



Направленная кристаллизация жаропрочных сплавов с повышенным температурным градиентом

Ю.А. Бондаренко

Е.Н. Каблов

Январь 2002

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем 30 научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в 4 филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

Статья подготовлена для опубликования в журнале «Металловедение и термическая обработка металлов», №7, 2002г.

Электронная версия доступна по адресу: www.viam.ru/public

Направленная кристаллизация жаропрочных сплавов с повышенным температурным градиентом

Ю.А. Бондаренко, Е.Н. Каблов

Всероссийский институт авиационных материалов

Введение

Промышленное производство лопаток ГТД базируется на методе Бриджмена, в котором процесс направленной кристаллизации, как известно, осуществляется перемещением керамической формы с расплавом жаропрочного сплава на водоохлаждаемом кристаллизаторе из зоны нагрева в зону охлаждения [1]. Вследствие того, что данный метод предполагает отвод теплоты кристаллизации только за счет радиационного охлаждения, он обеспечивает невысокие температурные градиенты на фронте кристаллизации ($G=10-20^{\circ}\text{C}/\text{см}$), малые скорости кристаллизации и охлаждения. Это приводит к формированию структуры жаропрочных сплавов с крупными дендритными и фазовыми составляющими, значительной дендритной ликвации и пористости. За рубежом проблему уменьшения пористости пытаются решать за счет использования дорогостоящей технологии газостатического прессования (HIP) [2]. Направленная кристаллизация в условиях невысокого температурного градиента может привести также к образованию на поверхности отливок структурных дефектов в виде полос струйной ликвации («freckles») [3], содержащих крупные выделения эвтектической γ/γ' -фазы и карбидов.

Необходимость в более эффективном отборе тепла привела к созданию процесса направленной кристаллизации с жидкометаллическим охладителем – метода LMC [4, 5]. В процессе LMC керамическую форму с расплавом жаропрочного сплава перемещают из зоны нагрева и одновременно погружают в ванну с жидким охлаждающим металлом. Использование конвективного охлаждения существенно повышает скорость теплоотвода: отливка

охлаждается в $\sim 3-4$ раза эффективнее, чем при охлаждении излучением [5]. В соответствии с законом Фурье в условиях квазистационарного теплового потока температурный градиент на фронте кристаллизации возрастает пропорционально плотности теплового потока через боковые стенки формы, это дополнительно позволяет увеличить и скорость кристаллизации.

На базе метода ЛМС за рубежом было предложено устройство для осуществления метода высокоскоростной направленной кристаллизации [6]. За счет высоких скоростей кристаллизации (более 20 мм/мин) и, следовательно, высоких скоростей охлаждения удалось уменьшить размер дендритных и структурных составляющих жаропрочных сплавов [4]. Однако чрезмерное увеличение скорости роста приводит к увеличению кривизны межфазной поверхности (фронта кристаллизации), высоким радиальным температурным градиентам, росту вторичных ветвей дендритов и зарождению зерен кристаллов на стенке формы [4]. Высокие скорости кристаллизации также содействуют формированию более неравновесной структуры, в первую очередь, эвтектических фаз.

Метод ЛМС получил развитие в ФГУП «ВИАМ», где была разработана технология высокоскоростной направленной кристаллизации лопаток ГТД в установках УВНК-8П с температурным градиентом $G=50-60^\circ\text{C}/\text{см}$ и жидкометаллическим охладителем – расплавом алюминия [7]. Эта технология достаточно широко используется в России при производстве рабочих лопаток авиационных ГТД [8].

Однако дальнейшее развитие технологии литья лопаток в установках УВНК-8П с монокристаллической структурой потребовало снизить скорость кристаллизации до $R=5$ мм/мин и даже меньше (для крупногабаритных лопаток).

Известно [9], что главная структурная характеристика – расстояние между дендритными осями первого порядка (λ , мкм) – связана со скоростями охлаждения расплава на фронте кристаллизации известным соотношением:

$$\lambda = a(G \cdot R)^{-n}.$$

Коэффициент a в этом выражении пропорционален интервалу кристаллизации: $a \sim \Delta T$, а показатель степени n может принимать значения в диапазоне $1/4$ – $1/2$. Исходя из этого соотношения, можно увеличить скорость охлаждения и, следовательно, уменьшить размер структурных составляющих также за счет повышения температурного градиента на фронте кристаллизации.

Цель настоящей работы – детальное исследование влияния условий направленной кристаллизации на формирование дендритной структуры, оптимизация параметров кристаллизации, создание специализированного оборудования для решения проблемы повышения качества структуры, уровня свойств жаропрочных сплавов при получении лопаток и других деталей горячего тракта ГТД.

Результаты исследований и их обсуждение

Исследование условий направленной кристаллизации жаропрочных сплавов в литейных керамических формах и создание специализированного высокоградиентного оборудования

Для решения поставленной задачи в ФГУП «ВИАМ» были спроектированы и изготовлены специализированные вакуумные плавильные установки направленной кристаллизации с различными способами охлаждения: УВНЭС-1, УВНЭС-2, УВНЭС-3. Их общей особенностью были близкие по размеру конструкции теплового узла, рассчитанные на одновременную кристаллизацию блока нескольких образцов или одной-двух лопаток (длиной ~ 150 – 200 мм). Информация о характере распределения температуры, полученная с помощью термопар, установленных на поверхности керамических форм, позволила оценить температурный градиент и изменения в положении фронта роста в процессе направленной кристаллизации [10]. Анализ полученных результатов показал, что направленная кристаллизация в керамических формах на медном водоохлаждаемом кристаллизаторе (метод Бриджмена) из-за недостаточно эффективного отвода тепла излучением с поверхности формы обеспечивает

незначительные градиенты на фронте кристаллизации: $G=30-40^{\circ}\text{C}/\text{см}$. Применение водоохлаждаемых кольцевых экранов в нижней части печи подогрева форм (установка УВНЭС-2) обеспечило некоторое увеличение значений температурного градиента до $G=50-60^{\circ}\text{C}/\text{см}$. Использование жидкометаллического охладителя (расплава олова) в установке УВНЭС-3 (метод LMC) позволило повысить температурный градиент до $G=80^{\circ}\text{C}/\text{см}$. Дальнейшее совершенствование конструкции печи с жидкометаллическим охладителем за счет использования двухзонного нагревателя, тепловых экранов, а также повышение рабочей температуры в печи подогрева форм (до 1700°C) в результате применения более огнеупорных безкремнеземных керамических форм, состоящих практически полностью из оксида алюминия ($99,6\% \text{Al}_2\text{O}_3$)*, обеспечило повышение температурного градиента до $G=200-250^{\circ}\text{C}/\text{см}$ [10].

В результате исследований была создана не имеющая аналогов в мировой практике модульная вакуумная высокоградиентная плавильная установка УВНЭС-4, особенности конструкции теплового узла которой защищены патентом Российской Федерации, а в настоящее время заканчивается изготовление промышленного образца высокоградиентной установки УВНЭС-5. В ней планируется одновременно кристаллизовать до 10–15 лопаток ГТД (длиной до 150 мм), а также осуществлять процесс высокоградиентной направленной кристаллизации крупногабаритных лопаток ГТУ (для энергетических установок) и других деталей горячего тракта длиной до 350 мм [10]. Это дает возможность ускорить внедрение нового технологического процесса в промышленность.

Влияние высокоградиентной направленной кристаллизации на структуру и свойства жаропрочных сплавов

Создание специализированного оборудования позволило приступить к исследованию процесса высокоградиентной направленной кристаллизации

* Здесь и далее по статье содержание химических соединений элементов дано в массовых долях, выраженных в %.

жаропрочных сплавов. В работах [11, 12] показано, что повышение температурного градиента на фронте кристаллизации способствует получению более качественной структуры. Этому эффекту можно дать следующее объяснение. В условиях дендритного роста при направленной кристаллизации жаропрочного сплава существует жидко-твердая область, которая состоит из закристаллизовавшихся осей дендритов, ориентированных в направлении роста (рис. 1) и расплава, сосредоточенного в междендритном пространстве. При направленной кристаллизации лопаток ГТД по существующей в России и за рубежом промышленной технологии с невысоким температурным градиентом ($G=10-30^{\circ}\text{C}/\text{см}$) высота жидко-твердой области на фронте кристаллизации составляет десятки миллиметров (рис. 1, а). Из-за перекрытия осями второго порядка дендритных каналов течение расплава в них затруднено. Вследствие различия молярных объемов жидкой и твердой фаз по мере кристаллизации в основании дендритов формируются дендритные поры.

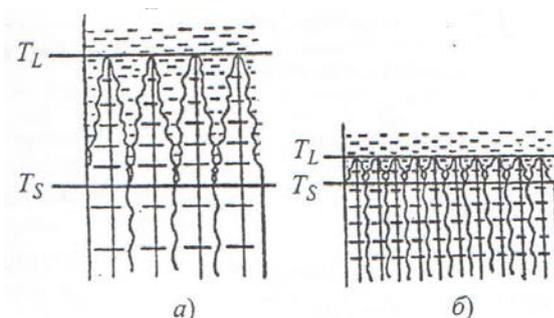


Рисунок 1. Схема фронта кристаллизации в условиях дендритного роста при направленной кристаллизации (T_S и T_L – температуры солидус и ликвидус соответственно):
 $a - G=30^{\circ}\text{C}/\text{см}$; $b - G=200^{\circ}\text{C}/\text{см}$

Повышение температурного градиента обеспечивает уменьшение высоты жидко-твердой зоны перед фронтом кристаллизации (рис. 1, б), что облегчает подпитку расплавом оснований дендритов и, следовательно, способствует уменьшению размера и количества междендритных пор (в 8–10 раз). Последующая высокотемпературная гомогенизация жаропрочных сплавов

может существенно (в ~ 2 раза) увеличить объемную долю и размер пор, особенно в структурах, полученных при низком температурном градиенте.

На рис. 2 приведены характерные структуры современного никелевого жаропрочного сплава Rene N5 [13] (7,0% Cr; 2,0% Mo; 5,0% W; 3,0% Re; 7,0% Ta; 6,2% Al; 8,0% Co; 0,15% Hf; 0,004% B; 0,05% C), полученные по различной технологии. Видно, что в условиях высокого градиента формируется более однородная тонкодендритная структура с меньшими по размеру расстояниями между осями дендритов и выделениями частиц упрочняющих фаз.

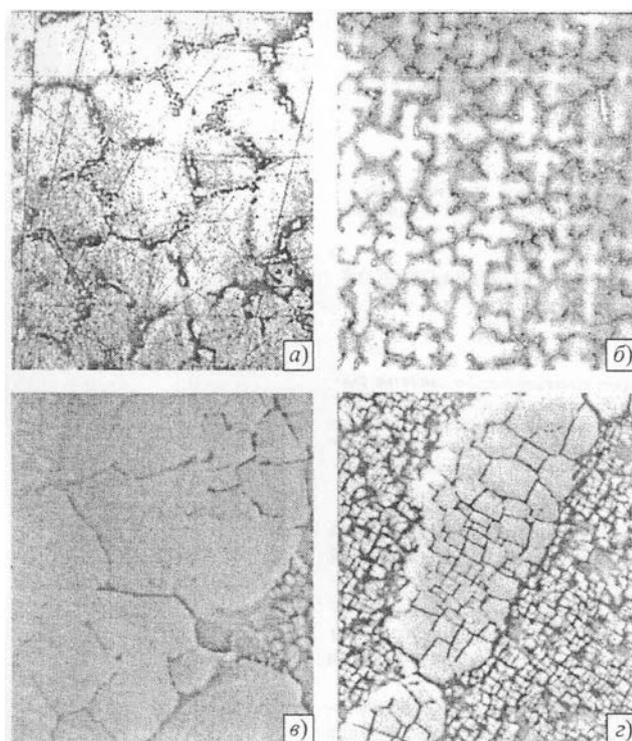


Рисунок 2. Структура жаропрочного сплава Rene N5, полученного различными способами (скорость кристаллизации $R_{кр}=5$ мм/мин): *а, в* – по промышленной технологии; *б, г* – методом направленной кристаллизации с повышенным температурным градиентом; *а, б* – $\times 100$; *в, г* – $\times 5000$

Результаты исследований зависимости коэффициента ликвации для никелевого жаропрочного сплава Rene N5 от условий направленной кристаллизации, проведенные с помощью микрорентгеноспектрального анализа, приведены в таблице. Видно, что такие элементы, как Al, Ta обогащают межосное пространство, а W, Re – концентрируются в осях

дендритов. Повышение температурного градиента уменьшает неоднородность химического состава, вызванного дендритной ликвацией. Это особенно важно для современных жаропрочных сплавов с повышенным содержанием тугоплавких элементов (W, Re), так как в этих сплавах даже длительная высокотемпературная гомогенизация не устраняет химической неоднородности внутри дендритной ячейки.

Зависимость коэффициента ликвации
для сплава Rene N5 от температурного градиента G
при направленной кристаллизации

$G, ^\circ\text{C}/\text{cm}$	Коэффициент ликвации (K_L) элементов:						
	Al	Cr	Mo	W	Ta	Co	Re
60	0,7	0,8	0,7	2,0	0,7	1,1	2,5
200	0,9	0,9	0,8	1,4	0,8	1,2	1,5

Примечание: Коэффициент ликвации определяли по формуле: $K_L = C_{\text{о.д.}}/C_{\text{м.д.}}$, где $C_{\text{о.д.}}$, $C_{\text{м.д.}}$ – концентрация легирующего элемента в оси дендрита и межосном пространстве соответственно.

С использованием метода физико-химического фазового анализа на образцах сплава Rene N5 удалось установить, что высокий температурный градиент способствует формированию более упорядоченного состава γ' -фазы. Степень порядка оценивали по числу валентных электронов γ' -фазы (\bar{E}) в расчете на 1 атом элементарной ячейки Ni_3Al . Как показано ранее [14], максимальной степени порядка γ' -фазы ($S=1$) соответствует $\bar{E}=8,25$, что характерно для нелегированного соединения Ni_3Al стехиометрического состава. Для сплава, полученного по промышленной технологии в условиях невысокого температурного градиента, $\bar{E}=8,37$ ($S<1$), а для сплавов, полученных методом высокоградиентной направленной кристаллизации, $\bar{E}=8,25-8,28$ ($S\approx 1$). Такая степень порядка является дополнительным фактором более высокой стабильности γ' -фазы в сплаве, полученном в условиях высокоградиентной направленной кристаллизации [15].

С использованием данного метода исследований удалось также заметить уменьшение вероятности образования микросегрегаций элементов, являющихся благоприятной средой для выделения ТПУ фаз при эксплуатации или высокотемпературном отжиге [15].

Сравнительный анализ диффузионных характеристик монокристаллов $\langle 001 \rangle$ никелевого жаропрочного сплава Rene N5 показали, что эффективные параметры самодиффузии атомов ^{63}Ni в условиях высокоградиентной направленной кристаллизации ($D_{\text{эф}} > 3,50 \cdot 10^{-13} \text{ см}^2/\text{с}$) в 2 раза ниже, чем в процессе кристаллизации по промышленной технологии ($D_{\text{эф}} = 5,52 \cdot 10^{-13} \text{ см}^2/\text{с}$). Результаты послойного анализа, характеризующие конкретные параметры диффузии по внутренним поверхностям раздела, свидетельствуют, что высокоградиентная направленная кристаллизация в сплаве Rene N5 существенно снижает диффузионную проницаемость, что, возможно, связано с отсутствием в структуре крупных выделений γ/γ' -эвтектики и междендритных пор.

Исходя из известного факта, что термическая стабильность и темп разупрочнения жаропрочных сплавов определяется в первую очередь диффузионными характеристиками [16], полученные результаты свидетельствуют о преимуществах высокоградиентной технологии, обеспечивающей высокое качество структуры и, следовательно, лучшую структурную стабильность жаропрочных сплавов.

Высокоградиентная направленная кристаллизация является наиболее перспективным методом повышения служебных характеристик современных литейных никелевых жаропрочных сплавов. Так, у монокристаллических образцов $\langle 001 \rangle$ сплава Rene N5 в литом состоянии (без термической обработки) время до разрушения при испытании на жаропрочность ($t = 1000^\circ\text{C}$, $\sigma = 250 \text{ МПа}$) составило $\tau_p = 60\text{--}72 \text{ ч}$. Высокий уровень свойств был получен на интерметаллидном (на основе Ni_3Al) сплаве ВКНА-1В с пониженной плотностью ($\rho = 7900 \text{ кг/м}^3$). Так, по уровню длительной прочности (100 ч) в интервале температур $800\text{--}1100^\circ\text{C}$ сплав ВКНА-1В не уступает промышленному жаропрочному сплаву ЖС26 (ВНК). Одновременно повышаются кратковременная прочность и сопротивление усталости сплава ВКНА-1В [17].

Высокоградиентная технология обеспечивает получение направленной композиционной структуры в перспективных эвтектических жаропрочных сплавах, которые по характеристикам длительной прочности (при 1100–1200°C) и на больших базах испытаний ($\tau > 1000$ ч) превосходят существующие литейные жаропрочные сплавы [18].

Разработанный процесс высокоградиентной направленной кристаллизации внедрен в опытно-промышленное производство ФГУП «ВИАМ». С его помощью получены партии сопловых и рабочих лопаток, а также других деталей горячего тракта ГТД из литейных жаропрочных (типа ЖС), интерметаллидных (на основе Ni_3Al) типа ВКНА и эвтектических жаропрочных сплавов (типа ВКЛС). Проведен ряд контрактных работ с зарубежными фирмами: «Хаумет» (США), «Дженерал Электрик» (США) [19], «MTU» (Германия). По результатам исследований специалистов фирмы «Дженерал Электрик» (США), значения температурного градиента на фронте кристаллизации в установках типа УВНЭС в 30 раз выше, чем температурные градиенты, достигаемые на промышленном оборудовании США.

Положительные результаты целого ряда длительных испытаний (в том числе «горячих» специальных, проводимых в составе изделий) различных деталей, полученных из литейных (типа ЖС), интерметаллидных (типа ВКНА), эвтектических жаропрочных сплавов, убедительно показали перспективность новой высокоградиентной технологии. Это открывает принципиально новые возможности в создании газотурбинных двигателей новых поколений и повышении их мощности, ресурса, топливной экономичности.

Выводы

Разработана и реализована на практике новая высокоградиентная технология направленной кристаллизации, которая позволяет получать лопатки и другие детали горячего тракта ГТД из литейных жаропрочных сплавов с повышенными служебными характеристиками. Установлены

особенности и механизм влияния температурного градиента на структуру жаропрочных сплавов.

Положительное влияние высокоградиентной направленной кристаллизации связано с уменьшением размера дендритных ячеек, частиц γ/γ' -эвтектики, дендритной ликвации, размера и количества пор, снижением диффузионной проницаемости, а также исключением образования ростовых дефектов в виде струйчатой полосчатости («freckles»). Это обеспечивает высокий уровень свойств жаропрочных сплавов.

Созданы не имеющие аналогов в мировой практике высокоградиентные печи УВНЭС-3, УВНЭС-4, изготавливается промышленный вариант установки УВНС-5. Все эти установки обеспечивают температурный градиент на фронте кристаллизации $G \geq 200\text{--}250^\circ\text{C}/\text{см}$, что в 3–5 раз превосходит значения G , которые достигаются на оборудовании, существующем в промышленности России.

Список литературы:

1. Versnyder F.L., Shank M.E. The Development of Columnar Grain and Single Crystal High Temperature Materials through Directional Solidification // Mater. Sci. and Eng. 1970. V. 6, №4. P. 213–247.
2. Copley S.N., Giamei A.F., Johnson S. Origin of «Freckles» in Ni-Base Superalloy // Metallurgical Transactions. 1970. №1. P. 2193–2204.
3. Горячее изостатическое уплотнение отливок. Обзор зарубежной литературы / Под ред. С.С. Хаюрова // Технология легких сплавов. 1985. №3. С. 43–54.
4. Giamei A.F., Tschinkel J.G. Liquid Metal Cooling: A New Solidification Technique // Met. Trans. A. V. 7A. 1976. P. 1427–1434.
5. Giamei A.F., Kraft E.H., Lemkey F.D. New Trends in Materials Processing // ASM. Metals Park, OH. 1976. P. 48–97.
6. Patent № 3763926 U.S. Apparatus for Casting of Directionally Solidified Articles / J.G. Tschinkel, A.F. Giamei. 1973.
7. Строганов Г.Б., Логунов А.В., Герасимов В.В. и др. Высокоскоростная направленная кристаллизация // Литейное производство. 1983. №12. С. 20–22.

8. Панкратов В.А., Каблов Е.Н. Инкубатор для турбинных лопаток // Наука и жизнь. 1991. №8. С. 62–64.
9. Чалмерс Б. Теория затвердевания. М.: Металлургия, 1968. 288 с.
10. Бондаренко Ю.А., Каблов Е.Н. Высокоградиентная направленная кристаллизация – перспективная технология получения лопаток ГТД с монокристаллической структурой // В кн. Е.Н. Каблова «Литье лопаток газотурбинных двигателей (сплавы, технология, покрытия)». М.: МИСиС, 2001. С. 339–444.
11. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А. Новое в технологии производства лопаток ГТД // Аэрокосмический курьер. 1999. №2. С. 60–62.
12. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А. Получение монокристаллических лопаток ГТД высокоградиентной направленной кристаллизацией // Авиацонная промышленность. 2000. №1. С. 53–56.
13. Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Петрушин Н.В. Никелевые жаропрочные сплавы для литья лопаток с направленной и монокристаллической структурой // Материаловедение. 1997. №4. с. 32–39.
14. Морозова Г.И. Феномен γ' -фазы в жаропрочных никелевых сплавах // Доклады АН. 1992. Т. 325, №6. С. 1193–1197.
15. Бондаренко Ю.А., Каблов Е.Н., Морозова Г.И. Влияние высокоградиентной направленной кристаллизации на структуру и фазовый состав жаропрочного сплава типа Rene N5 // МиТОМ. 1999. №2. С. 15–18.
16. Бокштейн С.З. Диффузия и структура металлов. М.: Металлургия, 1973. 206 с.
17. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А. Высокоградиентная направленная кристаллизация жаропрочных сплавов типа ВКНА // Юбилейный научно-технический семинар: Сб. докл. М.: Изд. МАТИ – РГГУ, 2000. С. 71–81.
18. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение, 1988. 464 с.
19. Hugo F., Betz U., Ren J., Huang S.-C., Bondarenko J. Casting of Directionally Solidified and Single Crystal Components Using Liquid Metal Cooling (LMC): Results from Experimental Trials and Computer Simulations // International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, Santa Fe, VMD–AVS. 1999. P. 16–30.