зависимости от их реакционной способности: на первой стадии введение химически неактивных элементов (Ni, W, Mo, Re, в том числе через более легкоплавкие лигатуры), чтобы устранить необходимость перегрева расплава и предотвратить опускание тяжелых ЛЭ в донную часть ванны. На второй стадии введение 2-3 порциями Cr и Ti, на третьей стадии 3-4 порциями реакционно-активные элементы, образующие термодинамически стабильные оксиды Al, Zr и Ti. Это позволило предотвратить формирование крупных частиц ТПУ фаз, аккумулирующих тугоплавкие легирующие элементы (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.

Установлено, что увеличение скорости охлаждения при НК 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.

Диссертантом установлено, что если вводимый ЛЭ повышает $T_{пл}$ металла-основы (Ni), то коэффициент распределения $k_p > 1$ и ЛЭ обогащает оси дендритов, причем тем больше, чем больше $T_{пл}$ плавления: Co, Re, W. Если ЛЭ понижает $T_{пл}$ никеля, то $k_p < 1$ и ЛЭ обогащает междендритное пространство: Mo (Cr), Al, Ti. Проведена большая экспериментальная работа по определению коэффициентов дендритной микроликвации, позволяющих количественно оценить степень неоднородности распределения ЛЭ в ячеисто-дендритной структуре монокристаллов в различных состояниях. Установлено, что в состоянии после направленной кристаллизации $k_L = c_{од} / c_{мд}$, ($c_{од}$ и $c_{мд}$ – состав сплава в осях дендрита первого порядка и междендритном пространстве), понижаются в следующем ряду: Re, W, Co, Mo, Cr, Al, Ti, т.е. в той же последовательности, что и коэффициент распределения k_p .

В работе поставлен вопрос: в какой мере возможна и необходима гомогенизация литейных ИМ ($\gamma'Ni_3Al+\gamma Ni$) сплавов, сохраняющих гетерофазную ($\gamma'+\gamma$) структуру вплоть до температуры плавления, для повышения характеристик их жаропрочности. Исследование влияния температуры и продолжительности ТО на строение и механические свойства сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25, проведенное в работе, показало, 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 первичные выделения ($\gamma'+\beta$) или γ' . Структура обоих сплавов становится практически однородной и представляет собой довольно крупные участки γ' -фазы неправильной формы (квазикубоиды) размером ~ 5 мкм, окруженные сплошными или прерывистыми прослойками γ -фазы, могут сохраняться редкие небольшие первичные выделения $\gamma'_{\text{перв}}$. Установлено принципиальное отличие такой структуры от ($\gamma+\gamma'_{\text{вт}}$) структуры жаропрочных никелевых сплавов, формирующейся в результате полной ТО, состоящей из чередующихся циклов «растворение $\gamma'_{\text{вт}}$ в γ (гомогенизация) + выделение $\gamma'_{\text{вт}}$ (старение)». Структура ЖНС характеризуется заданными морфологией (квазикубоиды) и размером ($\leq 0,5$ мкм) дисперсных частиц упрочняющей $\gamma'_{\text{вт}}$ и оптимальным мисфитом, ответственной за максимальную жаропрочность ЖНС. Таким образом установлено, что «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.

В четвертой главе изучены особенности изменения структуры и характера разрушения монокристаллов сплавов ВКНА-1В и ВКНА-25 в условиях кратковременных и длительных статических нагрузений при температурах до 1200°C , в условиях малоциклового усталости на базе 10^4 циклов при температурах 20, 750 и 900°C и в условиях термоциклирования. Показано, что при совместном воздействии высоких температур и напряжений исчезают первичные включения в междендритном пространстве, в дендритах в утолщенных γ -прослойках происходит выделение субмикронных или наноразмерных частиц $\gamma'_{\text{вт}}$. Такой распад реализуется только при совместном воздействии высоких температур и напряжений.

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 эллипсоидным. Источником зарождения магистральных трещин служат линии пересечения плоскостей скольжения с поверхностью образца.

Диссертантом установлено, что при испытаниях на МЦУ при 20°C монокристаллы гетерофазных ($\gamma' + \gamma$) сплавов типа ВКНА деформируются как композит, состоящий из хрупкой $\gamma'Ni_3Al$ и вязкой γNi составляющих, тогда как при 750-900°C разрушение становится вязким, что связано с изменением свойств этих фаз относительно друг друга с повышением температуры.

Диссертантом выявлен аномальный рост предела выносливости при испытаниях на МЦУ аналогично тому, как и предела текучести при испытаниях на растяжение монокристаллов с КГО $\langle 001 \rangle$ сплава ВКНА-1В с повышением температуры вплоть до максимума в окрестностях температур 800-900°C, обусловленный термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций. Для монокристаллов обоих сплавов с КГО $\langle 111 \rangle$ это проявляется в отсутствии разупрочнения при растяжении в этом интервале температур: пределы текучести при 20 и 800-900°C практически равны. Аномальный рост предела текучести при испытаниях на растяжение характерен для многих интерметаллидов со сверхструктурами $L1_2$ (Ni_3Al). Высота и температура пика зависят от содержания и комбинации легирующих элементов.

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

Научная новизна диссертационной работы заключается в изучении структурно-фазовых превращений и степени дендритной микроликвации в монокристаллах ($\gamma' + \gamma$) сплавов на основе Ni_3Al (система легирования Ni-Al-Cr-Ti-W-Mo-(Co)-(Re)), в состояниях после направленной кристаллизации, низко- и высокотемпературной ТО, кратковременных и длительных испытаний при статическом и циклических нагружениях.

Диссертантом **научно обоснован выбор режимов ТО**, которая снимает литейные напряжения, возникающие при НК, и практически не приводит к укрупнению структурных составляющих и исчезновению неравновесных первичных выделений ($\gamma' + \beta$) 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 уточнении режимов ТО для деталей ГТД нового поколения. Установлено наличие температурной аномалии предела выносливости при испытаниях на МЦУ сплавов на основе γ' Ni₃Al (сверхструктура L1₂) типа ВКНА. Это обусловлено термически активируемым поперечным скольжением винтовых дислокаций, характерным для сплавов со сверхструктурой L1₂. При температуре максимума в Ni₃Al происходит изменение системы октаэдрического скольжения на кубическое. 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 γ Ni с ГЦК неупорядоченной кристаллической структурой.

Практическая значимость работы заключается в разработке способа постадийного введения основных и легирующих элементов в расплав в зависимости от их реакционной способности при вакуумной индукционной плавке (ВИП) заготовок для направленной кристаллизации, что позволило предотвратить выделение крупных частиц топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз, аккумулирующих тугоплавкие ЛЭ, что в свою очередь обеспечило повышение долговечности ($\gamma'+\gamma$) сплавов. Сделанные рекомендации по температурно-временным параметрам кратковременной термической обработке позволили повысить долговечность литых изделий. Особо следует отметить, что на настоящий момент наиболее продвинутые зарубежные ИМ сплавы (IC221M, производство ORNL, USA и IC6SX, производство Lockheed Martin Energy Res.) уступают отечественным сплавам типа ВКНА (производство ФГУП ВИАМ) по характеристикам длительной прочности при 1100°C и, тем более 1200°C, и следовательно по предельным рабочим температурам. Получен патент РФ на литейный сплав на основе Ni₃Al и изделие, выполненное из него, с повышенными характеристиками малоциклового усталости на базе N=10⁴ циклов.

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.


Основные научные результаты диссертационной работы представлены в 9 научных изданиях, входящих в перечень ВАК, и обсуждены на международных и Всероссийских научно-технических конференциях.

Однако работа не свободна от некоторых недостатков.

1. В диссертации приведены результаты исследований, одна часть которых выполнена на монокристаллах сплава ВКНА-1В (без кобальта и рения), другая на сплаве ВКНА-25, содержащем эти элементы. Судя по тому, что кристаллизация сплава ВКНА-1В заканчивается формированием крупных включений первичных выделений $\gamma'Ni_3Al$ в междендритном пространстве, а кристаллизация ВКНА-25 заканчивается образованием двухфазных выделений $\gamma'Ni_3Al$, внутри которых расположены выделения $\beta NiAl$ (см. рис. 3.6 и 3.7), вероятны различия и в характере влияния на структуру и свойства режимов ТО и условий испытаний этих сплавов.
2. В работе отмечается, что кратковременный и длительный отжиг при $T \geq T_{solvus}$ по режиму ТОЗ практически устраняет дендритную микроликвацию большинства ЛЭ (таблица 3.8). В монокристаллах сплава ВКНА-25 k_L как легкоплавких ЛЭ (Al), так и наиболее тугоплавких (W), а также Cr, Co и Mo, становятся равными единице. Исключение составляют Ti ($k_L=0,85$) и Re ($k_L=1,3$). После длительного (10 ч) отжига при подсолидусной температуре (ТО4) $k_L \approx 1$ для всех ЛЭ, кроме Re. Однако причины этого явления в работе не объясняются.
3. В диссертации отмечается, что при определении коэффициента дендритной микроликвации $k_L = c_{од}/c_{мд}$, в сплавах на основе интерметаллида Ni_3Al наблюдаются определенные сложности. В междендритном пространстве, на границах между дендритами, расположены довольно крупные первичные выделения частиц $\gamma'Ni_3Al$ (рис. 3.6-3.8). В работе отсутствует информация о том, как эти сложности были преодолены.
4. В диссертации при обсуждении характера изменения механических свойств сплавов используются как термины «долговечность», так «длительная прочность». Не ясно, почему диссертант использует оба термина.
5. В диссертации детально исследованы структура и характер разрушения обоих сплавов при испытаниях на малоцикловую усталость на базе 10^4 циклов при температурах 20, 750 и 900°C, изменение структуры в различных условиях испытаний на термоусталость. Логично было бы привести данные по многоциклового усталости, которая является важной характеристикой жаропрочных конструкционных материалов. Однако такие данные в работе отсутствуют.

Сделанные замечания нисколько не снижают научной значимости и практической ценности работы. Диссертационная работа Булахтиной Марины Анатольевны является самостоятельной законченной квалификационной работой, которая выполнена на высоком научном уровне и вносит заметный вклад в развитие фундаментальных представлений о формировании структуры и механическом поведении монокристаллических интерметаллидных сплавов на основе Ni_3Al , предназначенных для использования при температурах до 1100-1200°C. Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 2.6.1 (05.16.01) – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и соответствует всем требованиям п. 9 Положения ВАК о присуждении ученых степеней, предъявляемым к диссертационным работам. Автор диссертации, М.А. Булахтина, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 (05.16.01) – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Официальный оппонент
Заместитель начальника лаборатории
титановых сплавов для конструкций
планера и двигателя самолёта
НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ,
Доктор технических наук
специальность 05.16.01 – Металловедение
и термическая обработка металлов
и сплавов


25.05.2022

Ночовная
Надежда Алексеевна

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)
Адрес: 105005 г. Москва, ул. Радио, д. 17
E-mail: priem@viam.ru
Телефон: 8(495)263-85-67

Подпись Ночовной Надежды Алексеевны удостоверяю,

Ученый секретарь «Ученого совета»,
к.т.н., доцент



Свириденко
Данила Юрьевич