ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ» НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах рукописи

Елютин Евгений Сергеевич

РАЗРАБОТКА ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ V И VI ПОКОЛЕНИЙ С ПОВЫШЕННОЙ ДЛИТЕЛЬНОЙ ПРОЧНОСТЬЮ ДЛЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛОПАТОК ПЕРСПЕКТИВНЫХ АВИАЦИОННЫХ ГТД

Специальность 2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель, доктор технических наук Петрушин Н.В.

ОГЛАВЛЕНИЕ

		Стр.
BBEJ	ЦЕНИЕ	5
ГЛАЕ	ВА 1 МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ЖАРОПРОЧНЫЕ	
НИКІ	ЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ, ЛЕГИРОВАННЫЕ РЕНИЕМ И РУТЕНИЕМ	
(обзој	p)	17
ГЛАЕ	ЗА 2 МЕТОДЫ ИЗГОТОВЛЕНИЯ, ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ	
ИИС	СЛЕДОВАНИЙ	38
2.1	Методы изготовления исходных сплавов и отливок образцов для	
	исследований и испытаний	38
2.1.1	Получение отливок образцов с переменным по длине химическим	
	составом	41
2.2	Методы проведения исследований физико-химических свойств и	
	структурно-фазовых характеристик	46
2.3	Методы испытаний для определения механических свойств	49
ГЛАЕ	ВА З ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ФИЗИКО-	
ХИМ	ИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	
НИКІ	ЕЛЕВЫХ ү/ү'-СПЛАВОВ	52
3.1	Растворимость рения и рутения в ү'-фазе никелевых сплавов	
	четверной системы Ni–Al–Re–Ru	52
3.2	Сегрегация легирующих элементов при направленной	
	кристаллизации с плоским фронтом и ее влияние на физико-	
	химические свойства и структурно-фазовые характеристики рений-	
	рутенийсодержащих ү/ү'-сплавов	60
3.3	Синергическое влияние рения и рутения на длительную прочность	
	монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов	72
3.4	Влияние знака ү/ү'-мисфита на микроструктуру и длительную	
	прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов	78
3.5	Выводы	89

ГЛА	ВА 4 КОМПЬЮТЕРНОЕ КОНСТРУИРОВАНИЕ	
MOH	ЮКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ	
PEH	ИЙ-РУТЕНИЙСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ НОВОГО	
ПОК	ОЛЕНИЯ	93
4.1	Метод компьютерного конструирования	93
4.2	Применение метода компьютерного конструирования при	
	разработке монокристаллических жаропрочных никелевых	
	рений-рутенийсодержащих сплавов V и VI поколений с заданным	
	уровнем свойств	99
4.3	Выводы	106
ГЛА	ВА 5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И	
PA3I	РАБОТКА НОВОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА V ПОКОЛЕНИЯ	107
5.1	Микроструктура и структурно-фазовые характеристики	
	монокристаллов сконструированного жаропрочного сплава после	
	литья и термической обработки	107
5.2	Оценка длительной прочности монокристаллов экспериментальной	
	композиции сконструированного сплава	118
5.3	Структурные превращения в монокристаллах сконструированного	
	сплава при высокотемпературных испытаниях на длительную	
	прочность	122
5.4	Исследование физико-механических свойств монокристаллов из	
	жаропрочного никелевого сплава ВЖМ8 с заданной КГО	127
5.5	Технологическое опробование сплава ВЖМ8 при литье	
	монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного	
	вертолетного двигателя	142
5.6	Выводы	146

ГЛАВА 6 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И	
РАЗРАБОТКА НОВОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА VI ПОКОЛЕНИЯ	148
6.1 Микроструктура и структурно-фазовые характеристики	
монокристаллов сконструированного жаропрочного сплава после	
литья и термической обработки	148
6.2 Оценка длительной прочности монокристаллов экспериментальной	
композиции сконструированного сплава	157
6.3 Структурные превращения в монокристаллах сконструированного	
сплава при высокотемпературных испытаниях на длительную	
прочность	160
6.4 Исследование физико-механических свойств монокристаллов с	
КГО <001> из жаропрочного никелевого сплава ВЖМ10	165
6.5 Технологическое опробование сплава ВЖМ10 при литье	
монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного	
авиационного двигателя большой тяги	173
б.б Выводы	176
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	178
ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ	182
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	183

введение

Начало XXI века ознаменовало доминирующее положение ГТД в качестве силовых установок гражданской и военной авиационной техники. Это позволило совершить качественный скачок в развитии авиации: освоить большие высоты полета и сверхзвуковые скорости с числом Маха до 3,3, значительно повысить грузоподъемность и дальность полета.

Эксплуатационные характеристики ГТД определяются температурой газа на входе в турбину, повышение которой позволяет увеличить тягу двигателя и снизить удельный расход топлива. Создание перспективных авиационных двигателей V и VI поколений требует применения рабочих лопаток газовых турбин, способных противостоять одновременному воздействию температуры свыше 1950 К, а также высоких статических и циклических механических напряжений, активной коррозионно-окислительной среды. В этой связи, разработка более жаропрочных материалов для турбинных рабочих лопаток ГТД имеет наибольшую актуальность.

В современных ТВД авиационных ГТД применяются монокристаллические¹ рабочие лопатки из сложнолегированных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС), изготовленные методом направленной кристаллизации. При этом наиболее существенные достижения связаны с созданием с использованием цифровых технологий монокристаллических ЖНС IV и V поколений, легированных рением и рутением. Типичные представители сплавов этого класса – известные зарубежные монокристаллические сплавы EPM-102/MX-4/PWA-1497 (General Electric Company/ Pratt&Whitney/ NASA), TMS-162, TMS-196 (NIMS,

¹ Применение термина «монокристалл» к отливкам из жаропрочных никелевых сплавов, получаемым методами направленной кристаллизации, широко распространено как в отечественной, так и в зарубежной литературе. В структуре таких отливок отсутствуют большеугловые границы, которые являются структурным дефектом, инициирующим разрушение лопаток ГТД при высоких температурах. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов имеют двухфазную γ/γ' -микроструктуру: матричной фазой является γ -твёрдый раствор на основе никеля, упрочненный дисперсными частицами γ' -фазы на основе интерметаллида Ni₃Al, фазы имеют ориентационное соотношение $\{100\}_{\gamma} \parallel \{100\}_{\gamma'}$ и $\langle 100\rangle_{\gamma} \parallel$ $\langle 100\rangle_{\gamma'}$ и полукогерентно связаны между собой. Поэтому дифрактограммы и лауэграммы от такой структуры соответствует дифрактограммам от однофазных монокристаллов.

IHI Corp.) и отечественный сплав ВЖМ4 (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ), которые среди ЖНС имеют наибольшую длительную прочность и температурную работоспособность.

По прогнозам, перспективные ГТД будут обладать значительно более высокими параметрами термодинамического цикла за счет дальнейшего совершенствования конструкции и применения новых материалов с повышенными характеристиками жаропрочности. Повышение температуры газа на входе в турбину по-прежнему рассматривается как один из главных инструментов повышения тяги двигателя и снижения удельного расхода топлива [1–4].

В России для решения задачи создания научно-технического задела и мирового лидерства в авиационных технологиях утверждены ФЦП «Развитие гражданской авиационной техники России на 2002–2010 годы и на период до 2015 года» и ФЦП «Федеральная космическая программа России на 2016–2025 годы». Это послужило основой для создания двигателя V поколения ПД-14 и позволило приступить к разработке перспективных вертолетных двигателей (ВК-2500П и др.) и двигателя большой тяги (ПД-35).

В конструкции двигателя ПД-14 применены 20 новых материалов, среди которых монокристаллический рений-рутенийсодержащий сплав ВЖМ4 [5, 6] для рабочих лопаток ТВД. Это позволило повысить температуру газа до уровня зарубежных аналогов [7]. Однако при высоком уровне жаропрочности в интервале температур от 900 до 1150 °C сплав ВЖМ4 имеет недостаточно высокую длительную прочность при температурах от 1170 до 1250 °C.

Приоритетные направления исследований в области разработки материалов нового поколения для авиационной техники определены НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ совместно с институтами РАН, национальными исследовательскими университетами и промышленными предприятиями и реализуются в рамках «Стратегических направлений развития материалов и технологий их производства на период до 2030 года» [8]. Реализация стратегических направлений пределение исследовательских и

опытно-конструкторских работ для создания концептов, определяющих облик техники будущего. Одним из главных концептов является «Перспективный двигатель», который предполагает создание ГТД с соотношением тяги к весу 20:1, в том числе за счет применения новых высокожаропрочных материалов.

Выполнение основной части диссертационной работы проходило в рамках НИР Федеральной целевой программы «Развитие гражданской авиационной техники России на 2002-2010 годы и на период до 2015 года», договора с СЧ AO «ОДК-Авиадвигатель» на выполнение НИОКР «Разработка конструкционных высокотемпературных металлических, интерметаллидных, композиционных, керамических, естественно-композиционных, функциональных материалов нового поколения и технологий изготовления крупногабаритных полуфабрикатов и деталей для создания ТРДД большой тяги», гранта Президента РΦ по государственной поддержке ведущих научных школ (грант НШ-5054.2012.8) и гранта Российского фонда фундаментальных исследований РФФИ (грант № 18-508-12010).

Цель и задачи работы

Работа посвящена разработке с использованием цифровых технологий нового поколения литейных жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов (сплавов V и VI поколений) с повышенными характеристиками длительной прочности и рабочей температурой до 1200 °C для монокристаллических рабочих лопаток турбин перспективных газотурбинных двигателей вертолетов, самолетов и других изделий авиационной техники.

Для достижения указанной цели в работе были поставлены и решены следующие научно-практические задачи:

- определить технологические параметры направленной кристаллизации с плоским фронтом никелевых γ/γ'-сплавов систем Ni–Al–Re–Ru и Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru и получить образцы с переменным по длине химическим составом (образцы с макросегрегацией) и на этой основе определить растворимость рения и рутения в γ'-фазе никелевых сплавов, а также разработать регрессионные модели для прогнозирования температур γ'-сольвус, солидус и

ликвидус жаропрочных никелевых сплавов в зависимости от содержания алюминия, тантала, рения и рутения в концентрационной области, соответствующей монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам V и VI поколений;

- исследовать влияние знака ү/ү'-мисфита на ү/ү'-микроструктуру и длительную прочность монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов;

- с применением метода компьютерного конструирования определить концентрационные области легирования новых монокристаллических жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов V и VI поколений с повышенными характеристиками длительной прочности и температурной работоспособности;

- разработать специальные режимы термической обработки, включающие операцию горячего изостатического прессования (ГИП), монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из новых жаропрочных никелевых ренийрутенийсодержащих сплавов V и VI поколений, обеспечивающие достижение требуемых характеристик длительной прочности путем формирования кубоидных частиц γ'-фазы заданного размера, снижения ликвационной химической неоднородности и объемной микропористости;

- исследовать механические свойства монокристаллов с заданной кристаллографической ориентацией из новых жаропрочных никелевых ренийрутенийсодержащих сплавов V и VI поколений в связи с их общей квалификацией (паспортизацией).

Научная новизна работы

1. Впервые получены значимые научно обоснованные технические решения в области разработки нового поколения жаропрочных никелевых ренийрутенийсодержащих сплавов для монокристаллических рабочих лопаток ГТД. С перспективных авиационных помощью метода компьютерного конструирования и на основе результатов экспериментальных исследований структурно-фазовых характеристик, физико-химических свойств и механических испытаний разработаны монокристаллические жаропрочные рений-

рутенийсодержащие никелевые сплавы нового поколения, обладающие повышенными характеристиками длительной прочности и рабочей температуры, следующих марок:

- монокристаллический сплав V поколения ВЖМ8 с рабочей температурой до 1170 °C (для <001> монокристаллов сплава σ_{B}^{20} = 1365 МПа, $\sigma_{0,2}^{20}$ = 940 МПа, δ_{5}^{20} = 16 %, σ_{B}^{1200} = 260 МПа, $\sigma_{0,2}^{1200}$ = 230 МПа, δ_{5}^{1200} = 45 %, σ_{100}^{900} = 580 МПа, σ_{100}^{1000} = 320 МПа, σ_{100}^{1100} = 185 МПа, σ_{1000}^{1100} = 140 МПа, σ_{100}^{1170} = 110 МПа, средние значения);

- монокристаллический сплав VI поколения ВЖМ10 с рабочей температурой до 1200 °C (для <001> монокристаллов сплава $\sigma_{\rm B}^{20}$ = 1350 МПа, $\sigma_{0,2}^{20}$ = 980 МПа, δ_{5}^{20} = 11,5 %, $\sigma_{\rm B}^{1200}$ = 255 МПа, $\sigma_{0,2}^{1200}$ = 235 МПа, δ_{5}^{1200} = 34 %, $\sigma_{\rm B}^{1250}$ = 135 МПа, $\sigma_{0,2}^{1250}$ = 110 МПа, δ_{5}^{1250} = 41 %, σ_{100}^{900} = 620 МПа, σ_{100}^{1000} = 360 МПа, σ_{100}^{1100} = 200 МПа, σ_{100}^{1200} = 80 МПа, σ_{10}^{1250} = 55 МПа, средние значения).

2. Показано, что в никелевых сплавах четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru при кристаллизации γ' -фаза образуется по перитектической L+ $\gamma \rightarrow \gamma'$ при температуре 1374 °C и эвтектической L $\rightarrow \gamma'$ + β при температуре 1372 °C реакциях, так как это установлено в новой версии фрагмента диаграммы состояния двойной системы Ni–Al в области составов, соответствующих γ' -фазе.

3. В никелевых сплавах четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru определена растворимость Re и Ru в γ' -фазе, составляющая в сплавах $\gamma+\gamma' - 1,1$ и 1,5 % (атомн.), в сплаве на основе γ' -фазы – 0,5 и 1,9 % (атомн.), в сплавах $\gamma'+\beta - 0,5$ и 1,4 % (атомн.) соответственно; растворимость Ru в β -фазе составляет 7,1 % (атомн.); наличие Re в β -фазе не установлено. По сравнению с трехкомпонентными никелевыми сплавами систем Ni–Al–X (где X = Ru, Re) одновременное взаимодействие рения и рутения уменьшает их растворимость в γ' -фазе четырехкомпонентных никелевых сплавов Ni–Al–Re–Ru.

4. Установлено, что в системе Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co-Re-Ru, отвечающей монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам IV и V

поколений (типа ВЖМ4), легирование рением приводит к значительному повышению температур солидус и ликвидус, снижению температуры γ'-сольвус, а рутением – к небольшому повышению температур этих фазовых превращений.

5. Разработаны и апробированы регрессионные модели, позволяющие прогнозировать температуры γ'-сольвус, солидус и ликвидус монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов в зависимости от концентраций алюминия, тантала, рения и рутения в концентрационной области, соответствующей перспективным монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам V и VI поколений.

Установлены γ/γ' -мисфита 6. закономерности влияния знака на жаропрочных длительную прочность монокристаллов микроструктуру И никелевых сплавов системы Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co: наибольшей длительной прочностью при температурах 800 и 1000 °C обладают монокристаллы сплава с отрицательным γ/γ' -мисфитом (период решетки γ' -фазы меньше, чем γ -твердого раствора) и образовавшимся *N*-рафтингом, наименьшую – монокристаллы сплава с нулевым мисфитом (рафт-структура не образуется), промежуточные значения длительной прочности обнаруживают монокристаллы сплава с положительным γ/γ' -мисфитом (период решетки γ' -фазы больше, чем γ -твердого раствора) и *P*-рафтингом.

Практическая значимость результатов исследований

1. Внедрение разработанных и паспортизованных жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов новых поколений обеспечивает достижение следующих эксплуатационных параметров монокристаллических рабочих лопаток ТВД авиационных газотурбинных двигателей:

- применение сплава V поколения ВЖМ8 и разработанных режимов многоступенчатой термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием (ГИП), обеспечит длительную прочность при температуре 1100 °C σ_{1000}^{1100} =140 МПа (среднее значение), что превосходит сплавы-аналоги ЖС32 в 1,5–2,0 раза и ВЖМ4 на 9–17 %; применение сплава ВЖМ8 взамен существующего серийного жаропрочного сплава ЖС32 для

производства рабочих лопаток ТВД обеспечит повышения в 2–3 раза ресурса работы турбинных лопаток и увеличение рабочей температуры материала лопаток длительно до 1170 °C и кратковременно до 1200 °C;

- применение сплава VI поколения ВЖМ10 и разработанных режимов многоступенчатой термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием (ГИП), обеспечит следующие характеристики $\sigma^{\scriptscriptstyle 900}_{\scriptscriptstyle 100}$ длительной прочности сплава (средние значения): = 620 MΠa, σ_{100}^{1000} = 360 МПа, σ_{100}^{1100} = 200 МПа, σ_{100}^{1200} = 80 МПа, σ_{10}^{1250} = 55 МПа, что превосходит сплав-аналог ВЖМ4 в интервале температур от 900 до 1100 °С на 9-18 %, при температуре 1200 °С – в 1,5 раза, при температуре 1250 °С – в 2 раза; ВЖМ10 взамен ВЖМ4 применение сплава сплава для производства монокристаллических рабочих лопаток ТВД двигателя большой тяги ПД-35 обеспечит увеличение рабочей температуры материала лопаток длительно до 1200 °С и кратковременно до 1250 °С;

2. В условиях опытно-промышленного производства НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ проведено технологическое опробование с положительным результатом разработанных сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10 при литье монокристаллических рабочих лопаток газовых турбин перспективных авиационных двигателей для вертолетов и самолетов;

3. По результатам исследований на сплав ВЖМ8 выпущена нормативная научно-техническая документация, в том числе:

- ТР 1.2.2367-2014 «Термообработка, совмещенная с ГИП, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из высокожаропрочного сплава ВЖМ8»;

- атлас эталонных структур сплава ВЖМ8.

По результатам исследований на сплав ВЖМ10 выпущена следующая нормативная научно-техническая документация:

- паспорт № 2011 на жаропрочный монокристаллический сплав марки ВЖМ10;

- ТУ 1-595-3-1811-2019 «Литые прутковые (шихтовые) заготовки из жаропрочного сплава марки ВЖМ10-ВИ»;

- ТИ 1.595-3-1167-2018 «Выплавка жаропрочного монокристаллического сплава»;

- ТР 1.2.2744-2019 «Литье монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из жаропрочного сплава ВЖМ10-ВИ с заданной КГО»;

- ТР 1.2.2728-2019 «Термическая обработка, совмещенная с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из жаропрочного сплава ВЖМ10».

Методология и методы исследования

Выплавка слитков экспериментальных композиций сплавов проводилась в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002. Выплавку слитков опытнопромышленных партий разработанных сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10 проводили в промышленной вакуумной индукционной печи ИСВ-016.

Методом нормальной направленной кристаллизации на лабораторной установке УНК-1 из слитков экспериментальных сплавов систем Ni–Al–Re–Ru и Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru в условиях высокого градиента температур на фронте роста получены отливки с переменным по длине химическим составом.

Методом направленной кристаллизации в промышленной вакуумной установке УВНК-9А получены монокристаллические отливки экспериментальных Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co ВЖМ10 сплавов системы И сплава С кристаллографической ориентацией <001>, а сплава ВЖМ8 также с кристаллографическими ориентациями <001>, <011> и <111>.

Из отливок экспериментальных и разработанных сплавов изготовили образцы для дальнейших исследований и испытаний. Температуры фазовых превращений исследовали методом дифференциального термического анализа. Для исследований макроструктуры образцов применялся метод оптической микроскопии. Микроструктуру образцов исследовали методами растровой электронной микроскопии, электронно-зондового и рентгеноструктурного анализов. Для исследования механических свойств проводили испытания

цилиндрических образцов на кратковременную и длительную прочность, ползучесть, мало- и многоцикловую усталость.

Положения и результаты, выносимые на защиту

1. Разработка нового монокристаллического жаропрочного ренийрутенийсодержащего никелевого сплава V поколения ВЖМ8 с уровнем длительной прочности $\sigma_{1000}^{1100} = 140$ МПа (среднее значение) и рабочей температурой до 1170 °C, технологических параметров газостатической и термической обработок монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из нового сплава;

2. Разработка нового монокристаллического жаропрочного ренийрутенийсодержащего никелевого сплава VI поколения ВЖМ10 с уровнями длительной прочности (средние значения) $\sigma_{100}^{900} = 620$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 360$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 200$ МПа, $\sigma_{100}^{1200} = 80$ МПа, $\sigma_{10}^{1250} = 55$ МПа и рабочей температурой до 1200 °C, технологических параметров газостатической и термической обработок монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из нового сплава;

3. Регрессионные модели, позволяющие прогнозировать температуры γ'-солвус, солидус и ликвидус жаропрочных никелевых сплавов в зависимости от содержания алюминия, тантала, рения и рутения в концентрационной области, соответствующей жаропрочным никелевым сплавам нового поколения;

 Закономерности влияния знака ү/ү'-мисфита на структуру и длительную прочность монокристаллов экспериментальных жаропрочных никелевых сплавов;

 Растворимость рения и рутения в ү'-фазе никелевых сплавов четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru.

Достоверность

Достоверность результатов проведенных исследований подтверждается использованием современных методов и приборов для анализа химического состава, микроструктуры, физико-химических свойств и структурно-фазовых характеристик гетерофазных сплавов, обработки экспериментальных данных, сертифицированного оборудования для проведения механических испытаний и значительным объемом выполненных экспериментов.

Личный вклад автора

Вошедшие в работу результаты были получены автором под научным руководством д.т.н. Петрушина Н.В. Автором лично был выбран режим и проведены нормальная направленная кристаллизация и дифференциальный термический анализ экспериментальных никелевых сплавов систем Ni-Al-Re-Ru и Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co-Re-Ru. Автором выполнен расчет параметров структуры, фазового состава, механических и теплофизических свойств при компьютерном конструировании сплавов V и VI поколений ВЖМ8 и ВЖМ10, а также экспериментальных сплавов системы Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co. Автором выполнен анализ данных по результатам исследования химического состава (химический, газовый, атомно-эмиссионный и масс-спектрометрические методы анализа), структуры и фазового состава (количественный металлографический, электронно-зондовый и рентгеноструктурный анализы, растровая электронная микроскопия), механических свойств (кратковременная и длительная прочность, ползучесть, мало- и многоцикловая усталость) и теплофизических свойств (плотность). Автор принимал непосредственное участие в постановке задач, обсуждении полученных результатов, а также написании статей и тезисов докладов. Результаты исследований неоднократно докладывались лично автором на российских и международных конференциях.

Апробация работы

Основные результаты, приведенные диссертационной работе, В докладывались И обсуждались на Международной научно-технической юбилею НИЦ «Курчатовский конференции, посвященной 75-летнему институт» - ВИАМ (г. Москва, 2007 г.); научно-практической конференции молодых ученых и специалистов, посвященной 120-летию со дня рождения И.И. Сидорина (г. Москва, 2008 г.); V Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников, аспирантов и студентов старших курсов (г. Москва, 2008 г.); 6-й Международной молодежной научно-технической

конференции «Молодежь в авиации: новые решения и перспективные технологии» (г. Алушта, 2012 г.); 9-й Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (г. Москва, 2012 г.); международной научнопрактической конференции «Рений. Научные исследования, технологические разработки, промышленное применение» (г. Москва, 2013 г.); симпозиуме «Новые материалы, перспективные технологии металлургии» (г. Москва, 2014 г.); Всероссийской научно-технической конференции «Фундаментальные И прикладные исследования в области создания литейных жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов и высокоэффективных технологий изготовления деталей ГТД» (г. Москва, 2017 г.).

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 9 научных работ в рецензируемых журналах, из которых 5 включены в перечень ВАК и 4 включены в международные базы данных Scopus и Web of Science, и получено 2 патента РФ [9, 10], отражающих основное содержание работы.

Соответствие паспорту специальности

Содержание диссертации соответствует паспорту специальности 2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» пунктам:

- п. 1. «Изучение взаимосвязи химического и фазового составов (характеризуемых различными типами диаграмм, в том числе диаграммами состояния) с физическими, механическими, химическими и другими свойствами сплавов»;

- п. 2. «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях, включая технологические воздействия, и влияние сварочного цикла на металл зоны термического влияния, их моделирование и прогнозирование»;

- п. 9. «Разработка новых принципов конструирования и моделирования структур сплавов (включая создание технологий их получения), обладающих

заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях».

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения, перечня сокращений и обозначений, списка литературы. Общий объем диссертации составляет 200 страниц, включая 68 рисунков, 43 таблицы, 19 формул и список цитируемой литературы из 204 наименований.

ГЛАВА 1

МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ, ЛЕГИРОВАННЫЕ РЕНИЕМ И РУТЕНИЕМ (обзор)

Разработка литейных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) тесно связана с развитием авиационного двигателестроения. В 50-е годы, в связи с созданием газотурбинных двигателей для реактивных и турбовинтовых самолетов, потребовались новые высокотемпературные материалы, в первую очередь, для рабочих и сопловых лопаток газовых турбин, эксплуатирующихся в условиях одновременного воздействия высоких температур, статических и циклических напряжений, а также активной коррозионно-окислительной среды [11, 12].

Разработчиком первого отечественного материала для лопаток газовых турбин по поручению Совета Министров СССР и лично И.В. Сталина назначен Всесоюзный научно-исследовательский институт авиационных материалов (ВИАМ, ныне НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ). Успешное выполнение ответственного поручения послужило началом зарождения в стенах института научной школы под руководством академика Сергея Тимофеевича Кишкина. Особую важность обрел комплексный подход, заключающийся в единстве решения металловедческих, технологических И конструкторских задач. Результатом многолетнего труда научного коллектива ВИАМ стало значительное повышение жаропрочности сплавов на никелевой основе, что обеспечило разработку высокотемпературных двигателей и становление отечественной реактивной авиации [11-13].

Фундаментальным в науке о жаропрочных материалах стало сформулированное С.Т. Кишкиным положение: конструкционные материалы, предназначенные для работы при высоких температурах в условиях длительного воздействия динамических и циклических нагрузок, должны иметь гетерофазное строение [14]. На основе гетерофазной теории жаропрочности разработаны основные положения теории легирования жаропрочных никелевых сплавов и практики их применения. Положительное влияние гетерофазной структуры на способность сплавов сопротивляться высокотемпературной ползучести получило название эффект С.Т. Кишкина [13].

Революционным решением и личной победой С.Т. Кишкина, определившей дальнейшее развитие авиационной техники, стало изготовление лопаток турбины методом литья, а не деформации как прежде. Были разработаны первые литейные жаропрочные никелевые сплавы, позволившие создать литые лопатки ГТД и показать их преимущество перед деформированными [15, 16].

Методы легирования, направленные на упрочнение границ и объема зерен, долгое время были основным способом повышения механических свойств ЖНС с поликристаллической структурой. Однако все более сложное легирование приводило к снижению пластичности сплавов, большему разбросу механических свойств и снижению термостойкости. Последний фактор имеет большое значение, так как высокие термические напряжения в охлаждаемых лопатках ГТД являются основной причиной их разрушения [12].

Исключение поперечных границ зерен путем направленной кристаллизации (т.е. создание столбчатой структуры зёрен) позволило технологическим способом повысить температурный уровень работоспособности сплавов (рисунок 1) [17, 18]. Естественным развитием этой технологии явилось создание монокристальных отливок лопаток, в которых отсутствуют большеугловые границы зерен [12, 17, 19, 20].

В последние два десятилетия разработаны отечественные и зарубежные монокристаллические ЖНС IV и V поколений (таблица 1) [21–30]. Значительный рост температурного уровня работоспособности монокристаллов достигнут путем легирования рением и рутением (рисунок 2).



Рисунок 1 – Рабочие температуры отечественных литейных ЖНС с равноосной (.....), направленной (–––) и монокристаллической (—–) структурами [18]



Рисунок 2 – Температурная работоспособность (σ = 137 МПа, τ = 1000 ч) монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов I–V поколений [21, 28,

0	(Содержание легирующего элемента, % (мас.)											
Сплав	Cr	Ti	Mo	W	Re	Та	Al	Ru	Co	Другие	г/см ³		
					I пов	солен	ие						
CMSX-2	8,0	1,0	0,6	8,0	_	6,0	5,6	_	5,0	_	8,560		
PWA 1480	10,0	1,5	_	4,0	_	12,0	5,0	_	5,0	—	8,700		
Rene N4	9,0	4,2	2,0	6,0	_	4,0	3,7		8,0	0,5 Nb	8,560		
MC2	8,0	1,5	2,0	8,0	_	6,0	5,0		5,0		8,630		
AM-1	7,8	1,1	2,0	5,7	_	7,9	5,2		6,5	—	8,600		
AM-3	8,0	2,0	2,25	5,0	_	3,5	6,0		5,5		8,250		
ЖС30М	7,0	1,8	0,6	12,0	_	_	5,0		7,5		8,635		
ЖС40	6,1	I	4,0	6,9	_	7,0	5,6		0,5	0,2 Nb	8,800		
					II по	колен	ие						
CMSX-4	6,5	1,0	0,6	6,0	3,0	6,5	5,6	_	9,0	0,1 Hf	8,700		
PWA 1484	5,0	_	2,0	6,0	3,0	8,7	5,6	_	10,0	0,1 Hf	8,950		
Rene N5	7,0	_	2,0	5,0	3,0	7,0	6,2	_	8,0	0,05 C 0,2 Hf	8,630		
ЖС32	5,0	_	1,0	8,3	4,0	4,0	6,0	_	9,0	0,15 C 1,5 Nb	8,800		
ЖС36	4,0	1,1	1,6	11,0	2,0	_	5,8		7,0	1,1 Nb	8,724		
]	III по	колен	ние						
ВЖМ1	2,5	_	2,0	1,3	9,3	8,8	5,75	_	11,0	_	9,089		
CMSX-10	2,0	0,2	0,4	5,0	6,0	8,0	5,7	_	3,0	_	9,050		
Rene N6	4,2		1,4	6,0	5,4	7,2	5,75		12,5	0,05 C 0,15Hf	8,970		
TMS-75	3,0	I	2,0	6,0	5,0	6,0	6,0		12,0	0,1 Hf	8,890		
IV поколение													
ВЖМ4	2,5	_	4,0	4,0	6,0	4,5	6,0	4,0	6,0	_	8,879		
MC-NG	4,0	0,4	1,0	5,0	4,0	5,0	6,0	4,0	0,2	_	8,750		
EPM-102/ MX4/ PWA1497	2,0	_	2,0	6,0	5,95	8,25	5,55	3,0	16,5	0,03 C 0,15 Hf	9,200		
TMS-138	3,2	_	2,8	5,9	5,0	5,6	5,7	2,0	5,8	0,1 Hf	9,020		
TMS-138A	3,2		2,9	5,6	5,8	5,6	5,7	3,6	5,8	0,1 Hf	9,010		

Таблица 1 – Химический состав и плотность монокристаллических ЖНС

Сплар		Содержание легирующего элемента, % (мас.)										
Сплав	Cr	Ti	Mo	W	Re	Та	Al	Ru	Co	Другие	г/см ³	
V поколение												
ВЖМ6	3,5	_	3,4	4,0	6,3	6,0	5,8	5,0	5,5	—	9,040	
TMS-162	2,9	_	3,9	5,8	4,9	5,6	5,8	6,0	6,0	0,1 Hf	9,190	
TMS-196	4,6	_	2,4	5,0	6,4	5,6	5,6	5,0	5,6	0,1 Hf	9,010	
TMS-238	4,6	_	1,1	4,0	6,4	7,6	5,9	5,0	6,5	0,1 Hf	9,120	

Продолжение таблицы 1

Основой ЖНС является система Al–Ni, которая со стороны никеля характеризуется ограниченными г.ц.к. – твердыми растворами алюминия в никеле (γ-фаза) и образованием интерметаллического соединения Ni₃Al (γ'-фаза) [11, 32, 33].

Рений и рутений образуют широкие области твердых растворов в двойных (Ni–Re и Ni–Ru [34]) и тройных (Ni–Al–Re [35] и Ni–Al–Ru [36]) (рисунок 3) диаграммах состояния и преимущественно входят в состав γ-фазы многокомпонентных ЖНС [30, 32, 33].



Рисунок 3 – Сечения диаграмм состояния тройных систем Ni–Al–Re (*a*) и Ni–Al–Ru (б) при температуре 1000 °C [35, 36]

В никелевых сплавах двойных систем Ni–Re и Ni–Ru предельная растворимость рения при перитектической температуре составляет 17,4 % (атомн.), рутения – 34,5 % (атомн.) [34]. По данным тройной диаграммы состояния Ni–Al–Re предельная растворимость рения в γ'-фазе составляет не более 1 % (атомн.) [35, 37]. В системе Ni–Al–Ru растворимость рутения в γ'-фазе составляет не более 5 % (атомн.) [36].

Физические характеристики рения и рутения в сравнении с другими γ-упрочняющими элементами приведены в таблице 2 [38].

Характеристика элемента	Cr	Co	Мо	Ru	W	Re			
Атомный номер	24	27	42	44	74	75			
Атомная масса, а. е. м.	52,0	58,9	96,0	101,1	183,8	186,2			
Атомный радиус <i>r_i</i> , нм	0,130	0,125	0,139	0,134	0,139	0,137			
Размерный мисфит <i>Дr</i> *, %	+4,8	+0,8	+12,1	+8,1	+12,1	+10,5			
Температура плавления, °С	1857	1495	2623	2334	3422	3186			
Коэффициент диффузии при 1100 °C, 10 ⁻¹⁶ м ² /с [39]	51,3	35,5	22,3	4,7	3,0	1,0			
Коэффициент распределения элементов <i>K_{pi}</i> ** между ү'- и ү-фазами в сплаве МХ-4 [40]	0,15	0,41	0,32	0,29	0,89	0,06			
* $\Delta r = (r_i - r_{Ni})/r_{Ni}$, где r_i , r_{Ni} – атомные радиусы соответственно элемента i и никеля.									

Таблица 2 – Физические характеристики у-упрочняющих элементов ЖНС

* $\Delta r = (r_i - r_{Ni})/r_{Ni}$, где r_i , r_{Ni} – атомные радиусы соответственно элемента i и никеля. ** $K_{pi} = C_{\gamma'i}/C_{\gamma}$, где $C_{\gamma'i}$, $C_{\gamma i}$ – концентрации (атомн. %) элемента i соответственно в γ' - и γ -фазах.

Ограниченная растворимость рения в γ' -фазе проявляется в низком коэффициенте распределения K_{pRe} в составе многокомпонентных жаропрочных никелевых сплавов (таблица 2) [40–46].

При этом рений оказывает влияние на распределение алюминия, тантала, кобальта, вольфрама и самого рения между ү- и ү'-фазами (рисунок 4) [46, 47].

Коэффициенты распределения K_{pi} определяли как $K_{pi} = C_{\gamma'i} / C_{\gamma i}$, где $C_{\gamma'i}$, $C_{\gamma i}$, соответственно в γ' - и γ -фазах.



Рисунок 4 – Влияние рения на коэффициенты распределения легирующих элементов между γ'- и γ-фазами в ЖНС [46, 47]

Согласно [46, 47] с увеличением концентрации рения коэффициенты распределения K_{pAl} и K_{pTa} повышаются, а коэффициенты K_{pCo} , K_{pRe} и K_{pW} Здесь следует обратить внимание. концентрационная понижаются. ЧТО $K_{p\text{Ta}} = f(C_{\text{Re}})$ имеет зависимость вид монотонно возрастающей функции. Следовательно, добавка рения в ЖНС приводит к дополнительному вытеснению тантала ИЗ матричного у-твердого раствора в у'-фазу, благоприятствуя повышению термодинамической стабильности у'-фазы и сплава в целом [48, 49].

Рутений не оказывает значимого влияния на коэффициенты распределения других легирующих элементов [50].

Легирование рением и рутением, элементами с большей атомной массой, чем у никеля (таблица 2), повышает период кристаллической решетки у-твердого раствора. Это приводит к повышению размерного несоответствия периодов кристаллических решеток у'-фазы и равновесного с ней матричного у-твердого раствора. В научной литературе данный параметр называют ү/ү'-мисфитом. Мисфит определяет, как характер эволюции γ/γ' -микроструктуры сплава при высоких температурах, так и эффективность дисперсионного упрочнения частицами γ' -фазы. Поэтому вопрос роли ү/ү'-мисфита 0 является фундаментальным вопросом в теории и практике физического металловедения ЖНС [5, 32, 51–54].

Для расчета ү/ү'-мисфита применяют следующие выражения [55]:

$$\Delta a = 2 \frac{(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})},\tag{1}$$

либо [56]:

$$\Delta a = \frac{(a_{\gamma} - a_{\gamma})}{a_{\gamma}},\tag{2}$$

где a_{γ} и $a_{\gamma'}$ – периоды кристаллических решеток γ -твердого раствора и γ' -фазы, соответственно.

Промышленные жаропрочные никелевые сплавы для лопаток авиационных газовых турбин имеют как правило период кристаллической решетки упрочняющих частиц ү'-фазы меньше, чем ү-матрицы. В этом случае при расчете

по формуле (1) ү/ү'-мисфит имеет отрицательные значения, а по формуле (2) – положительные [32, 52, 53].

длительном При высокотемпературном растягивающим нагружении монокристаллов ЖНС с аксиальной КГО <001> первоначально кубоидные частицы у'-фазы срастаются в пластины, ориентированные перпендикулярно растягивающей направлению приложенной нагрузки, совпадающим С монокристалла сплава. <001> ориентировкой Данное явление называют *N*-рафтингом и наблюдают при отрицательном мисфите (период решетки у'-фазы меньше, чем у-матрицы) [57–59]. В случае если мисфит положительный (период решетки ү'-фазы больше, чем ү-матрицы), то частицы упрочняющей ү'-фазы срастаются в пластины, параллельные направлению приложенной нагрузки, имеет место *Р*-рафтинг [54, 60].

В литературе показано, что *N*-рафтинг значительно понижает усталостную прочность монокристаллов ЖНС, тогда как Р-рафтинг значительно ее повышает [61-63]. Однако материал газотурбинной монокристаллической лопатки должен обладать комплексом прочностных свойств, наиболее важным их которых, является сопротивление высокотемпературной ползучести. Есть мнение, что при температурах выше 1000 °С повышение сопротивления ползучести должно достигаться за счет *P*-рафтинга, при низких температурах (около 850 °C) в отсутствии рафтинга – за счет сильных когерентных напряжений [54]. При этом скорость ползучести кубоидной ү/ү'-микроструктуры положительным С γ/γ' -мисфитом при этих температурах меньше, чем с отрицательным [64]. Однако экспериментальное доказательство преимущества положительного у/у'-мисфита для сопротивления ползучести монокристаллов ЖНС отсутствует.

Из всего легирующего комплекса ЖНС для литья монокристаллических лопаток шесть тугоплавких металлов (W, Re, Ru, Ir, Pt, Co) повышают температуры солидус и ликвидус двойных никелевых сплавов, остальные легирующие элементы понижают их. В тройных системах Ni–Al–Re и Ni–Al–Ru элементы рений и рутений также повышают температуры ликвидус и солидус, но

в меньшей степени. Аналогичное влияние рений наряду с вольфрамом оказывает на многокомпонентные ЖНС [19, 32, 42, 65–69] (рисунок 5а).

В работе [70] исследовано влияние легирования интерметаллида Ni_3Al (γ' -фаза) третьим компонентом (до 5 % атомн.) на его температуру плавления (для Ni_3Al T_{nn} =1372 °C). Обнаружено, что элементы W и Re повышают, а Ta, Mo, Ti, Cr и Nb снижают температуру плавления γ' -фазы. Наиболее сильное понижение температуры плавления γ' -фазы наблюдается при легировании ниобием. C точки зрения повышения термодинамической стабильности γ' -фазы к наиболее перспективным легирующим элементам следует отнести рений, вольфрам и тантал.

Данные о влиянии рутения на температуры фазовых превращений многокомпонентных ЖНС немногочисленны [68, 71–74]. Анализ этих данных показывает (рисунок 5б), что рутений повышает температуры солидус и ликвидус.



солидус (а, б) [65] и ликвидус (б) ЖНС

Повышение температуры солидус при легировании ЖНС рением и рутением приводит к снижению скорости диффузионных процессов и является факторов высокой стабильности одним ИЗ важных термической γ/γ' -микроструктуры [41. 75. 76]. В соответствии теорией c Лифшица-Слёзова-Вагнера [77] структурно это проявляется в замедлении скорости коагуляции дисперсных частиц упрочняющей у'-фазы при длительных высокотемпературных испытаниях.

Приведенные данные о влиянии рения на структурно-фазовые и физикохимические характеристики объясняют значительное повышение характеристик длительной прочности и температурного уровня работоспособности (рисунок 2) ренийсодержащих ЖНС [78–80]. В этом отношении рений является одним из наиболее эффективных легирующих элементов (рисунок 6).



Рисунок 6 – Влияние легирующих элементов на длительную прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов с КГО <001> при температуре 1000 °С (база 1000 ч) [80]

Механизм влияния рения на высокотемпературные механические свойства монокристаллов ЖНС исследован авторами работ [81–83]. С использованием метода Монте-Карло в работе [82] смоделирована схема образования атмосферы Коттрелла [84] из атомов рения на краевой межфазной дислокации (рисунки 7*a* и

76). Экспериментально сегрегацию атомов рения на дислокациях внутри рафтированных частиц γ'-фазы в процессе изотермической ползучести монокристаллов сплава CMSX-4 наблюдали в работе [83] (рисунок 7*в*).

Образованные в результате сегрегации атомов рения в ядра дислокаций атмосферы Коттрелла блокируют перемещение межфазных границ γ/γ' при образовании рафт-структуры γ' -фазы в процессе высокотемпературной ползучести, что является основной причиной «рениевого эффекта» в ЖНС [82].



Рисунок 7 – Модель (*a*, *б*) и экспериментальное исследование (*в*) сегрегации рения на краевых межфазных дислокациях [82, 83]: *a* – начальная конфигурация со случайным распределением атомов рения в γ-фазе; *б* – образование атмосферы Коттрелла из атомов рения в γ-фазе; *в* – линейный концентрационный профиль рения в рафтированной γ'-фазе сплава CMSX-4 после изотермической ползучести при 1050 °C и напряжении 200 МПа

В работе [85] исследовано влияние рутения на кратковременные механические свойства при растяжении. Исследования проводились С использованием монокристаллов экспериментальных ЖНС с аксиальной КГО <001> двух близких по содержанию составов, один из которых был легирован рением в количестве 5,4 % (мас.), а второй дополнительно содержал 3 % (мас.) рутения. Содержание остальных легирующих элементов в сплавах было одинаковым (таблица 3).

Таблица 3 – Химический состав экспериментальных жаропрочных никелевых сплавов [85]

Солержание	Содержание элемента, % (мас.)								
Ru, % (mac.)	Ni	Со	Al	Cr, Mo, W и Ta (суммарно)	Re				
0	Основа	12	6	19,4	5,4				
3	Основа	12	6	19,4	5,4				

На рисунке 8 приведены температурные зависимости пределов текучести (σ_{0,2}) монокристаллов сплавов без рутения и с 3 % (мас.) рутения.



Рисунок 8 – Температурные зависимости пределов текучести для сплавов без рутения и с 3 % (мас.) рутения [85]

Особенность температурной зависимости пределов текучести этих сплавов состоит в том, что до температуры 900 °С данная характеристика у сплава с рутением ниже, чем у сплава с рением, а больше этой температуры пределы текучести обоих сплавов совпадают. Полученные результаты авторы объясняют следующим образом. Рутений и рений являются у-стабилизирующими

элементами, при этом последний более эффективно упрочняет ү-твердый раствор. При легировании сплава рутением часть атомов рения вытесняется из ү-фазы в ү'-фазу, вызывая тем самым частичное разупрочнение ү-твердого раствора. В конечном счете, такое твердорастворное разупрочнение на микроуровне приводит к понижению макроскопического предела текучести.

Подобные температурные зависимости пределов текучести установлены при изучении прочностных характеристик монокристаллов ЖНС III и IV поколений марок ВЖМ1 и ВЖМ4 (рисунок 9) [86] и зарубежных сплавов PWA1484 [87] и EPM-102 [23], AM1 и NC-NG [22, 88], TMS-75 [89] и TMS-138 [33, 90, 91]. Содержания основных легирующих элементов в этих сплавах даны в таблице 1.



Рисунок 9 – Температурные зависимости пределов прочности σ_в (сплошные линии) и текучести σ_{0,2} (штриховые линии) монокристаллов с КГО <001> жаропрочных никелевых сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 [86]

На рисунке 9 видно, что в интервале температур до 850–900 °C ренийсодержащий сплав ВЖМ1 имеет более высокие значения предела текучести, чем рений-рутенийсодержащий сплав ВЖМ4. Вместе с тем пределы прочности этих сплавов в интервале температур 20–1100 °C различаются не столь значительно.

Совместное легирование рением и рутением разработчики монокристаллических никелевых сплавов рассматривают в качестве главного фактора повышения жаропрочности. В японских патентах [92–97] исследованы свойства сплавов, составы которых изменяются в широких пределах (таблица 4). Анализ этих данных показывает (рисунок 10), что из множества составов сплавов наиболее высокими значениями долговечности при повышенных температурах обладают сплавы, легированные одновременно более чем 5 % (мас.) рения и 5 % (мас.) рутения.

Таблица 4 – Интервалы легирования экспериментальных жаропрочных никелевых сплавов

Тип значения		Содержание элемента, % (мас./атомн.)										
	Ni	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Re	Ru			
Минимальное	loba	5,4/ 12,6	2,0/ 2,5	0	0	1,6/ 0,5	5,3/ 5,6	4,2/ 1,4	2,0/ 1,2			
Максимальное	Осн	6,4/ 15,0	7,0/ 8,5	4,0/ 2,6	7,7/ 2,7	8,3/ 2,9	16,5/ 18,1	9,5/ 3,2	7,0/ 4,4			



Рисунок 10 – Влияние содержания рения и рутения на долговечность ЖНС: a - T = 1000 °C и $\sigma = 245$ МПа; $\delta - T = 1100$ °C и $\sigma = 137$ МПа

В процессе высокотемпературной ползучести монокристаллические ЖНС претерпевают существенную эволюцию структурно-фазового состояния [98], а именно образуется рафт-структура, происходит топологическая инверсия γ/γ' -микроструктуры и выделяются ТПУ фазы.

При одноосном высокотемпературном растягивающим нагружении монокристаллов ЖНС вдоль КГО <001> сначала происходит пластическая деформация горизонтальных у-прослоек [99], вследствие чего вокруг у'-частиц образуется анизотропное поле давлений. Диффузия атомов легирующих элементов в этом поле давлений приводит к анизотропному огрублению исходно кубоидных частиц у'-фазы, которые коалесцируют и сращиваются в пластины, ориентированные перпендикулярно оси приложенного растягивающего напряжения, и образуется так называемая рафт-структура [57, 100, 101]. При этом следует отметить, что в ренийсодержащих сплавах скорость огрубления γ/γ' -микроструктуры контролируется диффузией рения, который имеет наименьший коэффициент диффузии в никеле по сравнению с другими элементами, используемыми для легирования ЖНС [102].

На рисунке 11 приведена схема начальной стадии направленной коалесценции двух γ'-частиц [100]. В результате перекрестной диффузии вершины кубических частиц скругляются, а на вертикальных гранях образуются по два «горба». Высота этих горбов увеличивается до тех пор, пока они не соприкоснутся с вершинами горбов на противоположной грани соседней γ'-частицы.



Рисунок 11 – Схема начальной стадии образования рафт-структуры [100]

Подобным образом сращиваются остальные частицы в одной плоскости (001), в результате чего образуется пластинчатая рафт-структура у'-фазы. В работе [103] показано, что сформированная рафт-структура блокирует движение дислокаций таким образом, замедляет скорость высокотемпературной И. долговечность определяется ползучести, при этом сплава термической стабильностью рафтированной у/у'-микроструктуры.

В процессе высокотемпературной длительной ползучести γ/γ' -микроструктура огрубляется, γ' -пластины утолщаются, становятся короче и образования окружают ү-фазу путем ү'-перемычек между соседними γ' -пластинами – происходит топологическое превращение γ/γ' -микроструктуры и Такое микроструктурное γ'-фаза превращается в матрицу. превращение сопровождается значительным повышением скорости ползучести [104].

ТПУ фазы имеют кристаллические решетки различного типа, разные При разнообразную морфологию. этом химические составы И точная идентификация плотноупакованных структур часто затруднена как из-за их малых размеров, так и вследствие того, что в пределах одного ТПУ выделения могут находиться несколько различных фаз, например σ-фаза с Р-фазой или µ-фазой (рисунок 12). Такой характер расположения, а также узкие области гомогенности некоторых ТПУ фаз в бинарных и тройных сплавах указывают на существующие взаимные превращения ТПУ фаз в составе многокомпонентных ЖНС [105-109].



Рисунок 12 – Морфология выделений ТПУ фаз в монокристалле ЖНС: *а* – на поверхности шлифа [106]; *б* – в объеме отливки [108]

Выделение ТПУ фаз сопровождается снижением твердорастворного упрочнения и, как следствие, уменьшением сопротивления движению дислокаций в процессе ползучести, что в макромасштабе понижает жаропрочность ЖНС [110–112].

В литературе обсуждаются кинетические и термодинамические гипотезы о влиянии рутения на фазовую стабильность ЖНС [108, 113–119]. Согласно [115] подавление роста ТПУ фаз в ренийсодержащих ЖНС с рутением обусловлено низкой растворимостью рутения в этих фазах. Это приводит при легировании рутением к изменению коэффициентов распределения других элементов между фазами у и у' ЖНС на так называемое «обратное перераспределение» (анг. reverse partitioning). Вследствие чего атомы рения частично вытесняется в γ' -фазу из у-матрицы, стабилизируя последнюю. В работах [108, 116–118] отмечается, что легирование рутением увеличивает продолжительность инкубационного периода образования ТПУ фаз, уменьшает скорость их роста, а также приводит к понижению предельной (равновесной) объемной доли ТПУ фаз (рисунок 13). [119] стабильности ТПУ Авторы указывают на снижение фаз В рутенийсодержащих сплавах.



Рисунок 13 – Влияние содержания рутения на объемную долю ТПУ фаз в монокристаллах ЖНС: *a* – сплавы Astra (Германия) системы Ni–13,5Al–2,2Ta–2W–9Co–6Cr–0,6Mo–2Re–Ru (атомн. %) при изотермической выдержке при температуре 1050 °C [117]; *б* – сплавы TMS (Япония) системы Ni–13,9Al–2Ta–2W–6,4Co–3,6Cr–2Mo–1,7Re–Ru (атомн. %) при изотермической выдержке в течение 1000 ч [118]

В результате изучения научно-технической литературы в области жаропрочных никелевых сплавов для изготовления монокристаллических лопаток авиационных газотурбинных двигателей сделаны следующие **выводы**:

1) проведен анализ тенденций развития исследований в области литейных жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением, а также рением и рутением, для производства методом направленной кристаллизации монокристаллических лопаток авиационных газотурбинных двигателей. Выявлено, что решение проблемы создания материалов для турбинных рабочих лопаток для перспективных ГТД связано с разработкой монокристаллических жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов с повышенными характеристиками длительной прочности рабочими температурами, И осуществляемой при помощи цифровых технологий (различных методов компьютерного конструирования);

2) положительное влияние рения и рутения на жаропрочность никелевых сплавов подтверждено многочисленными исследованиями. Вместе с тем, для достижения повышенных характеристик длительной прочности и рабочих температур требуется поиск оптимальных концентраций рения и рутения в сплавах с учетом их ограниченной растворимости в ү'- и ү-фазах сплавов и склонностью таких сплавов к образованию нежелательных ТПУ фаз. Дальнейшее исследование влияния рения и рутения на фазовый состав и температуры фазовых превращений в никелевых рений-рутенийсодержащих многокомпонентных системах являются необходимым условием при разработке нового поколения литейных ЖНС;

3) физическим характеризующим γ/γ' важным параметром, микроструктуру ЖНС. является размерное несоответствие периодов кристаллических решеток у- и у'-фаз (у/у'-мисфит). Однако представленные в литературе исследования недостаточны и неоднозначны. Требуется проведение исследований сплавов с близким химическим составом в рамках одной системы легирования для установления влияния знака у/у'-мисфита на длительную прочность монокристаллов ЖНС;

4) рений значительно увеличивает высокотемпературную длительную прочность ЖНС, но потенциально является элементом, дестабилизирующим фазовую структуру сплава. Напротив, рутений повышает фазовую стабильность ренийсодержащих ЖНС, замедляя скорость выделения ТПУ фаз и понижая их равновесную объемную долю. Одновременное взаимодействие рения и рутения превосходит простую сумму действий каждого из указанных легирующих элементов и тем самым осуществляется синергическое взаимовлияние рения и рутения на повышение длительной прочности монокристаллов ЖНС.

Исходя из выше сказанного, целью диссертационной работы является разработка с использованием цифровых технологий нового поколения литейных жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов (сплавов V и VI поколений) с повышенными характеристиками длительной прочности и рабочей
температурой до 1200 °С для монокристаллических рабочих лопаток турбин перспективных газотурбинных двигателей вертолетов, самолетов и других изделий авиационной техники.

ГЛАВА 2

МЕТОДЫ ИЗГОТОВЛЕНИЯ, ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Методы изготовления исходных сплавов и отливок образцов для исследований и испытаний

Выплавку экспериментальных никелевых сплавов и опытно-промышленных партий разработанных сплавов осуществляли с использованием чистых шихтовых материалов, применяемых в металлургическом производстве жаропрочных никелевых сплавов. Плавку сплавов проводили² в опытно-промышленном производстве НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ по технологии, разработанной в ВИАМ [120–122].

Выплавка экспериментальных композиций сплавов проводилась в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 (рисунок 14) производства ВИАМ с номинальной емкостью керамического плавильного тигля 25 кг. Рабочий вакуум в плавильной камере печи 0,133 Па.



Рисунок 14 – Внешний вид вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 [122]

² Выплавка сплавов проводилась под руководством А.В. Горюнова (ВИАМ)

Выплавку опытно-промышленных партий разработанных сплавов проводили в промышленной вакуумной индукционной печи ИСВ-016 с номинальной емкостью керамического плавильного тигля 160 кг. Рабочий вакуум в плавильной камере печи 0,133 Па.

После завершения технологического процесса выплавки и извлечения из стальных труб (кокиля) слитки сплавов обтачивали на токарном станке и получали литые прутковые (шихтовые) заготовки сплавов. Соответствие химического состава выплавленных сплавов расчетному составу являлось основанием для проведения в дальнейшем их направленной кристаллизации (НК) и получения монокристаллических отливок образцов.

Монокристаллические отливки образцов (прутки диаметром 15 мм и длиной 185 мм) сплавов для исследований получали³ в промышленной вакуумной установке для направленной кристаллизации УВНК-9А по разработанным в ВИАМ технологиям, при скорости кристаллизации 0,7 см/мин и осевом градиенте температуры перед фронтом роста примерно 60 °С/см [123, 124]. Навеска исходного сплава на каждую плавку составляла 4,5 или 9,0 кг. Вид установки УВНК-9А и схема теплового узла установки представлены на рисунке 15.

Для зарождения монокристаллической структуры кристаллизуемого сплава с заданной кристаллографической ориентацией (КГО) использовали специальные затравочные монокристаллы (затравки) из сплава Ni–W, которые помещали в затравочные полости литейных керамических форм. Использование затравочной технологии литья позволило получить монокристаллы исследуемых сплавов с КГО <001>, <011>, <111> в аксиальном направлении. Вид получаемых монокристаллических отливок сплавов показан на рисунке 16.

³ Монокристаллические отливки сплавов получены под руководством к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ).



Рисунок 15 – Внешний вид (*a*) и схема теплового узла (б) установки для направленной кристаллизации УВНК-9А [125, 126]: *1* – жидкометаллический (алюминий) кристаллизатор; *2* – керамическая форма с расплавом; *3* – нижний нагреватель; *4* – верхний нагреватель;

5 – удерживающее устройство; 6 – боковые тепловые экраны; 7 – нижний тепловой экран



Рисунок 16 – Монокристаллические отливки образцов из исследуемых сплавов

40

2.1.1 Получение отливок образцов с переменным по длине химическим составом

Исследование влияния легирующих элементов на физико-химические и структурно-фазовые характеристики проводили с использованием отливок образцов с переменным по длине химическим составом, которые получали методом нормальной направленной кристаллизации первичных никелевых γ/γ' -сплавов [127].

В основе метода лежит процесс нормальной кристаллизации, при котором граница раздела твердая фаза – расплав (S-L) движется через заданный объем расплава и является единственной в данной системе. Если при нормальной кристаллизации движение фронта роста монокристалла через объем расплава происходит в одном направлении, то говорят о нормальной направленной кристаллизации. В условиях плоского фронта роста фаз нормальная направленная кристаллизация многокомпонентных сплавов приводит к сегрегации легирующих элементов на фронте роста точно также как при затвердевании кристаллов с примесями, т. е. компоненты сплава сегрегируют в твердую и жидкую фазы в соответствии со своими коэффициентами распределения и типом диаграммы состояния. В результате формируется отливка с переменным по длине (макросегрегация) и однородным по сечению химическим и фазовым составом (градиентная отливка). Выделив и проанализировав отдельные участки этой отливки можно определить фазовые равновесия в данной системе легирования, а также изучить концентрационную зависимость физико-химических свойств системы. Данный метод был успешно применен при построении фрагментов диаграммы состояния в области составов у'-фазы двойной системы Ni-Al и определении предельной растворимости Re в у'-фазе тройной системы Ni-Al-Re [37], оптимизации химического состава монокристаллических ЖНС, концентрационных областей композиционного нахождении роста фаз эвтектических жаропрочных сплавов на основе никеля, получении сплавов с заданным фазовым составом и др. [128–136].

Кристаллизации с плоским фронтом многокомпонентных сплавов происходит при выполнении условия [137]:

$$\frac{G}{R} \ge \left(\frac{G}{R}\right)_{\text{КРИТ.}},\tag{3}$$

где G – градиент температуры на фронте кристаллизации; R – скорость перемещения фронта кристаллизации; $(G/R)_{\text{крит.}} \sim \Delta T/D$ – критическая величина отношения G/R, определяющая границу устойчивости плоского фронта кристаллизации данного сплава; $\Delta T = (T_{\text{L}} - T_{\text{S}})$ – разность температур ликвидус T_{L} и солидус T_{S} многокомпонентного сплава; D – эффективный коэффициент диффузии атомов компонентов в расплаве.

В соответствии с уравнением (3) стабильность плоского фронта кристаллизации обеспечивается высоким температурным градиентом в расплаве вдоль направления кристаллизации, превышающим градиент температуры ликвидус. Данное условие выполняется при определенном соотношении между теплофизическими свойствами сплава-расплава и технологическими характеристиками установки для направленной кристаллизации. Следствием нарушения условия является формирование в отливке дендритно-ячеистой структуры.

Численные оценки показывают, что для монокристаллических ЖНС, разность температур ликвидус и солидус которых составляет 50-80 °C [128], величина $(G/R)_{\text{крит}}$ составляет примерно 360 °C·ч/см² (для *D* использовано значение 5·10⁻⁵ см²/с). Следовательно, кристаллизация с плоским фронтом таких сплавов возможна только при весьма высоком температурном градиенте (G > 150 °C/см) и очень малой скорости кристаллизации (R < 0.5 см/ч). Достижение максимального значения градиента G в расплаве перед фронтом роста может быть осуществлено только путем повышения температуры расплава в горячей зоне установки для направленной кристаллизации [138], величина которой может достигать 1700-1800 °С.

Отливки образцов из первичных экспериментальных никелевых ү/ү'-сплавов с переменным по длине химическим составом получали по методу

Бриджмена-Стокбаргера [137] с использованием лабораторной установки УНК-1 [128]. Схема теплового узла установки УНК-1 представлена на рисунке 17. Характеристики установки позволяют проводить плавку массой до 0,3 кг и их последующую нормальную направленную кристаллизацию с плоским фронтом роста фаз.



Рисунок 17 – Схема теплового узла установки УНК-1 для направленной кристаллизации жаропрочных сплавов [135]: *1* – кольцевой водоохлаждаемый кристаллизатор; *2* – графитовый нагреватель сопротивления; *3* – боковые тепловые экраны; *4* – керамическая форма (тигель) с расплавом; – водоохлаждаемые токоподводы; *6* – верхний тепловой экран; – регулирующая термопара; *8* – корпус вакуумной камеры; – нижний тепловой экран; *10* – водоохлаждаемый шток

Для проведения направленной кристаллизации экспериментальных никелевых сплавов использована керамическая форма с внутренним диаметром от 18 до 20 мм, длиной 150 мм и толщиной стенки 2 мм. Форму с выплавленным ранее слитком устанавливали внутри графитового нагревателя на водоохлаждаемый шток. После достижения заданной температуры *T* форму с расплавом перемещали с постоянной скоростью *R* вниз через кольцевой водоохлаждаемый медный холодильник.

Температурный градиент *G* в рабочей зоне установки УНК-1 (на внешней поверхности с формы) составляет $G_{P3} \approx 300$ °С/см (рисунке 18). Аналогично промышленным установкам для направленной кристаллизации температурный градиент в расплаве отличается от градиента на внешней поверхности формы в меньшую сторону. Степень его понижения зависит от конструкции теплового узла установки, максимальной температуры нагрева расплава, скорости направленной кристаллизации, а также диаметра и толщины стенки форм [125]. Расчеты показали, что при максимальной температуре в рабочей зоне 1780 °С температурный градиент на фронте кристаллизации составляет *G* ≈ 150 °С/см.



Рисунок 18 – Распределение температуры по высоте рабочей зоны установки УНК-1

Из полученных направленно закристаллизованных цилиндрических отливок (рисунок 19*a*) (диаметр примерно 20 мм и длина от 90 до 110 мм) из экспериментальных никелевых сплавов методом электроэрозионной резки

44

вырезали продольные (вдоль оси отливки) пластинчатые заготовки небольшой толщины (примерно 4 мм) (рисунки 19*6* и 19*в*). Затем из различных по длине частей этих пластин изготавливали образцы в форме дисков диаметром примерно 4 мм и толщиной ~ 1 мм для проведения исследований температур ликвидус, солидус и γ'-сольвус.

Далее направленно закристаллизованные отливки до границы с прибыльной зоной разрезали на диски толщиной примерно 8 мм (рисунок 19г). Нумеровали диски от дна слитка в направлении увеличения в процессе кристаллизации доли твердой фазы *q*. На торцевой части дисков изготавливали поперечные микрошлифы образцов для растровой электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального и рентгеноструктурного анализов. Затем от дисков отбирали образцы стружки для определения химического состава.



Рисунок 19 – Отливки (градиентные отливки) и образцы с переменным по длине химическим составом для исследования из экспериментального никелевого

сплава

Для формирования оптимальной микроструктуры сплава В монокристаллических отливках образцов с однородным распределением В ү'-фазы термообработку у-матрице выделений проводили (ступенчатый высокотемпературный гомогенизирующий отжиг, двухступенчатое старение) в вакуумной установке СНВЭ 1.3.1/16И4 с разрежением в диапазоне от 6,65·10⁻³ до 1,33·10⁻¹ Па. Заданную скорость охлаждения отливок обеспечивали объемом садки и выбором среды охлаждения (вакуум или аргон).

Горячее изостатическое прессование (ГИП) отливок осуществлялось на установке Квинтус-40 при давлении аргона 180 МПа.

2.2 Методы проведения исследований физико-химических свойств и структурно-фазовых характеристик

Химический состав исследуемых сплавов (легирующие элементы, примеси и газы) и экспериментальных никелевых сплавов (легирующие элементы) определяли⁴ методами оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на спектрометре VARIAN 730 ES, масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на спектрометре ICAP Qc и газового анализа на газоанализаторах CS-600 и TC-600 фирмы LECO.

Контроль макроструктуры отливок сплавов выполнен методом визуального осмотра. Подготовка поверхности отливок проведена с помощью химического травления в смеси соляной кислоты и перекиси водорода в соотношении 4:1 (по объему). Отбраковывались отливки с трещинами, пленами, недоливами, равноосными зернами, струйной ликвацией.

Контроль КГО монокристаллических отливок выполнен методом рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактометра ДРОН-4 на поперечном сечении стартовых конусов, отрезанных от каждой отливки перпендикулярно их продольной оси. Подготовка поверхности проведена с

⁴ Определение химического состава сплавов проводилось под руководством к.х.н. Ф.Н. Карачевцева (ВИАМ)

помощью химического травления в смеси плавиковой, азотной кислот и воды в соотношении 1:1:1 (по объему). Стартовые конуса, в которых обнаружены посторонние кристаллы и разориентированные отдельные фрагменты кристалла, и соответствующие им заготовки образцов отбраковывались. Годными по КГО признаны отливки, стартовые конуса которых имели отклонение от заданной аксиальной КГО <001>, <011> и <111> не более 10 град.

Исследования физико-химических свойств, к которым относятся температуры фазовых превращений в сплавах (температуры полного растворения γ' -фазы в матричном γ -растворе – γ' -сольвус T_{np} , солидус T_S и ликвидус T_L) выполнены методом дифференциального термического анализа на установке HDSC PT 1750 фирмы Linseis. Образцы (цилиндры диаметром 4 мм и высотой 1 мм) нагревали с постоянной скоростью 20 °С/мин в атмосфере гелия. Средние значения температур T_{np} , T_S и T_L определяли по результатам испытаний 3 образцов.

Исследования микроструктуры⁵ образцов проведены методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на сканирующем электронном микроскопе. Подготовка микрошлифов проведена с помощью химического травления.

Локальный химический состав сплавов в отливках и состав фаз определяли⁶ на нетравленых микрошлифах методом электронно-зондового микроанализа (ЭЗМА) на растровом электронном микроскопе Zeiss EVO MA 10, оснащённом энергодисперсионным спектрометром «Х-Мах». На основе этих данных рассчитывали коэффициенты дендритной сегрегации (микросегрегации) K_c и распределения K_p легирующих элементов.

Коэффициенты микросегрегации К_с рассчитывали по формуле [139]:

$$K_{\rm c} = n (C_{\rm MI} / C_{\rm o.g.n})^n, \qquad (4)$$

где $C_{\rm мд}$ и $C_{\rm o.д.n}$ – концентрации (атомн. %) элемента в междендритных участках и осях дендритов первого порядка соответственно; $n = \pm 1$. Если $C_{\rm мд} > C_{\rm одn}$, тогда

⁵ Исследования микроструктуры сплавов выполнены А.Н. Раевских (ВИАМ)

⁶ Электронно-зондовый микроанализ выполнен к.т.н. Е.А. Давыдовой (ВИАМ).

n = +1 и $K_c = (C_{MA}/C_{Odn}) > 1$. В этом случае сегрегация считается «прямой». Если $C_{MA} < C_{Odn}$, тогда n = -1 и $K_c = -(C_{Odn}/C_{MA}) < -1$, сегрегация считается «обратной».

Коэффициент распределения легирующих элементов между γ'- и γ-фазами рассчитывали по формуле [65]:

$$K_i^{\rm P} = \frac{C_i^{\gamma'}}{C_i^{\gamma}} , \qquad (5)$$

где $C_i^{\gamma'}$ и C_i^{γ} - концентрации (атомн. %) *i*-го элемента в γ' -и γ -фазах соответственно.

Определение объемной доли литейных микропор и выделений эвтектики (ү+ү') проведено⁷ методом количественной оптической металлографии при увеличениях от 50 до 500 крат на металлографическом комплексе фирмы Leica. Съемка изображений проведена при помощи цифровой камеры VEC-335 (3 мегапиксела). Подготовка изображений и их математическая обработка выполнены при помощи компьютерной программы «ImageExpertPro 3x».

Для определения⁸ периодов кристаллических решеток γ - и γ' -фаз сплавов использовали рентгеновские профили рефлексов 400, которые записывали в Си K_{α} -излучении с применением рентгеновского дифрактометра Empyrean [140]. Обработку рентгеновских профилей, включая разделение суммарных дублетов 400 (γ + γ')-фаз на фазовые синглеты γ - и γ' -фаз, определение положения центра тяжести рефлексов, проводили в программе Highscore+ при допущении, что острый пик высокой интенсивности отвечает отражению от γ' -фазы, широкий пик с меньшей интенсивностью соответствует γ -твердому раствору.

В некоторых экспериментах для нахождения структурно-фазовых характеристик использовали рентгеновский дифрактометр ДРОН-3⁹. Рентгеновскую дифрактограмму γ/γ'-фаз записывали в FeK_α излучении в рефлексе 222. Расшифровка дифрактограммы для определения периодов решеток γ'- и γ-фаз

И.А. Тренинкова и к.ф.-м.н. П.Н. Медведева (ВИАМ).

⁷ Определение объемной доли микропор и неравновесной эвтектики выполнено Н.А. Лонской (ВИАМ).

⁸ Рентгеновское определение периодов решеток фаз проведено под руководством к.т.н.

⁹ Рентгеноструктурный анализ сплавов на аппарате ДРОН-3 выполнен Р.М. Назаркиным (ВИАМ).

осуществляли с применением специализированной программы OUTSET [41]. Периоды кристаллических решеток γ' - и γ -фаз рассчитывали по угловым положениям максимумов рентгеновских рефлексов γ' - и γ -фаз. Мисфит Δa рассчитывали по формулам (1) и (2). Объёмные доли фаз рассчитаны по отношению интенсивностей рентгеновских отражений отдельно от γ - и γ' - фаз к суммарной интенсивности $\gamma+\gamma'$ рентгеновского профиля Fe K_{α} [141–143]:

$$V_{\gamma'} = I_{\gamma'}/(I_{\gamma'} + I_{\gamma}), \tag{6}$$

где $I_{\gamma'}$ и I_{γ} – рентгеновские интенсивности γ' - и γ -фаз соответственно.

Определение плотности образцов проведено на аналитических весах GR-200 фирмы AND методом гидростатического взвешивания при температуре 20 °C.

2.3 Методы испытаний для определения механических свойств

Испытания на растяжение для определения характеристик кратковременной прочности и пластичности (предел прочности σ_{B} , предел текучести $\sigma_{0,2}$, относительное удлинение δ_5 и сужение ψ , модуль упругости (Юнга) *E*) сплавов проводились при одноосном растяжении в интервале температур от 20 до 1250 °C в соответствии с ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84.

Испытания образцов сплавов на длительную прочность по ГОСТ 10145-81 и ползучесть по ГОСТ 3248-81 при одноосном растяжении выполнялись на компьютеризированных стендах ZST2/3-ВИЭТ и машинах Zwick Kappa 3x30 в интервале температур от 800 до 1200 °C с определением времени до разрушения (τ_p) и времени накопления 0,5 % деформации ползучести $(\tau_{0,5})$. Деформацию ползучести контролировали экстензометром Epsilon 3549-025М-100НТ. Использовали термообработанные цилиндрические монокристаллические образцы с рабочей частью длиной 25 мм и диаметром 5 мм.

Обработка результатов испытаний на длительную прочность и ползучесть осуществлялась в соответствии с нормативным документом «Метод

вероятностной оценки и прогнозирования характеристик жаропрочности сплавов для ГТД» по уравнению длительной прочности вида [144]:

$$\tau = \exp(A) \cdot T^m \cdot \sigma^{-n} \cdot \exp(\frac{U_0 - \gamma \sigma}{RT}), \qquad (7)$$

где τ – время до разрушения (τ_p) или время накопления 0,5 % деформации ползучести ($\tau_{0,5}$); *A*, *m*, *n*, *U*₀, γ – коэффициенты, определяемые по результатам испытаний на длительную прочность или ползучесть (U₀ и γ – энергия активации и активационный объём процесса длительного разрушения соответственно; *A* – величина, пропорциональная энтропийному члену свободной энергии процесса разрушения); *T* – температура, К; σ – напряжение, МПа; *R* – газовая постоянная (*R* = 8, 31 Дж·(К·моль)⁻¹).

Испытания на многоцикловую усталость (МнЦУ) проведены в соответствии с ГОСТ 25.502-79 на установке МВИ-611М по схеме нагружения «чистый изгиб с вращением». Частота нагружения f = 50 Гц, коэффициент асимметрии цикла R = -1. Испытывались гладкие образцы с диаметром рабочей части $d_{\text{мин}} = 7,5$ мм.

Обработка результатов испытаний на МнЦУ проведена с использованием логарифмической зависимости вида:

$$\lg N = a + b \cdot \sigma, \tag{8}$$

где *N* – число циклов до разрушения при напряжении σ ; *a* и *b* – коэффициенты, определяемые по результатам испытаний.

Испытания образцов на малоцикловую усталость (МЦУ) проведены в соответствии ГОСТ 25.502-79 на сервогидравлической машине LFV-100 фирмы Walter+Bai с цифровой управляющей системой при «жестком» цикле нагружения. Контролируемый параметр – размах общей (упругой и пластической) деформации $\Delta \varepsilon$. Форма цикла синусоидальная, коэффициент асимметрии цикла R = 0, частота нагружения f = 0,5 Гц (сплав ВЖМ8) и f = 1 Гц (сплав ВЖМ10). Испытывали гладкие образцы с цилиндрической рабочей частью длиной 30 мм и диаметром 5 мм.

Обработку результатов испытаний на МЦУ осуществляли с использованием логарифмической зависимости вида:

$$\lg N = a + b \cdot \Delta \varepsilon, \tag{9}$$

где N – число циклов до разрушения при амплитуде полной деформации (размах деформации) $\Delta \varepsilon$; *а* и *b* – коэффициенты, определяемые по результатам испытаний.

ГЛАВА 3

ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НИКЕЛЕВЫХ ү/ү'-СПЛАВОВ

3.1 Растворимость рения и рутения в γ'-фазе никелевых сплавов четверной системы Ni-Al-Re-Ru

Из тугоплавких интерметаллидных на основе γ' -фазы систем Ni–Al–*X*–*Y* (*X*, *Y*: W, Mo, Ta, Re, Ru), являющихся основой для разработки жаропрочных никелевых сплавов, система Ni–Al–Re–Ru наименее изучена. Хотя, как показано выше (глава I), наибольшее повышение жаропрочности никелевых сплавов с γ/γ' -структурой достигается при совместном легировании их рением и рутением.

В настоящей работе при выборе сплава для исследования системы Ni–Al–Re–Ru ориентировались на известные данные по составу γ'-фазы систем Ni–Al–Re и Ni–Al–Ru из работ [35–37]. Для исследования выбран химический состав исходного (первичного) никелевого сплава Ni–11Al–3Re–3Ru (% мас.) или Ni–21,8Al–0,9Re–1,6Ru (% атомн.). Содержание рения и рутения в выбранном сплаве соответствует типичным монокристаллическим ЖНС IV поколения (таблица 1).

Исследована макроструктура продольного сечения отливки, находящегося в плоскости параллельной направлению теплоотвода (рисунок 20).



Рисунок 20 – Макроструктура продольного сечения отливки из сплава Ni–11Al–3Re–3Ru

Отливка не имела стартовой зоны (зоны с равноосной зеренной структурой) и состояла в зоне направленного роста из длинных столбчатых зерен, простирающихся вплоть до прибыльной части, затвердевшей самопроизвольно после завершения направленной кристаллизации.

Исследование химического состава образцов стружки экспериментального никелевого сплава после направленной кристаллизации показало наличие макросегрегации. На рисунке 21 приведены кривые распределения элементов в зависимости от доли закристаллизовавшегося сплава (доля твердой фазы) *q*. Характер изменения концентрации по длине отливки каждого из легирующих элементов обусловлен существованием диффузной зоны на фронте роста, что приводит к их сегрегации в соответствии с уравнением Шайля (Scheil) [137]:

$$C_{\rm s} = k_{\rm i} C_0 (1-q)^{k_{\rm i}-1}, \tag{10}$$

где $C_{\rm s}$ – концентрация i-го легирующего элемента в точке твердой фазы; C_0 – средняя концентрация i-го легирующего элемента; $k_{\rm i}$ – коэффициент распределения элемента i между твердой и жидкой фазами.



Рисунок 21 – Распределение легирующих элементов по длине зоны направленного роста отливки после направленной кристаллизации с плоским фронтом первичного сплава Ni–11Al–3Re–3Ru в зависимости от доли твердой

Как следует из рисунка 21, концентрация алюминия $C_{\rm Al}$ по длине изменяется от ~10 % (мас.) в начальной части до ~12 % (мас.) в конечной части зоны направленного роста отливки образца. Следовательно, в процессе направленной кристаллизации с плоским фронтом расплава Ni-11Al-3Re-3Ru алюминий оттесняется в жидкую фазу. При этом в сечениях, близких к $q \approx 50$ % и соответственно $C_{Al} \approx 11$ % (мас.), наблюдается перелом на зависимости $C_{Al} = f(q)$ с почти скачкообразным увеличением C_{Al}, по-видимому, связанный с изменением фазового превращения при кристаллизации. Содержание типа рения соответственно уменьшается от 3,7 % до 1,8 % (мас.), т. е. рений оттесняется в процессе кристаллизации с плоским фронтом в твердую фазу. Отметим, что в случае малой концентрации рения в первичном сплаве 0,5 % (мас.) его макросегрегация практически отсутствует, что было показано в работе [145] при направленно закристаллизованного экспериментального исследовании интерметаллидного сплава системы Ni-Al-Ta-Mo-W-Re-C.

В отличие от алюминия и рения сегрегация рутения по длине зоны направленного роста отливки не наблюдается, его концентрация практически не изменяется по длине градиентной отливки образца, наблюдается только тенденция к увеличению его концентрации от 3,01 до 3,22 % (мас.).

Согласно результатам исследования с использованием методов РЭМ, ЭЗМА и ДТА, градиентная отливка из первичного никелевого сплава Ni–11Al–3Re–3Ru, сформировавшаяся в результате макросегрегации легирующих элементов алюминия, рения и рутения имеет переменные по длине микроструктуру, фазовый состав и физико-химические свойства.

Микроструктура в нижней части зоны направленного роста отливки при q < 50 % представлена двумя фазами переменного состава: γ' -фазой на основе интерметаллического соединения Ni₃Al в виде крупных частиц размером ~5 мкм (темное поле на рисунке 22*a*) и матричным твёрдым γ -раствором легирующих элементов в никеле (светлые прожилки на рисунке 22*a*). Химический состав этих фаз, полученный методом ЭЗМА, приведен в таблице 5.



γ' β 10 мкм

в

Рисунок 22 – Микроструктура (ЭЗМА) сплавов Ni–Al–Re–Ru после направленной кристаллизации с плоским фронтом в поперечных сечениях градиентной отливки из первичного сплава Ni–11Al–3Re–3Ru: q = 11 % (*a*), q = 60 % (*б*) и q = 98 % (*в*)

В соответствии с данными таблицы 5, коэффициенты распределения рения и рутения между γ' - и γ -фазами K_i (расчет по формуле 5) в никелевых четырехкомпонентных сплавах системы Ni–Al–Re–Ru со структурой $\gamma+\gamma'$ составляют $K_{\text{Re}} = 0,6$ и $K_{\text{Ru}} = 0,4$ соответственно. Предельная растворимость рения и рутения в γ' -фазе этих сплавов равняется соответственно 1,1 и 1,5 % (атомн.) при максимальной растворимости алюминия равной 21,1 % (атомн.). Таблица 5 – Химический состав сплавов, их фаз и коэффициенты распределения элементов между фазами в различных сечениях* отливки после направленной кристаллизации с плоским фронтом первичного сплава Ni–11Al–3Re–3Ru

a 0/	Попомотр	Ле	Легирующий элемент							
<i>q</i> , %	Параметр	Al	Re	Ru						
	<i>с</i> _{<i>i</i>} , % атомн.	19,9	1,2	1,7						
11	$c_i^{i'}$, % атомн.	20,3	1,1	1,5						
11	c_i^{γ} , % атомн.	12,0	1,7	3,5						
	K_i	1,7	0,6	0,4						
	<i>с</i> _{<i>i</i>} , % атомн.	20,6	1,0	1,6						
10	$c_i^{i'}$, % атомн.	21,1	0,9	1,5						
40	c_i^{γ} , % атомн.	13,7	1,5	3,5						
	K_i	1,5	0,6	0,4						
63	<i>с</i> _{<i>i</i>} , % атомн.	22,7	0,7	1,7						
05	$c_i^{\gamma'}$, % атомн.	22,9	0,5	1,9						
	<i>с</i> _{<i>i</i>} , % атомн.	23,4	0,5	1,6						
94	$c_i^{\gamma'}$, % атомн.	23,6	0,5	1,4						
	c_i^{β} , % атомн.	34,2	0	7,1						
* Сечения о	тливки характеризо	вали долей твердой	фазы q.							

В сплавах, вырезанных из средней части зоны направленного роста градиентной отливки (q от 60 до 70 %), методом РЭМ наблюдали только одну (рисунок 22*б*) следующего химического (%) атомн.) фазу состава Ni-23,1Al-0,6Re-1,9Ru (таблица 5). Концентрация алюминия в этой фазе является типичной для γ' -фазы трехкомпонентных систем Ni–Al–X (где X = Mo, W, Ta и др.) [17, 146]. Поэтому эту фазу следует отнести к ү'-фазе на основе интерметаллического соединения Ni₃Al, легированной рением и рутением. Растворимость рения и рутения в у'-фазе этого состава составляет 0,5 и 1,9 % (атомн.) соответственно.

Микроструктура верхней части отливки в зоне направленного роста при q > 70 % (рисунок 22*в*) состоит из матричной γ' -фазы, концентрация алюминия в которой составляет 23,6 % (атомн.) и пластинчатых фазовых выделений состава (% атомн.) Ni–34,2Al–7,1Ru (таблица 5). Методом рентгеноспектрального микроанализа наличие рения в химическом составе пластинчатой фазы не обнаружено. Судя по химическому составу, эту фазу можно отнести к моноалюминиду NiAl (β -фаза), легированному рутением в количестве 7,1 % (атомн.). Растворимость рения и рутения в γ' -фазе этого двухфазного сплава составляет соответственно 0,5 и 1,4 % (атомн.).

Таким образом, из полученных экспериментальных данных следует, что растворимость рения и рутения в γ' -фазе исследованных четырехкомпонентных никелевых сплавах системы Ni–Al–Re–Ru существенно меньше, чем в соответствующих никелевых трехкомпонентных системах Ni–Al–X (где X = Re, Ru). При этом в четырехкомпонентной системе Ni–Al–Re–Ru суммарная растворимость (Re+Ru) больше, чем растворимость Re в трехкомпонентной системе Ni–Al–Re. 3десь следует отметить, что в четырехкомпонентной системе Ni–Al–W–Mo суммарная растворимость (W+Mo) в γ' -фазе выше, чем растворимость W и Mo в γ' -фазе соответствующих трехкомпонентных систем Ni–Al–W и Mo в γ' -фазе соответствующих трехкомпонентных систем Ni–Al–X (где X = W, Mo) [52, 147].

Методом ДТА при нагреве образцов, вырезанных из участков зоны направленного роста градиентной отливки ИЗ первичного сплава Ni–11Al–3Re–3Ru, были определены температуры фазовых превращений (γ' -сольвус $T_{\rm np}$, солидус $T_{\rm S}$ и ликвидус $T_{\rm L}$) в никелевых сплавах Ni–Al–Re–Ru с различной структурой. В таблице 6 представлены экспериментальные результаты этого анализа.

Таблица 6 – Температуры фазовых превращений в никелевых сплавах различных сечений отливки образца после направленной кристаллизации с плоским фронтом первичного сплава Ni–11Al–3Re–3Ru

<i>a</i> .%	Содеря Ni-спл	кание элег 1аве, % (а	мента в томн.)	Структура	$T_{\rm np}$	T _S	$T_{ m L}$
1,	Al	Re	Ru	сплава		°C	
14	19,8	1,1	1,7		1327	1387	1431
26	20,1	1,1	1,6	$\gamma + \gamma'$	1334	1383	1426
40	20,5	0,9	1,6		1342	1380	1427
63	22,7	0,7	1,7	γ′	_	1374	1404
75	23,1	0,6	1,7	or/+B	_	1372	1404
88	23,3	0,5	1,6	γ+p	_	1372	1401

Как видно из данных таблицы 6, увеличение температуры ү'-сольвус никелевых сплавов $\gamma + \gamma'$ четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru с повышением q обусловлено повышением концентрации алюминия в сплаве $\gamma + \gamma'$. При этом численные значения $T_{\rm mp}$ хорошо согласуются с кривой растворимости В диаграммы состояния бинарной системы Ni–Al. алюминия никеле представленной в справочнике [148]. Это позволяет сделать вывод, что у'-фаза в сплавах $\gamma + \gamma'$ образуется путем распада матричного γ -твердого раствора в процессе охлаждения от температуры солидус. Сольвус ү'-фазы возрастает с 1327 °С при $C_{\rm Al}$ = 19,8 % (атомн.) до 1342 °С при $C_{\rm Al}$ = 20,5 % (атомн.). При этом рений и рутений заметного влияния на эту характеристику не оказали, как это отмечалось ранее для жаропрочных никелевых сплавов, в части касающейся их легирования элементами с малыми коэффициентами распределения рением ($K_{\rm Re} \approx 0.01$) [19] и рутением ($K_{Ru} \approx 0,3$) [149]. Концентрационная зависимость температур солидус и ликвидус никелевых сплавов ү+ү' незначительная и может быть объяснена разнонаправленным влиянием рения и рутения на эти свойства. Отметим, что в никелевых трехкомпонентных системах Ni–Al–X (где X = Re, Ru) рений повышает

температуру солидус [136], а рутений практически не влияет на температуру ликвидус [68].

Следует отметить, что существует две версии фрагмента диаграммы состояния Al–Ni в области составов γ' -фазы [150, 151]. Первая была предложена Александером и Вогханом (рисунок 23*a*), где эвтектическая и перитектическая реакции с участием γ' -фазы протекают в следующей последовательности взаимодействия фаз: L $\leftrightarrow \gamma' + \gamma$ при 1385 °C и L + $\beta \leftrightarrow \gamma'$ при 1395 °C [152]. Однако к настоящему времени экспериментальное подтверждение получила другая версия фрагмента диаграммы Al–Ni, предложенная Шрамом (рисунок 23*b*), где соединение Ni₃Al (γ' -фаза) образуется по эвтектической L $\leftrightarrow \gamma' + \beta$ и перитектической L + $\gamma \leftrightarrow \gamma'$ реакциям [37, 150, 151, 153–155]. Температуры этих реакций составляют соответственно 1362 и 1360 °C [151] или 1370 и 1372 °C [37].



Рисунок 23 – Фрагменты диаграммы состояния Al–Ni, построенные Александером и Вогханом (*a*) и Шрамом (*б*) [151, 153]

Поэтому, сопоставляя результаты, приведенные в таблицах 5 и 6 для сплавов со структурой ү' и ү'+β, с фрагментом диаграммы состояния системы Ni–A1 по Шрамму и результатами работы [37] по определению температур

эвтектической и перитектической реакций в области составов, соответствующих у'-фазе, можно заключить следующее:

- последние порции никелевого расплава состава (% атомн.) Ni-22,7Al-0,7Re-1,7Ru кристаллизуются по перитектической реакции с образованием γ'-фазы при температуре 1374 °C;

- последние порции никелевых расплавов состава (% атомн.) Ni-23,1Al-0,6Re-1,7Ru и Ni-23,3Al-0,5Re-1,6Ru кристаллизуются по эвтектической реакции с образованием двойной эвтектики γ'+β при температуре 1372 °C.

Представленные в данной части работы результаты исследований растворимости рения и рутения в ү'-фазе и физико-химические свойства никелевых сплавов системы Ni–Al–Re–Ru опубликованы в журнале «Труды ВИАМ» (2023 г., № 6) [156].

3.2 Сегрегация легирующих элементов при направленной кристаллизации с плоским фронтом и ее влияние на физико-химические свойства и структурно-фазовые характеристики рений-рутенийсодержащих ү/ү'-сплавов

Вследствие неравновесных условий направленной кристаллизации ЖНС по существующим технологиям отливки монокристаллических лопаток характеризуются химической и структурной неоднородностью в пределах дендритных ячеек монокристалла, которая обусловлена дендритной сегрегацией (микросегрегация) легирующих элементов при кристаллизации [12, 79, 123–125, 157]. В результате сплавы после направленной кристаллизации имеют дендритноячеистое строение. В междендритных участках присутствует неравновесная эвтектика $\gamma'+\gamma$ (или перитектическая фаза γ'). Размер и форма частиц γ' -фазы значительно различаются в осях дендритов и междендритных областях, в последних частицы γ' -фазы значительно крупнее.

В таблице 7 представлены типичные значения коэффициентов микросегрегации в отливках из монокристаллических ЖНС IV (ВЖМ4) и

V (ВЖМ6) поколений, полученных в установке для направленной кристаллизации УВНК-9 [29, 79]. Химический состав сплавов приведен в таблице 1. Коэффициенты микросегрегации рассчитывались по формуле (4).

Таблица 7 – Коэффициенты микросегрегации легирующих элементов в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах

Сплав		Коэффициент микросегрегации К _i элемента									
	Cr	Мо	Al	W	Та	Co	Re	Ru			
ВЖМ4	-1,4	-1,3	1,4	-1,7	2,2	-1,4	-5,0	-1,3			
ВЖМ6	1,0	1,2	1,3	-2,0	2,1	-1,2	-3,3	-1,1			

Из таблицы 7 следует, что легирующие элементы Та и Al имеют $K_i > 1$, то есть они обогащают междендритные области отливки. Другие легирующие элементы W, Re и Co показывают обратную сегрегацию ($K_i < -1$). Рений – наиболее эффективный упрочняющий легирующий элемент в монокристаллических ЖНС [41, 81, 158, 159] значительно сегрегирует в оси дендритов ($K_i \approx -3,3$), рутений, также являющийся эффективным упрочняющим элементом [21-27], незначительно сегрегирует в процессе кристаллизации $(K_i = -1, 1).$ Закономерности микросегрегации легирующих элементов определяются видом поверхностей солидус и ликвидус на фазовых диаграммах состояния [65, 160]. Легирующий элемент, повышающий температуру солидус ЖНС, обогащает оси дендритов, в противном случае он концентрируется в междендритных областях. Экспериментально установлено [19], что W и Re значительно повышают температуру солидус ЖНС, кобальт повышает ее незначительно; данные о влиянии рутения отсутствуют; все другие элементы Al, Cr, Ta, Nb, Ti, V, Mo, Hf, Zr, C понижают температуру солидус. Отмечено, что легирующие элементы Cr и Mo в сплаве ВЖМ4 [79] концентрируются в осях дендритов, выпадая из выше указанной общей закономерности, как элементы, понижающие температуру солидус ЖНС. Причина такого аномального поведения этих двух элементов при направленной кристаллизации сплава ВЖМ4 неизвестна.

Результатом микросегрегации легирующих элементов, особенно рения, является образование в монокристаллических отливках из жаропрочных никелевых сплавов локальных областей перелегирования, которые являются потенциальной причиной выделения ТПУ фаз при термической обработке или длительных высокотемпературных испытаний [161]. Кроме того, установлено, что причиной возникновения дендритных напряжений в монокристаллических отливках из ЖНС [162], неоднородность γ/γ' -мисфита по дендритным ячейкам [163] и рост микропористости при гомогенизирующем отжиге [164] также обусловлены микросегрегацией легирующих элементов. С целью выравнивания химического состава по дендритным ячейкам монокристаллические ЖНС обработке. Температура гомогенизирующей термической подвергаются гомогенизации варьируется в интервале от 1300 до 1350 °C, длительность гомогенизации – от 6 до 40 ч в зависимости от концентрации в сплавах тугоплавких (Re, W, Ta) элементов [165]. Однако полного выравнивания состава по рению при такой термической обработке все же не происходит.

Для исследования в качестве первичного многокомпонентного сплава выбран экспериментальный сплав на никелевой основе системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru, химический состав которого приведен в таблице 8.

Таблица 8 – Химический состав многокомпонентного экспериментального сплава на никелевой основе

Единица измерения		Содержание элемента										
	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Re	Ru	Ni			
мас. %	5,4	2,3	1,9	1,2	8,2	10,3	8,7	6,6	Основа			
атомн. %	12,9	2,9	1,3	0,4	2,9	11,3	3,0	4,2	Основа			

По международной классификации выбранный сплав может быть отнесен к монокристаллическим ЖНС V поколения. Содержание рения и рутения в

62

исследуемом сплаве выбрано с учетом их макросегрегации, исследованной выше при направленной кристаллизации никелевого сплава системы Ni–Al–Re–Ru.

После направленной кристаллизации первичного никелевого сплава по методу Бриджмена в установке УНК-1 при температурном градиенте $G \approx 150$ °C и скорости кристаллизации R = 6 мм/ч отливка состояла из длинных столбчатых кристаллов, объединенных в несколько зерен. Каждое зерно имеет ячеисто-дендритную структуру с расстоянием между осями дендритов первого порядка 200 мкм и представляет собой монокристаллическую матрицу из γ -никелевого твердого раствора, в котором рассеяны высокодисперсные частицы γ' -фазы (рисунок 24).

Данный строения отливки свидетельствует, ТИП ЧТО В процессе направленной кристаллизации исследуемого сплава не удалось подавить концентрационное переохлаждение расплава перед фронтом роста. Следовательно, фактическое значение (G/W)_{крит} для этого сплава значительно выше его расчетного значения 360 °С·ч/см², что может быть обусловлено повышенной суммарной концентрацией в расплаве рения и рутения, обладающих низкими коэффициентами диффузии [166].

В γ -матрице междендритных участков столбчатых зерен частицы γ' -фазы, значительно более крупнее, чем в осях дендритов, где они имеют неправильную форму (рисунки 24 ∂ и 24e); других фаз в пределах дендритной ячейки не обнаружено. Однако по границам столбчатых зерен наблюдаются крупные частицы фаз с повышенным содержанием алюминия и тантала (фаза *1* на рисунке 24e), рения и рутения (фаза 2 на рисунке 24e), химический состав этих фаз приведен в таблице 9.



Рисунок 24 – Микроструктура рений-рутенийсодержащего никелевого сплава γ/γ' в отливке (q = 24 %, поперечное сечение) после высокоградиентной направленной кристаллизации: a, б – ячеисто-дендритная структура; выделения фазы 1(в) и фазы 2 (г) по границам между столбчатых зерен; частицы γ'-фазы в γ-матрице междендритного участка (д) и дендрита первого порядка (е)

Размерная и морфологическая неоднородность частиц у'-фазы в структуре столбчатых зерен отливки является прямым следствием дендритной сегрегации высокоградиентной легирующих элементов В процессе направленной кристаллизации никелевого рений-рутенийсодержащего сплава. По всей длине области направленного роста легирующие элементы в дендритной ячейке распределяются таким образом (таблица 9), что алюминий и тантал обогащают междендритные области (имеют $K_i > 1$), вольфрам ($K_W = -1,8$) и рений ($K_{Re} = -2,1$) концентрируются в осях дендритов; другие легирующие элементы (Cr, Mo, Ru, Со) слабо сегрегируют по дендритным ячейкам. При этом коэффициенты микросегрегации рения и вольфрама (по абсолютной величине) увеличиваются, а тантала – уменьшаются при переходе от нижней к верхней части отливки и становятся меньше, чем для монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов ВЖМ4 и ВЖМ6 (таблица 7), полученных в промышленной установке УВНК-9.

Таблица 9 – Локальные концентрации и коэффициенты микросегрегации легирующих элементов в отливке из направленно закристаллизованного никелевого γ/γ' -сплава

		Содержание элемента, $\%$ (мас.),									
q, %	Место анализа	Al	Cr	Со	Ni	Мо	Ru	Та	W	Re	
	Ось дендрита первого порядка	3,6	2,6	10,6	48,5	2,2	7,7	5,0	1,4	18,4	
	Междендритный участок	4,8	2,4	10,3	54,5	2,1	6,9	8,0	1,0	10,1	
24	K_i	1,3	-1,1	-1,0	_	-1,0	-1,1	1,6	-1,4	-1,8	
	Межзеренная граница, фаза 1	6,2	1,5	7,9	59,7	1,6	5,0	11,5	1,6	5,1	
	Межзеренная граница, фаза 2	3,3	1,7	7,1	36,3	2,3	10,3	6,0	1,1	32,2	

Продолжение таблицы 9

<i>q</i> , %	Масто знализа	Содержание элемента, % (мас.), коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i										
	место анализа	Al	Cr	Co	Ni	Мо	Ru	Та	W	Re		
	Ось дендрита первого порядка	4,3	2,7	10,8	50,0	2,2	7,1	6,9	1,9	14,2		
	Междендритный участок	5,5	2,4	10,0	56,1	2,0	6,6	9,7	1,0	6,7		
79	K_i	1,3	-1,1	-1,1	_	-1,1	-1,1	1,4	-1,9	-2,1		
	Межзеренная граница, фаза 1	6,5	1,4	8,0	59,8	1,6	4,8	11,9	1,4	4,6		
	Межзеренная граница, фаза 2	2,5	1,9	7,1	31,3	2,4	12,2	4,9	1,5	36,2		

Таким образом, из полученных результатов по микросегрегации можно заключить, что рутений относится к элементам незначительно сегрегирующих по дендритной ячейке в процессе кристаллизации никелевых жаропрочных сплавов.

На рисунке 25 представлены кривые распределения легирующих элементов в зависимости от доли твердой фазы q никелевого сплава, построенные по результатам исследований методом ЭЗМА. Видно, что концентрации тантала и алюминия повышаются, а содержание рения, рутения и вольфрама уменьшается в функции q. Из легирующих элементов исследуемого сплава наиболее сильно сегрегируют в процессе высокоградиентной направленной кристаллизации рений и тантал. Характер изменения концентрации легирующих элементов по длине отливки аналогичен исследованной ранее системе Ni–Al–Re–Ru и обусловлен существованием диффузной зоны на фронте роста, что приводит к их сегрегации в соответствии с уравнением Шайля (Scheil) (10).



Рисунок 25 – Распределение легирующих элементов по длине отливки (в зависимости от доли твердой фазы *q*) из направленно закристаллизованного никелевого у/у'-сплава

Из данных рисунка 25 следует, что рений и рутений при высокоградиентной направленной кристаллизации оттесняются в твердую фазу и ДЛЯ них коэффициент распределения $k_i > 1$, а для алюминия и тантала, которые оттесняются в жидкую фазу, $k_i < 1$. При этом макросегрегация Ru по длине градиентной отливки существенно меньше, чем Re и Ta. Отметим, в отличие от процессов микросегрегации, протекающих в пределах дендритных ячеек (таблица 9), макросегрегация вольфрама, кобальта, молибдена хрома И при высокоградиентной направленной кристаллизации исследуемого ренийрутенийсодержащего никелевого сплава не наблюдается, их концентрации практически не изменяются по длине градиентной отливки, для этих элементов 1. Следовательно, градиентная отливка из никелевого γ/γ' -сплава, $k_i \approx$ сформировавшаяся в результате макросегрегации легирующих элементов, должна физико-химические и иметь переменные по длине структурно-фазовые характеристики, которые определяются химическим составом. В частности, к таким характеристикам относятся температуры ликвидус, солидус, полного

растворения γ'-фазы (γ'-сольвус), параметры кристаллических решеток и объемные доли фаз.

На рисунке 26 и в таблице 10 приведены экспериментальные значения температур γ' -сольвус, солидус и ликвидус никелевого сплава в различных сечениях отливки после высокоградиентной направленной кристаллизации. Видно, что нижняя часть отливки ($q \approx 10$ %), где содержание алюминия, тантала понижено, а рения и рутения повышено, имеет по сравнению с верхней частью ($q \approx 90$ %) более низкие значения температуры полного растворения γ' -фазы, а также повышенные солидус и ликвидус. Данная закономерность коррелирует с результатами исследования системы Ni–Al–Re–Ru.



Рисунок 26 – Изменение температур полного растворения ү'-фазы (1), солидус (2) и ликвидус (3) рений-рутенийсодержащего никелевого сплава ү/ү' по длине градиентной отливки (в зависимости от доли твердой фазы q)

Таблица 10 – Содержание легирующих элементов и температуры фазовых превращений в зависимости от доли твердой фазы в отливке из направленно закристаллизованного никелевого сплава ү/ү'

a 0/	Содер	жание эле	емента, %	$T_{\rm np}$	$T_{\rm S}$	$T_{ m L}$			
<i>q</i> , %	Al	Та	Re	Re Ru °C					
10	4,5	7,6	11,0	7,1	1226	1437			
93	5,4	9,7	7,6	6,5	1315	1359	1411		

В результате обработки экспериментальных данных по указанным температурам фазовых превращений, измеренных в образцах, вырезанных из всех исследованных сечений направленно закристаллизованной отливки, были получены следующие регрессионные уравнения (модели):

$$T_{\rm np} = 1263 + 29,7C_{\rm Al} - 17,3C_{\rm Re} + 1,2C_{\rm Ta} + 2,5C_{\rm Ru}, \,^{\circ}{\rm C}; \quad R^2 = 0,773$$
(11)

$$T_{\rm S} = 1160 + 21,9C_{\rm Al} + 11,7C_{\rm Re} - 5,5C_{\rm Ta} + 5,5C_{\rm Ru}, \,^{\circ}{\rm C}; \ R^2 = 0,865$$
(12)

$$T_{\rm L} = 1291 + 5.8C_{\rm Al} + 9.2C_{\rm Re} + 0.4C_{\rm Ta} + 2.7C_{\rm Ru}, \,^{\circ}{\rm C}; \ R^2 = 0.941$$
(13)

где C_i (*i*: Al, Re, Ta, Ru) – концентрации элементов в γ/γ' -сплаве, в мас. %; R^2 – множественный коэффициент корреляции.

Полученные модели (формулы 11–13) позволяют рассчитать по химическому составу сплава в пределах данной системы легирования температуры фазовых превращений. Их анализ показывает, что для достижения максимальных значений температуры γ' -сольвус ЖНС должен быть легирован максимально возможным количеством алюминия и тантала при минимально возможном содержании рения. Рений значительно повышает температуры солидус и ликвидус, понижает γ' -сольвус, а рутений слабо влияет на температуры ликвидус, солидус и γ' -сольвус γ/γ' -сплава.

Методом рентгеноструктурного анализа определены значения параметров кристаллических решеток γ' -фазы и γ -твердого раствора и оценены их объемные доли в сплаве различных сечений градиентной отливки, представленные на рисунке 27. Объёмная доля γ' -фазы $V_{\gamma'}$ в сплавах исследованной градиентной отливки рассчитана по формуле (6). Оказалось (рисунок 27*a*), что объемная доля γ' -фазы увеличивается по длине градиентной отливки с 54,6 % (q = 10 %) до 70,6 % (q = 93 %), хорошо коррелируя, как это видно из рисунка 25, с повышением концентраций γ' -образующих элементов алюминия и тантала. Вместе с тем, параметры кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в сплаве уменьшаются по длине отливки (рисунок 27*b*), сохраняя отрицательный ($a_{\gamma} > a_{\gamma'}$) и примерно постоянный γ/γ' -мисфит (расчет по формуле 1).



Рисунок 27 – Структурно-фазовые характеристики рений-рутенийсодержащего никелевого γ/γ'-сплава системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru в различных сечениях градиентной отливки (в зависимости от доли твердой фазы *q*): *a* – количество γ'-фазы; *б* – параметры кристаллических решеток γ-фазы (1) и γ'-фазы (2)

Итак, В процессе высокоградиентной направленной кристаллизации жаропрочного никелевого сплава макросегрегация рения, рутения, тантала и алюминия смещает фазовое равновесие между у-твердым раствором и у'-фазой таким образом, что количество у'-фазы постепенно в значительной степени кристаллических решеток ү'-фаз увеличивается, a параметры γ-И В сплавах – уменьшаются по длине отливки, сохраняя примерно постоянным у/у'-мисфит. Понижение содержания рения и рутения по длине отливки компенсируется с точки зрения влияния этих элементов на параметры решеток у- и у'-фаз повышением концентраций тантала и алюминия, что и приводит, по-видимому, к постоянству мисфита.

Результаты расчетов по методу компьютерного конструирования жаропрочных сплавов [167], представленные в таблице 11, подтверждают этот вывод: в нижней части отливки (q = 10 %), где содержание алюминия, тантала понижено, а рения и рутения – повышено, и в верхней части отливки (q = 93 %), где содержание алюминия, тантала повышено а рения и рутения – понижено, имеют близкие по химическому составу γ' - и γ -фазы и, следовательно, близкие параметры их кристаллических решеток.

Таблица 11 – Химический состав и количество γ - и γ' -фаз в зависимости от доли твердой фазы в отливке из направленно закристаллизованного рений-рутенийсодержащего никелевого сплава γ/γ' (расчет по методу [167])

<i>q</i> , %	Фаза		Содержание элемента, % (атомн.)										
	Ψασα	Al	Cr	Co	Mo	Ru	Та	W	Re	Ni	%		
10	γ	3,2	5,8	21,3	2,1	6,3	0,4	0,5	8,3	52,1	42,9		
10	γ′	16,9	1,2	4,3	0,8	3,1	4,6	0,5	0,7	67,9	57,1		
02	γ	4,1	6,8	22,2	2,6	6,4	0,6	0,6	7,5	49,2	29,9		
93	γ'	16,8	1,4	6,3	0,9	3,2	4,7	0,6	0,6	65,5	70,1		

Исследование сплавов системы Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co-Re-Ru показало (таблица 11), что при многокомпонентном легировании содержание рения в

71

 γ' -фазе (20 °C) снижается до 0,7 % (атомн.) относительно сплавов трехкомпонентной системы Ni–Al–Re (1,0 атомн. % Re) и четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru (1,1 атомн. % Re). Максимальная концентрация рутения в γ' -фазе многокомпонентных сплавов системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru снижается относительно тройной системы Ni–Al–Ru (5,0 атомн. % Ru), но выше, нежели в четверной системе Ni–Al–Re–Ru (1,9 атомн. % Ru).

Представленные в данной части работы результаты исследований никелевых ү/ү'-сплавов системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru опубликованы в журналах «Вопросы материаловедения» (2015 г., № 1) [168] и «Inorganic Materials: Applied Research» (2016 г., Vol. 7, No. 6) [169].

3.3 Синергическое влияние рения и рутения на длительную прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов

рений-рутенийсодержащих Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов IV и V поколений обладают значительным преимуществом перед ренийсодержащими сплавами I-III поколений. В главе I представлены работы, посвященные называемому «рениевому эффекту» так повышению высокотемпературных механических свойств за счет легирования рением. Менее изучено влияние легирования рутением. Имеющиеся литературные данные о упрочнения легированных рением и рутением часто механизмах носят противоречивый характер. Поэтому возникла необходимость в проведении дополнительных исследований.

В связи с изложенным проведены исследования и сравнение длительной прочности монокристаллических ЖСН III и IV поколений соответственно сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4, результаты которых опубликованы в журнале «Физика металлов и металловедение» (2022 г., Т. 123, № 8) [98].

Химический состав сплавов приведен в таблице 1. Сплав ВЖМ1 содержит 9,3 % (мас.) рения и не содержит рутения. Сплав ВЖМ4 кроме 6,0 % (мас.) рения

72
содержит 4,0 % (мас.) рутения. В результате сплавы обладают равенством суммарных концентраций рения и рутения.

Микроструктура монокристаллов сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 с КГО <001> после полной термической обработки представлена на рисунке 28. В обоих сплавах сформировалась регулярная γ/γ' -микроструктура кубоидной морфологии с размером γ' -частиц (светлые) около 0,5 мкм. Можно считать, что исходная γ/γ' -микроструктура обоих сплавов одинакова как в отношении морфологии и размеров γ' -частиц, так и объемных долей. Из термически обработанных монокристаллов сплавов изготовлены образцы для испытаний на длительную прочность при температурах 850, 1000, 1100 и 1150 °C и разных уровнях приложенных растягивающих напряжений.



Рисунок 28 – Микроструктура монокристаллов сплавов ВЖМ1 (*a*) и ВЖМ4 (б) после полного цикла термической обработки [98]

На рисунке 29 представлены результаты испытаний на длительную прочность при температурах 850, 1000, 1100 и 1150 °C и разных уровнях приложенных растягивающих напряжений монокристаллов сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 с КГО <001>. Круглые точки соответствуют сплаву ВЖМ1, треугольные – сплаву ВЖМ4. Штриховые и сплошные кривые соответственно являются аппроксимацией временных зависимостей длительной прочности сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4. Как видно, при температуре 850 °C, отвечающей примерно рабочим

условиям замка турбинной лопатки, сплавы ВЖМ1 и ВЖМ4 имеют практически одинаковую длительную прочность вплоть до значений долговечностей в 1000 часов.

1000 Что касается температурного интервала ОТ до 1150 °C. соответствующего рабочим условиях пера турбинной лопатки, то здесь при больших долговечностях сплав ВЖМ4 по длительной прочности намного ВЖМ1, превосходит сплав а при малых временах имеет место инверсия – жаропрочность сплава ВЖМ1 выше таковой сплава ВЖМ4.



Рисунок 29 – Кривые длительной прочности монокристаллов с КГО <001> сплавов ВЖМ1 (- - -) и ВЖМ4 (----). а–а – линия инверсии длительной прочности сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4

Следует обратить внимание на то, что долговечность τ^{T} (время до разрушения, где T – температура, °C), при которой пересекаются кривые длительной прочности сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 (линия инверсии a-a на рисунке 29), смещается в сторону меньших значений с повышением температуры: $\tau^{850} \approx 900$ ч, $\tau^{1000} \approx 400$ ч, $\tau^{1100} \approx 90$ ч и $\tau^{1150} \approx 50$ ч.

Левее линии инверсии а-а более жаропрочным является сплав ВЖМ1. Правее линии инверсии а-а преимущество сплава ВЖМ4 возрастает как с повышением температуры, так и с увеличением длительности испытаний при понижении прикладываемого напряжения. Так при температуре 1150 °C и напряжении 60 МПа долговечность сплава ВЖМ1 составляет около 500 ч, тогда как сплава ВЖМ4 – около 3000 ч, т.е. превышает долговечность ВЖМ1 в 6 раз. Столь большое преимущество сплава ВЖМ4 является определяющим, так как технические условия эксплуатации лопаток ГТД предполагают их длительную работу при относительно низких напряжениях.

Анализ РЭМ-изображений микроструктуры сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 после длительных испытаний показал, что в процессе высокотемпературной ползучести сплавы претерпевают существенную эволюцию структурно-фазового состояния, а именно образуется рафт-структура, происходит топологическая инверсия γ/γ' -микроструктуры и выделяются ТПУ фазы.

На рисунке 30*а* показана полностью сформированная рафт-структура в сплаве ВЖМ4 при испытании на длительную прочность. Происходящая далее топологическая инверсия γ/γ' -микроструктуры, связанная с превращением γ' -фазы в матрицу (светлая), представлена на рисунке 30б.



Рисунок 30 – Микроструктура монокристаллов сплава ВЖМ4 после испытаний на длительную прочность: *a* – τ = 93 ч при T = 1100 °C и σ = 180 МПа;

 $\delta - \tau = 1274$ ч при T = 1000 °С и $\sigma = 200$ МПа

Вместе с тем, в процессе длительной ползучести при температуре 1100 °С в монокристаллах сплавов ВЖМ1 [105] и ВЖМ4 [86] отмечалась фазовая нестабильность, проявляющаяся в образовании пластинчатых частиц (темные выделения в светлой оболочке из γ' -фазы на рисунках 31*a* и 31*b*), обогащенных рением, – предположительно, топологически плотно упакованных (ТПУ) фаз.



Рисунок 31 – ТПУ фазы в микроструктуре монокристаллов сплавов после испытаний на длительную прочность:

а – сплав ВЖМ1 (т = 559 ч при Т = 1100 °С и σ = 120 МПа) [105];

б – сплав ВЖМ4 (т = 1303 ч при Т = 1100 °С и σ = 130 МПа) [86]

Из сравнения микроструктур сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4 следует очевидный вывод о значительной разнице в кинетике выделения ТПУ фаз. После испытаний при температуре 1100 °C в течение 1303 ч в сплаве ВЖМ4 поверхностная доля выделившихся ТПУ частиц составляет примерно 4,5 %, тогда как в сплаве ВЖМ1 при этой же температуре за 559 ч поверхностная доля выделившихся ТПУ частиц достигает примерно 28 %. Отсюда приближенно можно оценить соотношение средних скоростей (*V*) выделения частиц –температуре 1100 °C в этих двух сплавах: $V_{\text{BЖM1}}^{\text{TПV}} \approx_{15V_{\text{BЖM4}}}$, т.е. скорость выделения ТПУ фаз в сплаве ВЖМ1 превышает таковую в сплаве ВЖМ4 в 15 раз. Такая более высокая фазовая стабильность сплава ВЖМ4 обусловлена легированием рутением.

Принимая во внимание результаты микроструктурных исследований, можно полагать, что точки пересечения кривых длительной прочности (линия инверсия жаропрочности а–а) сплавов ВЖМ1 и ВЖМ4, представленных на рисунке 29, соответствуют окончанию инкубационного периода и началу выделения ТПУ фаз.

ТПУ фазы обогащены γ-упрочняющими элементами, например, μ-фаза в НЖС сплаве II поколения ЖСЗ6-ВИ с 2 % (мас.) Re имеет приблизительно следующий состав (в % мас.): 23Ni-8Co-40W-26Re-4Mo-5Cr; ее стехиометрическая формула может быть приближенно представлена в виде (N,Co)₇(Cr,W,Re,Mo)₆ [111].

Таким образом, выделение ТПУ фаз приводит к уменьшению концентраций легирующих элементов в γ-фазе и, как следствие, к ослаблению твердорастворного упрочнения этой фазы. В свою очередь, это влечет за собой макроскопическое разупрочнение сплава в целом и понижение его жаропрочности.

Таким образом, рений значительно увеличивает высокотемпературную длительную прочность никелевых жаропрочных сплавов, но потенциально является элементом, дестабилизирующим фазовую структуру сплава. Напротив, рутений повышает фазовую стабильность ренийсодержащих никелевых жаропрочных сплавов, замедляя скорость выделения ТПУ фаз и понижая их равновесную объемную долю. Одновременное взаимодействие рения и рутения превосходит простую сумму действий каждого из указанных легирующих элементов и тем самым осуществляется синергическое взаимовлияние рения и рутения на повышение длительной прочности монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов.

77

3.4 Влияние знака γ/γ'-мисфита на микроструктуру и длительную прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов

Характер эволюции γ/γ' -микроструктуры монокристаллов ЖНС при высоких температурах, а также эффективность упрочнения частицами γ' -фазы во многом определяются знаком и численным значением γ/γ' -мисфита. Несмотря на длительную историю ЖНС роль мисфита не до конца понята [141]. В частности, остается дискуссионным принципиальный вопрос о знаке мисфита. Какой знак мисфита – отрицательный или положительный – оптимален для достижения максимального уровня комплекса прочностных свойств?

Недавно были разработаны жаропрочные кобальтовые сплавы С дисперсионным упрочнением γ' -фазой на основе интерметаллида Co₃(Al,W,Ta) со структурой $L1_2$ у-твердого раствора на основе кобальта c ГПК [170-172]. Особенностью кобальтовых сплавов (в отличие от структурой никелевых жаропрочных сплавов [32, 52, 53]) является положительный γ/γ' -мисфит, т.е. период кристаллической решетки γ' -фазы больше, чем у-матрицы. При высокотемпературном длительном растяжении монокристаллов кобальтовых сплавов с ориентацией <001> частицы у'-фазы коагулируют в форме γ' -пластин, параллельные направлению приложенной нагрузки, образуя структуру так называемого *Р*-рафтинга [57]. Согласно работам [54, 62] монокристалл γ/γ' -мисфитом положительным иметь должны сплавов с повышенное сопротивление высокотемпературной ползучести. Однако экспериментальные доказательство преимущества положительного ү/ү'-мисфита для повышения сопротивления ползучести монокристаллов ЖНС в настоящее время отсутствуют.

В общем случае при изменении величины γ/γ'-мисфита путем варьирования концентраций легирующих элементов происходит изменение других характеристик микроструктуры, а именно: объемной доли γ'-фазы, степени твердорастворного упрочнения γ-матрицы и прочности γ'-частиц. Поэтому данная задача является нетривиальной и для её решения требуется особый подход.

В связи с изложенным проведены исследования влияния знака γ/γ'-мисфита на микроструктуру и длительную прочность монокристаллов экспериментальных ЖНС с кристаллографической ориентацией <001>, результаты которых опубликованы в журнале «Материаловедение» (2022 г., № 3) [173].

Выбор экспериментальных ЖНС с отрицательным ($\Delta a < 0$), нулевым ($\Delta a = 0$) и положительным ($\Delta a > 0$) γ/γ' -мисфитом осуществляли с помощью модели для прогнозирования температурной зависимости γ/γ' -мисфита [174], а также метода компьютерного конструирования литейных ЖНС [167]. В качестве базового был выбран экспериментальный ЖНС Astra системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co [175].

Расчет мисфита при компьютерном конструировании выполняли по принятой за рубежом формуле [55]:

$$\Delta a = 2 \frac{(a_{\gamma} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma} + a_{\gamma})}$$

где a_{γ} и $a_{\gamma'}$ – периоды кристаллических решеток γ -твердого раствора и γ' -фазы, соответственно.

Выбор формулы для расчета мисфита обусловлен тем, что исследования проводились в рамках российско-германского научного проекта «Исследование влияния знака несоответствия периодов кристаллических решеток γ- и γ'-фаз на ползучесть монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов» (грант РФФИ № 18-508-12010, гранты DFG 688/77-1 и NO 307/9-1).

Поиск составов сплавов с разными знаками мисфита осуществляли путем замещения никеля хромом (в пределах от 2,3 до 10,3 атомн. %). Выбор хрома в качестве переменного легирующего элемента обусловлен тем, что этот элемент преимущественно растворяется в γ -матрице, где его содержание будет изменяться в значительно более широких пределах (от 4,8 до 21,3 атомн. %), чем γ' -фазе (от 1,2 до 3,1 атомн. %). Различие в характере изменения химического состава структурных составляющих приведет к изменению соотношения периодов кристаллических решеток и знака γ/γ' -мисфита.

По результатам расчетов для экспериментальных исследований были выбраны никелевые сплавы, обозначенные символами A-*X*Cr (где *X* – содержание

в сплаве хрома в атомн. %), с положительным (A-4Cr, $\Delta a = +0,22$ %), нулевым (A-7Cr, $\Delta a \approx 0$) и отрицательным (A-10Cr, $\Delta a = -0,23$ %) значениями мисфита.

В таблице 12 приведены расчетные характеристики сконструированных экспериментальных сплавов на никелевой основе.

Сплав. значение характеристики Характеристика A-4Cr A-10Cr A-7Cr Структурно-фазовые характеристики: +0,22~ 0 Δa (1000 °C), % -0,2369,4 70,0 69,1 *F*⁰ (не более 850 °С), % 60,7 61,0 61,5 F_0 (1000 °C), % Физико-химические характеристики: d. Γ/cm^3 8,58 8,55 8,52 $T_{\pi.p.}, ^{\circ}C$ $T_{S}, ^{\circ}C$ 1278 1286 1293 1340 1362 1351 $T_{\rm L}^{\rm o}$, °C 1430 1409 1388

Таблица 12 – Расчетные значения характеристик экспериментальных сплавов

Видно, что в зависимости от концентрации хрома мисфит сплавов изменяется от положительных значений при низких концентрациях хрома до отрицательных значений при высоких концентрациях хрома, при этом другие параметры структуры изменяются незначительно.

Химический состав изготовленных для исследований сплавов A-4Cr, A-7Cr, A-10Cr, определенный методом атомно-эмиссионного анализа, приведен в таблице 13.

C	Содержание элемента, % (мас.)									
Сплав	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Ni			
A-4Cr	6,36	3,34	1,0	6,43	6,98	9,02				
A-7Cr	6,12	5,26	0,97	6,06	6,86	8,79	Основа			
A-10Cr	6,08	8,62	0,96	6,13	6,85	8,72				

Таблица 13 – Химический состав экспериментальных сплавов

После направленной кристаллизации в установке УВНК-9А монокристаллические отливки с КГО <001> из сплавов А-4Сr, А-7Сr и А-10Сr имеют дендритно-ячеистую макроструктуру с параметром дендритной ячейки примерно 280 мкм (рисунок 32).



Рисунок 32 – Дендритно-ячеистые структуры <001> монокристаллических отливок сплавов A-4Cr (*a*), A-7Cr (*б*) и A-10Cr (*в*) (поперечное сечение)

Микроструктуры сплавов в литых монокристаллических отливках представлены на рисунке 33.

Видно, что размер и морфология частиц γ' -фазы в дендритах первого порядка и междендритных областях существенно различаются, в последних частицы фазы крупнее. При этом в сплаве A-10Cr (рисунок 33*в*), в отличие от сплавов A-7Cr (рисунок 33*б*) и A-4Cr (рисунок 33*а*), сформировались частицы γ' -фазы в кубоидной форме.

Дендритно-ячеистое строение монокристаллов сплавов, размерная И морфологическая неоднородность ү'-фазы частиц являются следствием условий направленной кристаллизации. неравновесных Количественно дендритную сегрегацию характеризовали коэффициентами микросегрегации, которые рассчитывали по формуле (4).



Рисунок 33 – Микроструктуры сплавов A-4Cr (*a*, *б*), A-7Cr (*b*, *c*) и A-10Cr (*d*, *e*) в дендритах первого порядка (*a*, *b*, *d*) и междендритных областях (*б*, *c*, *e*) монокристаллических отливок после направленной кристаллизации

В таблице 14 приведены значения локальных концентраций легирующих элементов в междендритных областях и дендритах первого порядка, а также коэффициенты микросегрегации элементов.

тегирующих элементов										
Место анализа	Содержание элемента, % (мас.), коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i									
	Cr	Al	Мо	W	Co	Ta				
Сплав А-4Сr										
Ось дендрита первого порядка	3,2/3,2	5,8/5,9	1,2/1,2	8,9/6,4	9,8/9,4	4,9/6,5				
Междендритная область	3,5/3,4	6,9/6,5	1,3/1,2	4,8/5,9	8,9/9,2	8,0/6,8				
Коэффициент микросегрегации <i>К_і</i>	1,1/1,1	1,2/1,1	1,1/1,0	-1,9/-1,1	-1,1/1,0	1,6/1,0				
Сплав А-7Сr										
Ось дендрита первого порядка	5,1/5,4	5,7/6,4	1,1/1,3	8,3/6,1	9,6/9,1	5,2/6,8				
Междендритная область	5,4/5,4	6,8/6,4	1,2/1,3	5,3/5,8	8,9/9,1	7,6/6,8				
Коэффициент микросегрегации <i>К_i</i>	1,1/1,0	1,2/1,0	1,1/1,0	-1,6/-1,1	-1,1/1,0	1,5/1,0				
		Сплав А-	-10Cr							
Ось дендрита первого порядка	8,2/8,8	5,6/6,4	1,1/1,2	8,2/6,4	9,8/9,1	5,0/6,5				
Междендритная область	9,1/8,9	6,7/6,4	1,2/1,2	5,1/5,7	8,9/9,1	7,7/6,8				
Коэффициент микросегрегации <i>К</i> _i	1,1/1,0	1,2/1,0	1,1/1,0	-1,6/-1,1	-1,1/1,0	1,5/1,0				
Примечание – В	Примечание – В числителе – после направленной кристаллизации,									

Таблица 14 – Локальные концентрации и коэффициенты микросегрегации ПЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ СПЛАВОВ

в знаменателе – после термической обработки.

Как следует из таблицы 14, вольфрам обогащает дендриты ($K_W = -1,5$), тантал и алюминий – междендритные области ($K_{Ta} = 1,5, K_{Al} = 1,2$), а кобальт, хром и молибден незначительно сегрегируют в процессе направленной кристаллизации сплавов, что является типичным для ЖНС, получаемых методами УВНК-9А направленной кристаллизации установках В типа С жидкометаллическим кристаллизатором [12].

Для формирования оптимальной микроструктуры c однородным распределением в у-матрице выделений у'-фазы проведена термическая обработка монокристаллов экспериментальных сплавов, состоящая из ступенчатой вакуумной гомогенизации в интервале температур от 1290 до 1320 °C, закалки на воздухе с 1320 °C с предварительной выдержкой и последующего старения при 1000 °C. Режим термической обработки выбран по результатам определения методом ДТА температур фазовых превращений в сплавах (таблица 15).

Таблица 15 – Температуры фазовых превращений в монокристаллах экспериментальных сплавов

Сплав	$T_{\mathrm{n.p.}}, ^{\mathrm{o}}\mathrm{C}$	T _S , ⁰C	T _L , ⁰C				
A-4Cr	1304/1304	1368/1378	1414/1416				
A-7Cr	1290/1289	1358/1373	1409/1408				
A-10Cr	1276/1263	1335/1352	1388/1387				
Примечание – В числителе – после направленной кристаллизации,							

В результате термической обработки микросегрегация легирующих элементов (за исключением вольфрама $K_W = -1,1$) устранена (таблица 14). Кроме того, значительно повысилась температура солидус монокристаллов сплавов, значения других температур фазовых превращений изменилось незначительно.

Микроструктуры термически обработанных монокристаллов экспериментальных сплавов представлены на рисунке 34.

Видно, что в сплавах A-4Cr (рисунок 34*a*) и A-10Cr (рисунок 34*в*) сформировались частицы γ' -фазы в кубоидной форме. Следовательно, при температурах до 1000 °C эти сплавы имели отличный от нуля γ/γ' -мисфит, что согласуется с результатами расчета (таблица 12) и рентгеновского измерения мисфита: сплав A-4Cr имеет положительный мисфит $\Delta a = +0,39$ % (20 °C), а сплав A-10Cr – отрицательный мисфит $\Delta a = -0,38$ % (20 °C). Из этой закономерности выпадает сплав A-7Cr, в котором γ' -фаза сформировалась в округлой форме (рисунок 34*б*), типичной для монокристаллов ЖНС с близкими к нулю значениями мисфита. Однако для этого сплава экспериментальное значение

мисфита при комнатной температуре составляет +0,24 %. Следует заметить, что эта некубическая форма γ' -частиц сформировалась в процессе старения при 1000 °C, а мисфит измеряли при 20 °C. Известно, что коэффициенты термического расширения γ -твердого раствора больше, чем γ' -фазы [176]. Следовательно, при повышении температуры величина мисфита, положительная при комнатной температуре ($a_{\gamma} < a_{\gamma'}$), смещается в область нулевых или отрицательных значений [140, 174, 177]. Расчет по модели [174] показал, что значение мисфита при 1000 °C для сплава A-7Cr составляет +0,014 %, что близко к нулю.



Рисунок 34 – Микроструктуры монокристаллов сплавов A-4Cr (*a*), A-7Cr (*б*) и A-10Cr (*в*) после старения при 1000 °C

На рисунке 35 и в таблице 16 представлены соответственно кривые ползучести и результаты испытаний на длительную прочность (усредненные по 2–3 образцам каждого сплава) монокристаллических образцов экспериментальных сплавов при температуре 800 °C и напряжении 600 МПа, а также при температуре 1000 °C и напряжениях 190 и 150 МПа.

На рисунке 35 видно, что кривые ползучести имеют экспоненциальный вид с практически отсутствующей первой стадией ползучести, что типично для жаропрочных никелевых сплавов с монокристаллической структурой с КГО <001> при температурах до 1000 °C [5].



в

Время, ч

Рисунок 35 – Кривые ползучести монокристаллов <001> из сплавов A-4Cr (1), A-7Cr (2) и A-10Cr (3) при температуре 800 °C и напряжении 600 МПа (*a*), при температуре 1000 °C и напряжениях 190 МПа (*б*) и 150 МПа (*в*)

86

	Ми	Мисфит		Тип рафтинга	Мисфит после	Долговечность при			
	частиц у'-фазы	после	испытаний	прочность, ч					
Сплав	20 °C (PCA), %	1000 °С (расчет), %	после старения при 1000 °С	испытаний на ползучесть при 1000 °C	на ползучесть при 1000 °C (PCA), %	800 °C, σ=600 МПа	1000 °C, σ=190 МПа	1000 °C, σ=150 МПа	
A-4Cr	+0,38	+0,23	кубоидная	Р-рафтинг	+0,60	175,0	68,0	195,0	
A-7Cr	+0,24	~ 0	округлая	Рафтинг не образовался	+0,50	69,0	45,0	208,0	
A-10Cr	-0,39	-0,22	кубоидная	<i>N</i> -рафтинг	-0,198	413,0	102,0	315,0	

Таблица 16 – Параметры структуры и долговечности монокристаллов с ориентацией <001> экспериментальных ЖНС

Из исследованных монокристаллов экспериментальных сплавов при указанных температурах и напряжениях большей долговечностью обладают монокристаллы сплава A-10Cr с исходными кубоидными выделениями γ'-фазы и отрицательным значением γ/γ'-мисфита при 1000 °C (период решетки γ-твердого раствора больше, чем γ'-фазы) (таблица 16, рисунок 36).

Меньшей долговечностью обладают монокристаллы сплава A-7Cr с близким к нулю значением мисфита при 1000 °C и исходной округлой формой выделений ү'-фазы. Промежуточное значение долговечности характерно для монокристаллов сплава A-4Cr с положительным мисфитом и исходными кубоидными выделениями ү'-фазы.





Микроструктуры монокристаллических образцов с КГО <001> экспериментальных сплавов после испытаний на ползучесть при 1000 °С представлены на рисунке 37.

В монокристалле сплава A-4Cr под действием растягивающего напряжения сформировался *P*-рафтинг (рисунок 37*a*). Следовательно, при температуре испытания 1000 °C сплав A-4Cr имел положительный ($\Delta a > 0$) мисфит. При этих же условиях испытаний на ползучесть в монокристалле сплава A-10Cr образовался *N*-рафтинг (рисунок 37*6*), т. е. мисфит этого сплава отрицательный ($\Delta a < 0$). В структуре <001> монокристалла сплава A-7Cr рафтинг не образовался (рисунок 37*6*), частицы γ' -фазы в процессе ползучести коагулировали практически изотропно, что свидетельствует о практически нулевом значении мисфита в этом сплаве при температуре 1000 °C. Аналогичные микроструктуры сформировались в исследованных монокристаллах экспериментальных сплавов в процессе их испытаний на ползучесть при 1000 °C и растягивающем напряжении $\sigma = 150$ МПа. Таким образом, результаты экспериментальных исследований монокристаллов сплавов A-4Cr, A-7Cr и A-10Cr подтвердили имеющиеся в литературе [174] расчетные данные о мисфите при температуре 1000 °С для этих же сплавов, представленные в таблице 16 и на рисунке 36.



Рисунок 37 – Микроструктуры сплавов A-4Cr (*a*), A-7Cr (*б*) и A-10Cr (*в*) в плоскости продольных сечений монокристаллических образцов после испытаний на ползучесть при температуре 1000 °C и напряжении 190 МПа

3.5 Выводы

1. В процессе медленной (W = 0,6 см/ч) высокоградиентной ($G \approx 150 \text{ °C/см}$) направленной кристаллизации первичных никелевых сплавов четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru и многокомпонентной системы Ni–Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru происходит сегрегация легирующих элементов по длине отливок (макросегрегация). Алюминий и тантал оттесняются в расплав и их содержание повышается с ростом доли закристаллизовавшегося

расплава, напротив, рений и вольфрам оттесняются в твердую фазу и их содержание уменьшается, при этом рутений не сегрегирует в процессе кристаллизации и его концентрация по длине отливок остается постоянной. Изготовленные отливки имеют разный по длине химический состав (градиентные отливки) и, следовательно, физико-химические и структурно-фазовые характеристики.

2. При направленной кристаллизации первичного четырехкомпонентного никелевого сплава Ni–11Al–3Re–3Ru (% мас.) в зависимости от распределения компонентов Al, Re и Ru по длине градиентной отливки последовательно формируются сплавы с фазовым составом $\gamma+\gamma'$, γ' и $\gamma'+\beta$, где γ – твердый раствор Re и Ru в Ni, γ' – фаза на основе интерметаллида Ni₃Al, легированного Re и Ru, β – фаза на основе алюминида никеля (NiAl), легированного Ru.

3. При направленной кристаллизации первичного никелевого сплава Ni-5,4Al-2,3Cr-1,9Mo-1,2W-8,2Ta-10,3Co-8,7Re-6,6Ru (% мас.) по длине градиентной отливки в области направленного роста последовательно формируются сплавы с фазовым составом $\gamma+\gamma'$.

4. Показано, что в никелевых сплавах четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru при кристаллизации γ' -фаза образуется по перитектической L+ $\gamma \rightarrow \gamma'$ при температуре 1374°C и эвтектической L $\rightarrow \gamma'$ + β при температуре 1372°C реакциях, так как это установлено в новой версии фрагмента диаграммы состояния двойной системы Ni–Al в области составов, соответствующих γ' -фазе.

5. Показано, что в четырехкомпонентной системе Ni–Al–Re–Ru в сплавах $\gamma+\gamma'$ температура полного растворения γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе (γ' -солвус) повышается с увеличением концентрации алюминия, рений и рутений заметного влияния на эту характеристику не оказывают. Наблюдается незначительное совместное влияние рения и рутения на температуры солидус и ликвидус.

6. Определена растворимость рения и рутения в γ' -фазе системы Ni–Al–Re–Ru, составляющая в сплавах $\gamma+\gamma' - 1,1$ и 1,5 % (атомн.), в сплаве на основе γ' -фазы – 0,5 и 1,9 % (атомн.), в сплавах $\gamma'+\beta$ – 0,5 и 1,4 % (атомн.)

соответственно. По сравнению с трехкомпонентными сплавами систем Ni–Al–X (где X = Ru, Re) одновременное взаимодействие рения и рутения уменьшает их растворимость в γ' -фазе четырехкомпонентных сплавах Ni–Al–Re–Ru. Растворимость рутения в β -фазе составляет 7,1 % (атомн.), наличие рения в β -фазе не установлено.

7. Установлено, что при направленной кристаллизации никелевых сплавов системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru закономерности микросегрегации легирующих элементов по дендритным ячейкам и макросегрегации по длине градиентных отливок идентичны.

8. Установлено, что в системе Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru, отвечающей монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам IV и V поколений (типа BЖM4), легирование рением приводит к значительному повышению температур солидус и ликвидус и снижению температуры γ'-сольвус, а рутением – к небольшому повышению этих температур фазовых превращений.

9. Разработаны и апробированы (см. раздел 4.2) регрессионные модели, позволяющие прогнозировать температуры ү'-сольвус, солидус и ликвидус монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов в зависимости от концентраций алюминия, тантала, рения и рутения в концентрационной области, соответствующей перспективным монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам V и VI поколений.

10. Рассчитаны химические составы и получены монокристаллы с аксиальной ориентацией <001> экспериментальных никелевых сплавов системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co с положительным ($a_{\gamma} < a_{\gamma'}$), близким к нулю ($a_{\gamma} \approx a_{\gamma'}$) и отрицательным ($a_{\gamma} > a_{\gamma'}$) γ/γ' -мисфитом. Показано, что в структуре термически обработанных монокристаллических отливках из сплавов с положительным и отрицательным мисфитом формируются кубоидные выделения γ' -фазы, а из сплава с нулевым мисфитом – округлой морфологии.

11. Установлены закономерности влияния знака γ/γ' -мисфита на структуру и длительную прочность монокристаллов экспериментальных жаропрочных никелевых сплавов. Показано, что наибольшей длительной

91

прочностью на базе до 500 ч при температурах 800 и 1000 °С имеют монокристаллы сплава с отрицательным $(a_{\gamma} > a_{\gamma'}) \gamma/\gamma'$ -мисфитом и *N*-рафтингом, наименьшую с нулевым $(a_{\gamma} \approx a_{\gamma'})$ мисфитом (рафт-структура не образуется); а промежуточные значения длительной прочности обнаруживают монокристаллы сплава с положительным $(a_{\gamma} < a_{\gamma'}) \gamma/\gamma'$ -мисфитом и *P*-рафтингом.

12. Обнаружено, что при средних (850 °C) и высоких (1000–1150 °C) временных базах длительной температурах малых ПО прочности на ренийсодержащий сплав ВЖМ1 превосходит рений-рутенийсодержащий сплав ВЖМ4. Однако при высоких температурах (1000–1150 °C) и продолжительных временах испытаний, типичных для условий эксплуатации лопаток ГТД, сплав ВЖМ4 по длительной прочности значительно превосходит сплав ВЖМ1: при температуре 1150 °C и напряжении 60 МПа долговечность сплава ВЖМ1 составляет ~500 ч, тогда как долговечность сплава ВЖМ4 в 6 раз выше и составляет ~3000 ч. Скорость выделения ТПУ фаз при температуре 1100 °С в сплаве ВЖМ1 превышает таковую в сплаве ВЖМ4 в 15 раз.

ГЛАВА 4

КОМПЬЮТЕРНОЕ КОНСТРУИРОВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ РЕНИЙ-РУТЕНИЙСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ

4.1 Метод компьютерного конструирования

При разработке жаропрочных монокристаллических никелевых сплавов нового поколения работе использовался В метод компьютерного разработанный H.B. Петрушиным E.H. Кабловым конструирования, И (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ), схематическая последовательность операций в котором приведена на рисунке 38 [167, 178]. Методология метода базируется на расчёте ПО регрессионным уравнениям (моделям) типа свойств, «состав-свойство» физико-химических структурно-фазовых характеристик, длительной прочности, фазовой стабильности И других параметров анализируемых сплавов различного химического состава. При этом выбор концентраций легирующих элементов, обеспечивающих заданный уровень свойств конструируемого сплава, осуществляется на основе принципов сбалансированного легирования и требований к гетерофазной ү/ү'-структуре ЖНС [167, 178]. К ним относятся:

- объемное содержание (60–70 %) высокодисперсных (0,3–0,5 мкм) частиц γ'-фазы кубовидной формы для упрочнения матричного γ-твердого раствора;

объемное содержание неравновесных фаз эвтектического происхождения
для уменьшения микропористости оно должно быть минимальным;

температура полного растворения ү'-фазы В у-твердом растворе (у'-сольвус), которая является не только характеристикой термической γ/γ' -структуры, гетерофазной стабильности но И определяет, В первом повышением у'-сольвус приближении, жаропрочные свойства сплавов. С возрастает высокотемпературная длительная прочность ЖНС;

- температура солидус: если легирование повышает солидус, то диффузионная подвижность атомов в таком сплаве будет ниже;

 периоды кристаллических решеток γ-твердого раствора и γ'-фазы и их размерное несоответствие (мисфит) – для достижения высокого сопротивления ползучести величины периодов кристаллических решёток фаз должны быть максимальными, а период решётки γ-твердого раствора должен быть больше, чем γ'-фазы;

 температура плавления неравновесных фаз эвтектического происхождения: для увеличения «окна» термообработки она должна быть максимальной, в противном случае не удается полностью растворить ү'-фазу и провести полную гомогенизацию ү-твердого раствора без риска оплавления междендритных областей;

 температурный интервала кристаллизации: для увеличения склонности сплавов к формированию столбчатой и монокристаллической структур и уменьшения объемной доли микропористости при направленной кристаллизации он должен быть минимальным;

- плотность, температурные коэффициенты линейного расширения, теплоёмкость;

- среднее число электронных вакансий для легирующих элементов γ -матрицы \overline{N}_{ν} , средний энергетический уровень d-орбиталей для легирующих элементов γ -матрицы \overline{Md} , индекс растворимости легирующих элементов в γ' -фазе *SI*, разность средних концентраций валентных электронов легирующих элементов в сплав ΔE . Критические значения этих параметров определяют вероятности протекания фазовых превращений различного типа.



Рисунок 38 – Схема компьютерного расчета при конструировании литейных жаропрочных никелевых сплавов (F^* , a^* , T^* , T_0 , ΔT^* , d^* , Δ_1 , Δ_2 , σ^* – заданные значения параметров) [167, 178]

В соответствии со схемой, представленной на рисунке 38, алгоритм поиска химического состава разрабатываемого жаропрочного никелевого сплава состоит в следующем [179–181]. В выбранной системе легирования концентрации легирующих элементов разбивают на 2 уровня (минимальное и максимальное) и составляют матрицу планирования полного факторного эксперимента (ПФЭ) для n переменных факторов типа $2^n + 1$, где n – количество переменных факторов (легирующих элементов) [182]. Далее в компьютерном эксперименте проводят оценку сбалансированности химического состава всех $2^n + 1$ вариантов сплава на основе расчета параметра фазовой стабильности ΔE . Параметр ΔE определяется следующим образом [183, 184]:

$$\Delta E = E_{\text{сплав}} - E_0 \quad \Pi p_{II} \quad E_0 = 0,036 A_{\text{сплав}} + 6,28 \,, \tag{14}$$

где $E_{\text{сплав}} = \sum_{i=1}^{n} E_i C_i$; $A_{\text{сплав}} = \sum_{i=1}^{n} A_i C_i$; E_i , A_i и C_i – соответственно количество

валентных электронов (*s*, *p* электроны алюминия, *d*, *s* электроны переходных металлов), атомная масса (a.е.м.) и атомная доля *i*-го элемента сплава; n -количество элементов, включая основу сплава без учета углерода, бора, редкоземельных элементов (La, Ce, Y) и примесей. Значения параметров A_i и E_i для химических элементов, используемых при легировании жаропрочных никелевых сплавов, приведены в таблице 17.

Таблица 17 — Значения параметров A_i , E_i , $(Md)_i$, $(YL)_i$ для легирующих элементов жаропрочных никелевых сплавов

Элемент і	<i>А_i</i> , а.е.м.	E_i	$(Md)_i,$ $\Im B$	<i>(YL)_i</i> , % (атомн.)
Al	26,98154	3	1,900	27,6
Cr	51,9961	6	1,142	10
Мо	95,94	6	1,550	6,0
W	183,85	6	1,655	5,8
Та	180,9479	5	2,224	8,0
Со	58,9332	9	0,777	_

Элемент і	<i>А_i</i> , а.е.м.	E_i	$(Md)_i,$ $\Im B$	(<i>YL</i>) _i , % (атомн.)
Nb	92,9064	5	2,117	8,0
Ti	47,88	4	2,271	16,5
Re	186,207	7	1,267	0,9
Ru	101,07	8	1,006	~ 3
V	50,9415	5	1,543	10,0
Hf	178,49	4	3,020	6,0
Ni	58,69	10	0,717	_
Zr	91,224	4	2,944	_
Fe	55,847	8	0,858	_
Mn	54,9380	7	0,957	_
Si	28,0855	4	1,900	_

Продолжение таблицы 17

В координатах $E_0 - A_{curab}$ параметр E_0 определяет границу фазовой стабильности у/у'-микроструктуры жаропрочного никелевого сплава [183, 184]. В этом случае параметр $\Delta E = 0$ и система легирования сплава считается сбалансированной. Для большинства промышленных жаропрочных никелевых сплавов значение параметра $E_{\text{сплав}}$ отличается от E_0 на величину $\pm \Delta E$, называемую параметром дисбаланса легирования [183]. Знак и величина ΔE определяют вероятность протекания фазовых превращений с образованием в структуре никелевых сплавов нежелательных фаз различного типа. В сплавах с отрицательным значением параметра ΔE велика вероятность образования карбидов типа $M_{23}C_6$, M_6C или ТПУ фаз, а сплавы, у которых $\Delta E > 0$, склонны к образованию фаз типа Ni₃Ti (DO_{24}), Ni₃Nb (A_3) и эвтектических (перитектических) фаз на основе Ni₃Al ($L1_2$). Для практического использования уравнения (14) при оценке фазовой стабильности сплавов в работе [184] предложено считать жаропрочный никелевый сплав сбалансированным по химическому составу, если для него выполняется следующее условие: $0 \ge \Delta E \ge -0.04$.

Затем, сбалансированные композиции сплава оценивают по методам NEW PHACOMP *Md* [185] и индекса растворимости *SI* [186], которые предсказывают вероятность выделения нежелательных фаз, если рассчитанные *Md*-параметр для γ -твёрдого раствора *Md*(γ) и *SI*-параметр для γ' -фазы сплава превосходят критические значения, определенные из эксперимента. Принимают, что композиции, которые удовлетворяли условиям *Md* (γ) \leq 0,903 [22] и $1 < (SI)_{\gamma'} < 1,3$ [186] – фазово-стабильны.

Для вычисления параметра $(\overline{M}d)_{\gamma}$ используется следующее уравнение:

$$(\overline{M}d)_{\gamma} = \sum_{i=1}^{n} C_{i}(Md)_{i}, \qquad (15)$$

где C_i – атомная доля *i*-го элемента в γ -твердом растворе, $(Md)_i$ – величина параметра Md (энергетический уровень *d*-орбиталей) *i*-го элемента; *n* - число элементов, включая основу фазы. Значения параметра $(Md)_i$ элементов приведены в таблице 17.

Параметр *SI*, характеризующий предельную суммарную растворимость легирующих элементов в γ' -фазе никелевого сплава, рассчитывается по формуле:

$$SI = \sum_{i=1}^{n} Y_i / (YL)_i , \qquad (16)$$

где Y_i – атомная концентрация *i*-го элемента в γ' -фазе, $(YL)_i$ – предельная растворимость *i*-го элемента в γ' -фазе типа Ni₃(Al, Y_i) трехкомпонентной системы Ni-Al- Y_i (Y_i : Cr, W, Ti, Ta и др.) при 900 °C. Значения параметров (YL)_i для этих систем приведены в таблице 17.

Для выбранных фазово-стабильных композиций рассчитывают физикохимические и структурно-фазовые характеристики: плотность, температуры полного растворения γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе $T_{n,p}$ (сольвус γ'), плавления неравновесной эвтектики (перитектики) $\gamma+\gamma'$ $T_{_{3BT}}$, солидус T_S и γ/γ' -мисфит и др. параметры конструируемого сплава. С учетом достигнутых расчетом требуемых значений характеристик для экспериментального исследования выбирают соответствующую композицию конструируемого сплава.

4.2 Применение метода компьютерного конструирования при разработке монокристаллических жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов V и VI поколений с заданным уровнем свойств

Разработку новых монокристаллических рений-рутенийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов V поколения с рабочей температурой до 1170 °C и длительной прочностью $\sigma_{100}^{1000} \ge 320$ МПа и $\sigma_{1000}^{1100} \ge 140$ МПа [187] и VI поколения с рабочей температурой до 1200 °C и длительной прочностью $\sigma_{100}^{900} \ge 600$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} \ge 350$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} \ge 200$ МПа и $\sigma_{100}^{1200} \ge 80$ МПа проводили на базе никелевой системы Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru с помощью метода компьютерного конструирования, схема которого описана выше.

Выбранная для разработки новых сплавов система легирования не содержит в своём составе легирующие элементы Nb и Hf, обычно присутствующие в составе литейных ЖНС [12, 17, 33]. Это обусловлено в основном следующими обстоятельствами [180]. Во-первых, добавки ниобия и гафния, значительно понижая температуру солидуса, повышают гомологическую температуру и, следовательно, диффузионная подвижность атомов в таком сплаве будет выше. Во-вторых, эти легирующие элементы понижают температуру эвтектического $(L \rightarrow \gamma + \gamma')/$ перитектического $(L+\gamma\rightarrow\gamma')$ превращения, способствуют при кристаллизации образованию неравновесных выделений эвтектических/ перитектических фаз и тем самым затрудняют гомогенизацию у-твёрдого раствора без риска оплавления межосных участков дендритов при термической обработке. В-третьих, отрицательное влияние ниобия и гафния заключается также в том, что они, имея значительную растворимость в у'-фазе, оказывают неблагоприятное влияние на γ/γ' -мисфит, в результате частицы γ' -фазы, выделяющиеся при распаде пересыщенного у-твёрдого раствора, образуются в дендритообразной форме, сфероилальной или способствуя **у**меньшению сопротивления высокотемпературной ползучести таких сплавов.

Для выбранной системы легирования с целью обеспечения требуемого уровня характеристик длительной прочности нового сплава V поколения были сформулированы следующие исходные условия конструирования, согласно которым искомый химический состав сплава должен обеспечить:

1. γ/γ' -мисфит не менее 0,5 % (расчет по формуле 2);

2. температуру полного растворения γ'-фазы в γ-твердом растворе (γ'-сольвус) не менее 1290 °C;

3. температуру солидус не менее 1340 °С;

4. исходную объемную долю высокодисперсных (0,3–0,5 мкм) частиц γ'-фазы не менее 65 %;

5. объемную долю эвтектики ($\gamma + \gamma'$) не более 5 %;

6. «окно» термической обработки не менее 20 °С;

7. плотность не более $9,2 \, \text{г/см}^3$;

8. приемлемую фазовую стабильность.

Для достижения заданных характеристик длительной прочности нового сплава VI поколения принимали, что в выбранной системе легирования искомый химический состав сплава должен обеспечить:

1. γ/γ' -мисфит не менее 0,5 % (расчет по формуле 2);

2. температуру полного растворения γ'-фазы в γ-твердом растворе (γ'-сольвус) не менее 1320 °C;

3. температуру солидус не менее 1370 °С;

4. исходную объемную долю высокодисперсных (0,3–0,5 мкм) частиц γ'-фазы не менее 65 %;

5. объемную долю эвтектики ($\gamma + \gamma'$) не более 5 %;

6. «окно» термической обработки не менее 20 °С;

7. плотность не более $9,2 \, \text{г/см}^3$;

8. приемлемую фазовую стабильность.

В выбранной системе легирования концентрации компонентов каждого конструируемого сплава задавали в соответствии с матрицей плана полного

факторного эксперимента (ПФЭ) типа $2^n + 1$, где n = 8 – количество переменных факторов. В качестве переменных факторов были выбраны легирующие элементы Al, Co, Cr, Ta, W, Mo, Re и Ru, концентрации (в % атомн.) которых, представленные на рисунке 39, варьировали в пределах от минимальных до максимальных значений.

Далее в компьютерном эксперименте проводили оценку сбалансированности химических составов всех $(2^{n}+1)$ вариантов каждого конструируемого сплава на основе расчета параметра фазовой стабильности ΔE по формуле (14).

Химический состав вариантов конструируемого сплава V поколения считали сбалансированным, если для них выполнялось условие $\Delta E \ge -0,1$; для вариантов конструируемого сплава VI поколения принималось выполнение условия $\Delta E \ge -0,12$. Затем сбалансированные по условиям $\Delta E \ge -0,12$ и $\Delta E \ge -0,12$ композиции вариантов каждого сплава дополнительно оценивали по методу New PHACOMP *Md* путем расчета параметра (\overline{Md}), по формуле (15).



Рисунок 39 – Концентрационные области варьирования легирующих элементов при компьютерном конструировании сплавов V и VI поколений

Для фазово-стабильных композиций сплава V поколения, определяемых условиями $\Delta E \ge -0.1$ и $(\overline{M}d)_{\gamma} \le 0.903$, и композиций сплава VI поколения,

определяемых условиями $\Delta E \geq -0,12$ и $(\overline{M}d)_{\gamma} \leq 0,903$, рассчитывали физико-химические свойства, структурно-фазовые характеристики и длительную прочность по уравнениям, полученным ранее методом регрессионного анализа [167, 179], при помощи специальной компьютерной программы «Расчет параметров жаропрочных никелевых сплавов» [188]. По результатам расчетов выбирали составы сплавов, обеспечивающие выполнение заданных условий конструирования.

В качестве основных факторов при выборе наиболее перспективного состава конструируемого сплава были параметры размерного каждого $(\gamma/\gamma'$ -мисфит), несоответствия периодов кристаллических решеток фаз температуры полного растворения у'-фазы в у-твердом растворе (у'-сольвус) и температуры солидус. Для достижения максимальных характеристик длительной прочности в выбранной системе легирования принималось, что перспективные сплавы должны иметь величину γ/γ' -мисфита (при $a_{\gamma} > a_{\gamma'}$) в 2–3 раза большую, чем у монокристаллических ренийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов III поколения, у которых $\Delta a \approx 0,2\%$ [52]. Значения их температуры γ' -сольвус должны обеспечить сохранение в структуре сплавов при максимальной рабочей температуре (1170 °С для сплава V поколения и 1200 °С для сплава VI поколения) не менее 30 % упрочняющих частиц у'-фазы.

С учетом достигнутых расчетным путем максимальных значений мисфита, температур ү'-сольвус, солидус и большинства других заданных условий конструирования для экспериментального исследования были выбраны химический состав сплава V поколения (далее сплав ВЖМ8) и химический состав сплава VI поколения (далее сплав ВЖМ10). Выбранный химический состав сплава ВЖМ8 приведен в таблице 18.

По сравнению с серийным рений-рутенийсодержащим жаропрочным сплавом IV поколения ВЖМ4 сконструированный сплав V поколения ВЖМ8 легирован большим количеством рутения для повышения γ/γ' -мисфита и тантала для повышения температуры γ' -сольвус; для повышения фазовой стабильности содержание в новом сплаве молибдена понижено.

Единица				Содер	жание	элемент	ra		
измерения	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Re	Ru	Ni
мас. %	5,7	2,9	3,4	4,2	5,9	5,3	6,1	6,0	Oavana
атомн. %	13,4	3,6	2,3	1,5	2,1	5,7	2,1	3,8	Основа

Таблица 18 – Концентрации основных легирующих элементов в сконструированном жаропрочном никелевом сплаве ВЖМ8 (расчет)

В таблице 19 приведены полученные расчётным путём основные физикохимические, структурно-фазовые характеристики и жаропрочные свойства сконструированного сплава ВЖМ8 в сравнении с результатами эксперимента.

Выбранный состав рений-рутенийсодержащего сплава VI поколения ВЖМ10 является коммерческой тайной и в настоящей работе не приводятся. Здесь следует отметить, что для повышения температур γ' -сольвус и солидус и, соответственно, достижения заданных значений длительной прочности в состав данного сплава введено повышенное количество рения и тантала, чем ренийрутенийсодержащие сплавы V поколения, с сохранением приемлемой фазовой стабильности сплава.

В таблице 20 приведены полученные расчётным путём основные физикохимические, структурно-фазовые характеристики и жаропрочные свойства сконструированного сплава ВЖМ10 в сравнении с результатами эксперимента.

	Значение показателя							
Показатоди оройотр	расчет по	расчёт по методу	эксперимент					
Показатель своиств	моделям (11-13)	компьютерного конструирования	после литья	после термической обработки				
Физическо-химические свойства:								
<i>d</i> , г/см ³	_	9,158	_	9,080				
$T_{\pi,p}, {}^{\circ}\mathrm{C}$	1349	1324	1298	1290				
$T_{\text{3BT}}, ^{\circ}\text{C}$	_	1334	1337	_				
$T_{\rm S}$, °C	1357	1374	1349	1377				
$T_{\rm L}$, °C	1399	1437	1422	1428				
Структурно-фазовые								
характеристики:								
<i>F</i> ⁰ (850°C), %	_	67,9	69,6	79,3				
<i>F</i> _{эвт.} (850°С), %	-	3,5	4,0	—				
<i>а</i> _у (20°С), нм	—	0,3602	0,3607	0,3610				
<i>а</i> _{у'} (20°С), нм	-	0,3584	0,3585-	0,3587-				
			0,3589	0,3589				
Δa (20°C), %	-	0,5	0,51–0,61	0,55–0,65				
Параметры фазовой								
стабильности (850°С):								
ΔE	-	-0,096	_	_				
$(Md)_{cплав}, ЭВ$	-	0,974	-	—				
$(Md)_{\gamma},$ $\Im \mathrm{B}$	-	0,903	-	—				
Длительная прочность, МПа:								
σ_{100}^{900}	-	526,7	-	620				
σ_{100}^{1000}	-	319,7	-	320				
σ_{1000}^{1000}	-	225,3	-	200				
σ_{1000}^{1100}	-	141,3	-	140				

Таблица 19	9 – Свойства сконструированного спл	ава ВЖМ8
------------	-------------------------------------	----------

	Значение показателя							
Показатели свойств	расчет по	расчёт по методу	эксперимент					
	моделям (11–13)	компьютерного конструирования	после литья	после термической обработки				
Физическо-химические свойства:								
<i>d</i> , г/см ³	_	9,216	_	9,110				
$T_{\pi,p}, {}^{\circ}\mathrm{C}$	1309	1313	1325	1311				
$T_{\text{3BT}}, ^{\circ}\text{C}$	_	1344	-	_				
$T_{\rm S}$, °C	1364	1382	1362	1384				
$T_{\rm L}$, °C	1416	1458	1437	1444				
Структурно-фазовые								
характеристики:								
<i>F</i> ⁰ (850°C), %	-	67,7	-	65,2				
<i>F</i> _{эвт.} (850°С), %	-	4,5	0,95	—				
<i>а</i> _ү (20°С), нм	_	0,3613	0,3605	0,3613				
<i>а</i> _{ү'} (20°С), нм	-	0,3589	0,3592-	0,3589				
			0,3596					
Δa (20°C), %	—	0,68	0,26–0,36	0,68				
Параметры фазовой								
стабильности (850°С):								
ΔE	_	-0,110	_	-0,08				
$(Md)_{cплав}, ЭВ$	-	0,980	-	0,971				
$(Md)_{\gamma},$ $\Im \mathrm{B}$	-	0,899	-	_				
Длительная прочность, МПа:								
σ_{100}^{900}	_	580,9	_	620				
σ_{100}^{1000}	-	341,1	_	360				
σ_{1000}^{1000}	-	237,4	_	225				
σ_{1000}^{1100}	-	148,7	_	140				

Таблица 20 – Свойства сконструированного сплава ВЖМ10

При сравнении экспериментальных значений характеристик сконструированных сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10 с расчетными видно достаточно хорошее их согласование. Это показывает, что структура и фазовый состав сплавов успешно прогнозируются используемой компьютерной программой конструирования [188] и полученными в работе моделями (11–13).

4.3 Выводы

1. Применение метода компьютерного конструирования позволило в выбранной системе легирования определить концентрации легирующих элементов в новых рений-рутенийсодержащих сплавах V (ВЖМ8) и VI (ВЖМ10) поколений.

2. Установлено, что сконструированные сплавы имеют химические составы, обеспечивающие достижение заданных условий конструирования, что позволяет в последующем выплавить сплавы, получить монокристаллические отливки образцов с заданной КГО и провести их экспериментальные исследования.

ГЛАВА 5

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКА НОВОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА V ПОКОЛЕНИЯ

5.1 Микроструктура и структурно-фазовые характеристики монокристаллов сконструированного жаропрочного сплава после литья и термической обработки

Для проведения экспериментальных исследований в вакуумной установке ВИАМ-2002 выплавлена экспериментальная плавка сконструированного сплава ВЖМ8 в количестве 20 кг и проведены химический и газовый анализы. Состав изготовленного сплава по данным химического анализа представлен в таблице 21 (плавка № 15). Как следует из таблицы 21, по основным легирующим элементам плавка сплава отвечает расчётному составу, а содержание примесей серы и газов составляет (в % мас.): [S] = 0,0005, [O] = 0,0009, [N] = 0,0006.

Таблица 21 – Расчетный состав и составы плавок* по данным химического анализа сконструированного жаропрочного никелевого сплава ВЖМ8

Источник		Содержание элемента, % (мас.)									
данных	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Re	Ru	Ni		
Расчет	5,7	2,9	3,4	4,2	5,9	5,3	6,1	6,0			
Плавка № 15	5,60	2,63	3,71	4,37	5,89	5,26	6,06	5,96	Основа		
Плавка № 72	5,77	2,91	3,43	4,05	5,73	5,55	6,35	5,91	Основа		
Плавка № 24	5,62	2,89	3,32	3,95	5,76	5,66	6,15	5,80			
* Выплавленные сплавы также содержат микролегирующие элементы Ce, La, Y, Ca.											

Формирование в отливке методом направленной кристаллизации монокристаллической структуры существенным образом зависит от литейных свойств кристаллизуемого сплава. Поэтому для выбора технологических параметров монокристаллического литья отливок образцов из сплава методом

направленной кристаллизации (температур расплава в тигле, температура слива расплава в форму, скорость кристаллизации, температурный градиент на фронте кристаллизации) методом ДТА исследованы физико-химические свойства сплава после выплавки. Получены следующие экспериментальные значения: $T_{n.p.} = 1290$ °C, $T_{s} = 1346$ °C и $T_{L} = 1420$ °C. Сплав обладает сравнительно не высоким интервалом кристаллизации $\Delta T_{крист} = 74$ °C, что способствует повышению склонности к формированию монокристаллической структуры и снижению объемной доли литейной микропористости при литье методом направленной кристаллизации.

После направленной кристаллизации монокристаллические заготовки образцов из сплава ВЖМ8 имели выраженную дендритно-ячеистую структуру, характерную для литых монокристаллов ЖНС с КГО <001> (рисунок 40*a*).





Рисунок 40 – Микроструктура литых монокристаллических заготовок образцов из сплава ВЖМ8 с КГО <001>: *а* – дендритно-ячеистая микроструктура монокристалла; *б* – неравновесная эвтектика (ү+ү') и литейная пора; морфология ү'-фазы в центре дендрита первого порядка (*в*) и междендритной области (*г*)
В соответствии с рисунком 40 параметр дендритной ячейки составляет 250–280 мкм. В междендритных областях залегают выделения эвтектических (γ + γ') фаз (рисунок 40 σ), объёмная доля которых составляет 4 %. Размер и форма частиц γ' -фазы существенно различаются в осях дендритов и междендритных областях, в последних частицы γ' -фазы в 8–12 раз крупнее, чем в осях дендритов и имеют менее строгую огранку (рисунки 40 σ и 40 ϵ).

Размерная и морфологическая неоднородность частиц ү'-фазы, а также наличие эвтектики (ү+ү') в литой структуре монокристаллов сплава является прямым следствием неравновесных условий направленной кристаллизации и обусловлены микроликвацией легирующих элементов в пределах дендритных ячеек.

В таблице 22 приведены экспериментальные данные ЭЗМА по локальным концентрациям легирующих элементов в материале междендритных областей и осей дендритов и рассчитанные по формуле (4) значения коэффициентов микросегрегации K_i легирующих элементов в литых монокристаллах исследованного сплава. Как следует из таблицы 22, наибольшую обратную сегрегацию имеют рений $K_{\text{Re}} = -3,1$ и вольфрам $K_{\text{W}} = -2,3$, тантал и алюминий имеют прямую сегрегацию соответственно $K_{Ta} = 2,1$ и $K_{Al} = 1,3$. Остальные легирующие элементы. включая рутений, распределены равномерно ПО дендритной ячейке.

Методом РСА определены периоды кристаллических решеток γ - и γ' - фаз и их размерное несоответствие (γ/γ' -мисфит) в монокристаллических образцах сплава с КГО <001> после направленной кристаллизации. Суммарный (222) Fe K_{α} -рефлекс γ/γ' наилучшим образом аппроксимировался тремя фазовыми синглетами, два из которых представляют γ' -фазу (условно γ'_1 и γ'_2), третий – γ -твердый раствор. Полученные значения периодов кристаллических решеток фаз a_{γ} и $a_{\gamma'}$, γ/γ' -мисфит и объемная доля условно γ'_1 - и γ'_2 -фаз приведены в таблице 23.

Таблица 22 – Локальный химический состав и коэффициенты микросегрегации в монокристаллах сплава ВЖМ8 после литья

Место анализа		Содержание элемента, % (мас.), коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i										
Wieero unusinsu	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Ru	Re	Ni			
Ось дендрита первого порядка	4,7	2,6	4,3	5,7	4,0	5,3	6,9	10,4	56,1			
Междендритная область	6,0	2,2	4,7	2,5	8,3	4,7	6,4	3,4	62,0			
Эвтектическая (ү+ү')-фаза	7,2	1,4	2,5	1,1	12,5	3,9	5,4	1,0	65,2			
Коэффициент микросегрегации <i>K_i</i>	1,3	-1,2	1,1	-2,3	2,1	-1,1	-1,1	-3,1	_			

Таблица 23– Структурно-фазовые параметры монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> после литья и полного цикла термической обработки (ПТО)

Состояние			<i>d</i> in HM	Мисф	ит*, %	Доля ү'-фазы, %		
сплава	сплава а _у , нм		$a_{\gamma'2}$, HM	Δa_1	Δa_2	F_1	F_2	
Литое	0,3607	0,3589	0,3585	0,51	0,61	63,4	6,2	
ПТО	0,3610	0,3589	0,3587	0,58	0,65	60,4	18,9	
* Расчет по формуле (2)								

По данным таблицы 23 сплав ВЖМ8 имеет высокий положительный $(a_{\gamma} > a_{\gamma'})$ мисфит после литья. Вместе с тем, вследствие значительной микросегрегации легирующих элементов эти данные носят оценочных характер.

Химическая микронеоднородность литых монокристаллов сплава предопределяет фазовых превращений, значения температур основных протекающих при нагреве сплава, К которым относятся растворение упрочняющих частиц ү'-фазы в ү-твёрдом растворе, плавление эвтектики ү+ү' и плавление у-твёрдого раствора. Значения температур указанных фазовых превращений литых монокристаллов исследуемого ВЖМ8, для сплава полученные методом ДТА, приведены на рисунке 41 и в таблице 24. Исходя из этих данных, выбирали режим термической обработки монокристаллов, в

частности температуру процессов гомогенизации с целью устранения их химической и структурной неоднородности. Однако при этом в результате растворения выделений неравновесной эвтектики $(\gamma + \gamma')$ образуются отрицательно влияющие гомогенизационные поры, на циклические характеристики монокристаллов ЖНС [52, 189]. Для устранения литейной и гомогенизационной микропористости ЖНС применяется технология горячего изостатического прессования (ГИП), температурные параметры которой также назначаются, температурам фазовых исходя ИЗ данных по превращений [190–192].



Рисунок 41 – Кривые ДТА монокристаллов сплава ВЖМ8 после направленной кристаллизации (НК) и термической обработки (ТО)

В таблице 24 приведены для сравнения значения температур фазовых превращений в разрабатываемом ЖНС V поколения ВЖМ8 и в ЖНС I–IV поколений после литья. Видно, что высокая температура солидус сплава ВЖМ8 обеспечивается путем легирования рением, вольфрамом и рутением, которые распределяются преимущественно в γ-твердом растворе. В то же время, сплав имеет высокую температуру полного растворения γ' -фазы, которая определяется суммарным содержанием γ' -образующих легирующих элементов, в первую очередь алюминия и тантала.

Температура фазового Содержание элемента, % (мас.) превращения, °С Сплав Al, Ta и Ti W Re Ru $T_{\text{ЭВТ}}$ $T_{\pi.\mathfrak{p}}$ $T_{\rm S}$ (суммарно) ЖС40 12.6 1305 6.9 1304 1350 ____ ЖС36 6.9 1296 1306 1340 11,0 2,0 _ ВЖМ1 14,6 1,3 9,3 1330 1345 1365 _ ВЖМ4 1340 10,5 4.0 6.0 4.0 1275 1347 ВЖМ8 11,5 4,2 6,1 6,0 1298 1337 1349

Таблица 24 – Особенности легирования и температуры фазовых превращений монокристаллических ЖНС после литья

Термическая обработка монокристаллических отливок сплава ВЖМ8, как это принято для отливок монокристаллических ЖНС [12, 13, 32, 33, 52], включала в себя высокотемпературный гомогенизационный отжиг (ВГО), высокотемпературное и низкотемпературное старение.

Операция ВГО проводились при температуре выше температуры полного растворения дисперсной у'-фазы $T_{\pi,p}$ но ниже температуры плавления неравновесных эвтектических выделений ($\gamma + \gamma'$)-фаз $T_{_{\rm 2BT}}$, значения которых для литых монокристаллических отливок сплава ВЖМ8 составляют 1298 и 1337 °С. Для исключения опасности локального оплавления вследствие химической микросегрегации нагрев отливок осуществлялся с малой скоростью и состоял из нескольких ступеней. На операции предшествующей старению охлаждение отливок осуществлялось с заданной высокой скоростью, обеспечивающей дисперсность выделяющихся частиц у'-фазы. Старение проводилось с целью формирования частиц у'-фазы требуемого размера (высокотемпературное старение) с огранкой близкой к кубической (низкотемпературное старение).

При разработке режима термической и газостатической обработок учитывалась опасность локального оплавления вследствие микросегрегации и наличия неравновесной эвтектической (ү+ү')-фазы. Чтобы этого избежать, первый нагрев выполнялся постепенно (ступенчато).

При высокотемпературной гомогенизации сплава протекают два процесса: вначале растворяется неравновесная эвтектика $\gamma+\gamma'$, а затем происходит диффузионное выравнивание химического состава в пределах дендритных ячеек монокристалла. Следствием растворения эвтектики $\gamma'+\gamma$ является образование в междендритных областях гомогенизационных микропор.

Также принимались BO внимание следующие обстоятельства. Формирование дисперсных частиц у'-фазы происходит по завершении ВГО в результате ускоренного охлаждения заготовок. Однако для устранения не только литейной, но И гомогенизационной пористости вследствие растворения неравновесной эвтектической (ү+ү')-фазы операцию ГИП, как правило, проводят после ВГО. При этом технологической особенностью оборудования для проведения ГИП является низкая скорость охлаждения заготовок, в результате формируются частицы γ' -фазы. В чего крупные результате возникает необходимость повторного нагрева (кратковременного отжига) отливок до температуры выше температуры полного растворения у'-фазы Т_{п.р.} с целью последующего их быстрого охлаждения и получения дисперсной у'-фазы.

В то же время возникает вопрос о необходимости соблюдения последовательности проведения ВГО и ГИП. Поскольку обе операции проводят при температурах выше $T_{п.р.}$, то в процессе ГИП, также как и при ВГО, осуществляется растворение неравновесной эвтектической ($\gamma+\gamma'$)-фазы и выравнивание состава по дендритной ячейке. Поэтому в настоящей работе проведена оценка эффективности устранения микропористости в том случае, если первой операцией является ГИП.

С учетом изложенного для проведения исследований выбраны 3 опытных режима с различной последовательностью проведения операций.

Первый режим ТГ-1 представлял собой последовательное выполнение операций: 3-х ступенчатый ВГО, ГИП, кратковременный отжиг, старение. Для получения дисперсных частиц γ' -фазы после ГИП потребовался дополнительный кратковременный отжиг выше $T_{n.p.}$ с последующим охлаждением с заданной

113

высокой скоростью. Общая продолжительность термической обработки составила 72 часа.

Второй режим ТГ-2 позволил устранить необходимость проведения дополнительного кратковременного отжига путем внедрения операции ГИП между операциями ВГО. Последовательность операций выглядит следующим образом: 1-ая и 2-ая ступени ВГО, ГИП, 3-я ступень ВГО, старение. Общая продолжительность термической обработки аналогична режиму ТГ-1.

В третьем режиме ТГ-3 первой операцией является ГИП: 2-х ступенчатый ГИП, ВГО, старение. Общая продолжительность термической обработки составила 68 часов.

Исследования микроструктуры монокристаллов методом РЭМ показало формирование требуемой микроструктуры после всех режимов ТО. На примере режима ТГ-3 на рисунке 42 показана эволюция микроструктуры монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> в процессе проведения ТО.

При всех режимах достигается полное растворение неравновесных выделений эвтектики (ү+ү'). Объемная доля образовавшихся при этом гомогенизационных пор в сплаве ВЖМ8 по данным метода ОКМ не превышает 0,01%.

Размеры частиц у'-фазы в осях дендритов и междендритных областях выравниваются, ЧТО указывает устранение В достаточной степени на микросегрегации легирующих элементов. Поверхность частиц ү'-фазы приобретает плоскую огранку и они равномерно и упорядоченно распределены в у-матрице.



чеунок 42 – Эволюция микроструктуры монокристаллов сплава Бжіма с кт <001> на различных операциях термической обработки (режим ТГ-3)

Исследования с помощью метода ЭЗМА (таблица 25) подтвердили практически полное устранение дендритной сегрегации. Среди всех элементов наибольшую остаточную микросегрегацию имеет рений ($K_{Re} = -1,3$), что объясняется его наиболее низкой среди других легирующих элементов диффузионной подвижностью.

Таблица 25 – Локальный химический состав и коэффициенты микросегрегации в монокристаллах сплава ВЖМ8 после полного цикла термической обработки по различным режимам

Режим	Место анализа		Со коз	одерж ффиц	ание э иент м	леме ликро	нта, ^с осегр	% (ма егаци	с.), и <i>К</i> і	
ТО		Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Ru	Re	Ni
	Ось дендрита первого порядка	5,8	3,2	4,2	3,8	5,9	5,7	5,7	6,8	58,9
ТГ-1 Межде об Коэф микросе	Междендритная область	6,2	3,1	4,0	3,2	6,3	5,8	5,3	5,4	60,7
	Коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i	1,1	1,0	1,1	-1,2	1,1	1,0	-1,1	-1,3	_
	Ось дендрита первого порядка	6,0	2,8	4,4	3,5	5,8	5,4	5,8	6,4	59,9
ΤΓ-2	Междендритная область	6,3	2,8	4,2	2,8	6,5	5,4	5,6	5,1	61,3
	Коэффициент микросегрегации <i>K_i</i>	1,1	1,0	1,0	-1,3	1,1	1,0	-1,1	-1,3	_
МИ	Ось дендрита первого порядка	5,9	3,2	4,0	3,6	5,8	5,6	5,8	6,5	59,6
ΤΓ-3	Междендритная область	6,2	3,1	3,9	3,0	6,4	5,8	5,5	5,1	61,0
	Коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i	1,1	1,0	1,0	-1,2	1,1	1,0	-1,1	-1,3	_

По данным РЭМ и ЭЗМА очевидно, что термообработка по режимам ТГ-1, ТГ-2 и ТГ-3 приводит к одинаковому результату. При этом режим ТГ-3 имеет меньшее количество операций и продолжительность всего режима термообработки. В связи с этим дальнейшие исследования структурно-фазовых параметров, температур фазовых превращений, оценки уровня механических свойств проводились с использованием монокристаллов сплава ВЖМ8, термообработанных по режиму ТГ-3.

Исследования методом РСА (рисунок 43, таблица 23) показали, что после устранения микросегрегации в результате термической обработки период решетки γ -твердого раствора сплава повышается при слабом изменении периода решетки γ' -фазы, что привело к увеличению γ/γ' -мисфита. По-видимому, это объясняется преимущественным растворением рения, молибдена и рутения в γ -твёрдом растворе. Поскольку атомные радиусы этих элементов больше, чем у никеля, то их синергическое действие приводит к увеличению периода кристаллической решётки γ -твердого раствора в значительно большей степени, чем γ' -фазы, и тем самым вызывает повышение γ/γ' -мисфита. Его значение для разрабатываемого сплава V поколения превышает значения, характерные для монокристаллических жаропрочных сплавов III поколения (0.15 % $\leq \Delta a \leq 0.25$ %).



Рисунок 43 – Рентгеновская дифрактограмма монокристалла <001> сплава ВЖМ8 после полного цикла термической обработки: разделение суммарного γ/γ' рентгеновского рефлекса 222 FeK_α на фазовые синглеты от γ'- и γ-фаз

Наряду с γ/γ' -мисфитом повышается также и объемная доля γ' -фазы в структуре монокристаллов сплава с 69,6 до 79,3 % (таблица 23). Следует отметить, что результаты, полученные методом РСА, справедливы только до температуры начала растворения γ' -фазы, которая в литейных жаропрочных сплавах составляет не более 850 °C.

В результате полного цикла термической обработки изменились физикохимические характеристики сплава ВЖМ8, в частности значительно повысилась температура солидус с 1349 °C (в состоянии после литья) до 1377 °C (в состоянии после ПТО) (таблица 19, рисунок 41).

Известно, что коэффициент диффузии *D* и температура плавления (солидус) металлов связаны соотношением [19, 193]:

$$D = D_0 \exp(-\frac{A}{T_{\text{гом}}}), \tag{17}$$

где $T_{\text{гом.}} = T/T_{\text{S}}$ – гомологическая температура, T – температура, T_{S} – температура солидус, A – const.

Из (17) следует, что сплавы с более высокой температурой солидус (при прочих равных условиях) имеют более низкую гомологическую температуру и, соответственно, скорость диффузии атомов элементов в таком сплаве будет меньше. Следовательно, повышенная в результате термической обработки температура солидус окажет положительное влияние на высокотемпературные характеристики длительной прочности сплава ВЖМ8.

5.2 Оценка длительной прочности монокристаллов экспериментальной композиции сконструированного сплава

Для оценки уровня длительной прочности и температурной работоспособности проведены испытания на длительную прочность растяжением в интервале температур от 900 до 1100 °С термически обработанных (режим ТГ-3) монокристаллических образцов сконструированного сплава ВЖМ8 с КГО <001>. Результаты этих испытаний приведены в таблице 26. В условиях

каждого режима испытаний (T = const, σ = const) рассчитаны средние значения долговечности $\bar{\tau}$ (время до разрушения) и длительной пластичности $\bar{\delta}$ и в соответствии с методикой, приведенной в работе [144], выполнена оценка дисперсии полученных экспериментальных данных S²(lg τ_p) и S²(lg δ).

Таблица 26 – Результаты испытаний на длительную прочность растяжением монокристаллических образцов сплава ВЖМ8 с КГО <001>. Оценка дисперсии результатов испытаний

Номер	Усл испь	ювие ітания	Резул испыт	іьтат Гания	Дисперсия результатов испытания					
образца	<i>T</i> , °C	σ, МПа	<i>τ</i> _р , ч	δ, %	$ar{ au},$ ч	$S^2(\lg \tau)$	$\overline{\delta},$ ч	$S^2(\lg\delta)$		
1		590	146,5	32	154.0	0.0000	21.0	0.0004		
2		309	161,5	30	134,0	0,0009	51,0	0,0004		
3	000	471	461	33	421.0	0.0019	27.0	0.0045		
4	900	7/1	401	41	431,0	0,0018	57,0	0,0043		
5		432	473	34	580.0	0.0122	11 5	0.0127		
6		432	687	49	380,0	0,0155	41,3	0,0127		
7		314	97	22	101,3	0.0007	<u> </u>	0.0206		
8			105,5	35		0,0007	28,3	0,0200		
9	1000	236	401	41	430,5	0.0018	38 5	0.0016		
10	1000	230	460	36		0,0018	38,3	0,0010		
11		216	911	56	874 5	0.0007	66.0	0.0088		
12		210	838	76	074,5	0,0007	00,0	0,0088		
13		177	51,5	30	116.5	0 1628	25 5	0.0121		
14		1//	181,5	21	110,5	0,1028	25,5	0,0121		
15	1100	147 -	392	23	221.2	0.0121	25.0	0.0024		
16	1100		270,5	27	551,5	0,0131	23,0	0,0024		
17			1151	22	11845	0.0003	21.5	0.0002		
18		137	1218	21	1184,5	0,0005	21,J	0,0002		

По данным таблицы 26 дисперсия результатов зависит от температуры испытаний. Рост напряжения и уменьшение долговечности при относительно низкой температуре 900 °C приводит к снижению дисперсии, при высокой температуре 1100 °C – к повышению дисперсии.

Обработку полученных результатов испытаний для оценки пределов длительной прочности разрабатываемого сплава ВЖМ8 на базах 100 и 1000 ч при температурах 900, 1000 и 1100 °С выполняли с использованием параметрического уравнения Ларсона-Миллера [144]:

$$P = T \cdot (20 + \lg \tau_{\rm p}), \tag{18}$$

где τ_p – время до разрушения при заданных напряжении σ , МПа и температуре испытаний *T*, К.

На рисунке 44 в координатах $\sigma = f(P)$ представлена рассчитанная параметрическая зависимость Ларсона-Миллера для длительной прочности ВЖМ8 образцов сплава (экспериментальные треугольные точки И аппроксимирующая их кривая 1 на рисунке 44), построенная по результатам испытаний на длительную прочность при различных напряжений в интервале температур 900-1100 °С и долговечностей (время до разрушения) от 51,5 до 1218 ч. Там же для сравнения приведены аналогичные зависимости для значений длительной прочности по данным компьютерного конструирования (круглые точки на рисунке 44) и длительной прочности монокристаллов с КГО <001> ренийсодержащего сплава ЖС32 и рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ4, построенные по данным работы [194].

С использованием полученной по программе Microsoft Excel аналитической зависимости $\sigma = f(P)$ рассчитаны, оценочно, средние значения длительной прочности разрабатываемого сплава ВЖМ8, которые приведены ниже: $\sigma_{100}^{900} = 585$ МПа, $\sigma_{1000}^{900} = 410$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 300$ МПа, $\sigma_{1000}^{1000} = 205$ МПа, $\sigma_{1000}^{1100} = 180$ МПа, $\sigma_{1000}^{1100} = 140$ МПа.



Рисунок 44 – Параметрические зависимости длительной прочности для экспериментального состава сплава ВЖМ8 (1), серийных сплавов ЖС32 (2) и ВЖМ4 (3) и данных компьютерного конструирования ($\sigma_{100}^{900} = 526,7$ МПа (4), $\sigma_{100}^{1000} = 319,7$ МПа (5), $\sigma_{1000}^{1000} = 225,3$ МПа (6) и $\sigma_{1000}^{1100} = 141,3$ МПа (7))

Таким образом, полученные на основе экспериментальных данных оценочные значения пределов длительной прочности на базах 100 и 1000 ч при температурах 1000 и 1100 °C близки к заданным условиями конструирования И прогнозируемым при компьютерном конструировании нового сплава характеристикам соответственно $\sigma_{100}^{1000} = 319,7$ МПа и $\sigma_{1000}^{1100} = 141,3$ МПа. По полученным длительной прочности сплав ВЖМ8 оценкам превосходит промышленно освоенные монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы ЖС32 (линия 2 на рисунке 44) и ВЖМ4 (линия 3 на рисунке 44), что особенно 1000-1100 температурах °C, проявляется при повышенных которым соответствует параметр P > 29.

В зависимости от прилагаемого напряжения получены (таблица 26) экспериментальные значения длительной пластичности в интервалах от 30 до 49 % при T = 900 °C, от 22 до 76 % при T = 1000 °C, от 21 до 30 % при T = 1100 °C.

121

Высокие для монокристаллов ЖНС значения длительной пластичности позволяют предположить, что в структуре разрабатываемого сплава либо полностью отсутствуют хрупкие ТПУ фазы, либо их объемная доля низкая и не оказывает значимого влияния на пластические свойства. Эти результаты хорошо согласуются с экспериментальными данными работы [105], согласно которым <001> монокристаллические образцы высокорениевого (9,3 % мас. Re) сплава ВЖМ1 в процессе длительных испытаний при температурах 1000 и 1100 °C показали достаточно высокую длительную пластичность (20–30 %) несмотря на значительную объемную долю хрупких частиц ТПУ фаз (см. раздел 5.3).

5.3 Структурные превращения в монокристаллах сконструированного сплава при высокотемпературных испытаниях на длительную прочность

Методом РЭМ проведены исследования по оценке структурно-фазового состояния монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> после длительных испытаний при температурах 900, 1000 и 1100 °С (рисунки 45–47).

В рабочей части монокристаллических образцов наблюдается рафтструктура γ'-фазы, характерная для монокристаллов ЖНС с КГО <001>, подвергшихся воздействию постоянного напряжения при высоких температурах. Наибольшие изменения микроструктуры в процессе ползучести наблюдаются в объёме материала вблизи зоны разрушения. Здесь рафт-структура претерпевает топологическую инверсию, т.е. сращивающиеся в процессе ползучести пластины γ'-фазы образуют односвязную матрицу, а ранее односвязный матричный у-твёрдый раствор – изолированные друг от друга прослойки.

В структуре образцов сплава после всех указанных испытаний присутствует в небольшом количестве выделения ТПУ фазы пластинчатой морфологии. По данным ЭЗМА ТПУ фаза в сплаве ВЖМ8 обогащена γ-упрочняющими элементами Re, Ru, Mo и имеет приблизительно следующий состав (в % мас.): 15,2Ni–51Re–19,4Ru–5,2Mo–3,1W–1,9Cr–0,4A1. Наличие Та в ТПУ фазе не установлено.



Рисунок 45 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ8 после испытаний на длительную прочность при температуре 900 °С и $\sigma = 432$ МПа, $\tau = 687$ ч, $\delta = 49$ %: *а* – рабочая часть образца в зоне разрыва; δ – топологическая инверсия γ/γ' -микроструктуры в зоне разрыва; ϵ – рафт структура ү'-фазы в средней рабочей части образца; г – пластинчатые выделения

X20,000

1µm

г

3861

20kV

10 44 SEI

3865 10 44 SEI

20kV

X10,000

1µm

в

ТПУ фазы



Рисунок 46 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ8 после испытаний на длительную прочность при температуре 1000 °C и σ = 216 МПа, τ = 838 ч, δ = 76 %: *a* – рабочая часть образца в зоне разрыва; *б* – топологическая инверсия γ/γ'-микроструктуры в зоне разрыва; *в* – рафт структура γ'-фазы в средней рабочей части образца; *г* – пластинчатые выделения ТПУ фазы

X5,000

3977

5µm

г

10 44 SEI

20kV

3976 10 44 SEI

20kV

X5,000

5µm

в





Рисунок 47 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ8 после испытаний на длительную прочность при температуре 1100 °C и σ = 137 МПа, τ = 1151 ч, δ = 22 %: *a* – рабочая часть образца в зоне разрыва; *б* – топологическая инверсия γ/γ'-микроструктуры в зоне разрыва; *в* – рафт структура γ'-фазы в средней рабочей части образца; *г* – пластинчатые выделения ТПУ фазы

Таким образом, полученные результаты позволяют заключить, что разрабатываемый сплав ВЖМ8 обладает приемлемой фазовой стабильностью.

В результате проведенных исследований разработаны:

- режимы термической обработки и ГИП монокристаллических отливок из сплава ВЖМ8 и выпущена технологическая рекомендация ТР 1.2.2367-2014

«Термообработка, совмещенная с ГИП, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из высокожаропрочного никелевого сплава ВЖМ8»;

- технологические параметры выплавки¹⁰ литых прутковых (шихтовых) заготовок сплава ВЖМ8 в вакуумно-индукционных печах;

- технологические параметры литья¹¹ методом направленной кристаллизации на установках типа УВНК-9А монокристаллических заготовок образцов из сплава ВЖМ8 с заданной КГО.

Данная научно-техническая документация является руководством по проведению выплавки жаропрочного никелевого сплава ВЖМ8, отливки из него заготовок образцов и рабочих лопаток и их термической обработки, совмещенной с ГИП, для проведения исследований и применения в авиационных газотурбинных двигателях, в том числе в перспективном вертолетном двигателе ВК-2500П.

Кроме того, выпущен «Атлас эталонных структур сплава ВЖМ8», содержащий результаты исследований микроструктуры сплава ВЖМ8 на различных стадиях технологических процесса получения и термообработки монокристаллических отливок с КГО <001>, в том числе после литья, ГИП, гомогенизирующего отжига и старения.

По результатам проведенных исследований оформлена заявка на охранноспособное техническое решение (ОТР) № 2009122908 от 16.06.2009 г. на предложенный состав сплава и получен патент Российской Федерации № 2402624 «Жаропрочный сплав на основе никеля».

¹⁰ Разработку технологии выплавки сплава выполнил А.В. Горюнов (ВИАМ)

¹¹ Разработку технологических режимов литья методом направленной кристаллизации выполнила к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ)

5.4 Исследование физико-механических свойств монокристаллов из жаропрочного никелевого сплава ВЖМ8 с заданной КГО

С целью проведения исследований в соответствии с СТО 1-595-30-407-2012 (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ) «Паспортизация материалов для изделий авиационной И специальной техники» разработана программа паспортизации нового рений-рутений содержащего сплава ВЖМ8. Программа включает проведение механических испытаний монокристаллических образцов сплава с КГО <001> на растяжение при температурах 20, 700, 800, 900, 1000, 1100 и 1200 °C с определением модуля упругости, предела прочности, предела текучести (0,2 %), относительного удлинения и сужения; длительную прочность и ползучесть при 900, 1000, 1100 и 1170 °C с определением пределов длительной прочности и ползучести на базах 10, 100, 500 и 1000 ч; многоцикловую усталость («чистый изгиб с вращением», R = -1) при 20 и 1000 °C на базе $N = 2 \cdot 10^7$ циклов; малоцикловую усталость по «жесткому» циклу нагружения при 500 и 850 °С на базе $N = 1.10^4$ циклов; определение теплофизических свойств в интервале 20–1200 °C, жаростойкости при 1100 °C и коррозионной стойкости при 850 °C.

Монокристаллические турбинные лопатки из жаропрочных никелевых сплавов выращивают таким образом, чтобы их продольная ось совпадала с кристаллографическим направлением монокристалла <001> [195]. В результате механические свойства при растяжении, длительная статическая и циклическая прочности монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов, из которых турбинные изготавливают лопатки, существенно зависят ОТ кристаллографических направлений, вдоль которых эти свойства определяются [52]. Анизотропия этих характеристик учитывается при расчетах конструкционной прочности монокристаллических лопаток при ресурсном проектировании газовых турбин [196]. Для некоторых монокристаллических никелевых сплавов изучено влияние кристаллографической жаропрочных ориентации на упругие свойства, характеристики кратковременной и длительной прочности, малоцикловую и многоцикловую усталость, а также температурную зависимость этих свойств монокристаллов [52, 86, 197–201]. Поэтому в данной работе наряду с исследованиями (паспортизацией) разрабатываемого нового монокристаллического сплава V поколения ВЖМ8 с КГО <001> также проведены экспериментальные исследования температурной и ориентационной зависимости статического модуля упругости, кратковременных свойств (пределов прочности и текучести, относительных удлинения и сужения) и длительной прочности монокристаллов этого сплава с ориентациями <011> и <111> [187].

В вакуумно-индукционной печи ИСВ-016 проведена выплавка и изготовлены две опытно-промышленные партии (плавки № 72 и № 24) нового рений-рутений содержащего сплава ВЖМ8 выбранного (паспортного) состава в количестве 250 кг для последующей паспортизации сплава. Исследован химический состав плавок сплава. Установлено, что материал плавки по содержанию основных легирующих соответствует расчетному составу (таблица 21). Содержание примесей серы и газов в плавках сплава не превышает (в % мас.) [S] = 0,0007, [O] = 0,001, [N] = 0,0007 и соответствует требованиям по чистоте, предъявляемым к монокристаллическим ЖНС [121].

Из опытно-промышленной партии сплава ВЖМ8 на промышленной установке для направленной кристаллизации УВНК-9А проведена отливка¹² партий монокристаллических заготовок образцов (цилиндры диаметром 15 мм и длиной 185 мм) с аксиальными кристаллографическими ориентировками (КГО) <001>, <011> и <111>.

В результате исследования¹³ методом рентгеноструктурного анализа изготовленные заготовки образцов сплава с монокристаллической структурой с отклонениями КГО <001>, <011> и <111> от продольной оси заготовок более 10 град. были отбракованы, остальные признаны годными для дальнейших исследований и испытаний.

В соответствии с разработанной технологической рекомендацией ТР 1.2.2367-2014 проведены ГИП и термическая обработка полученных партий заготовок образцов с монокристаллической структурой из сплава ВЖМ8, из

128

¹² Отливка монокристаллических заготовок образцов из сплава ВЖМ8 выполнена под руководством к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ)

¹³ Рентгеноструктурный анализ выполнен к.т.н. Н.А. Кузьминой (ВИАМ)

которых затем были изготовлены образцы для определения характеристик кратковременной и длительной прочности, многоцикловой и малоцикловой усталости, ползучести, и теплофизических свойств, жаростойкости и коррозионной стойкости.

*Механические свойства при растяжении*¹⁴. В таблице 27 приведены экспериментальные значения статического модуля упругости в интервале температур 20-1000 °C сплава ВЖМ8. Видно, что с повышением температуры модуль упругости снижается независимо от КГО. Наибольшим модулем КГО <111>. обладают монокристаллы с упругости а наименьшим – монокристаллы с КГО <001>. Промежуточные значения модуля упругости характерны для монокристаллов с КГО <011>. Полученные значения модуля упругости монокристаллов разрабатываемого сплава V поколения ВЖМ8 близки к таковым для монокристаллов сплава IV поколения ВЖМ4 [86] и являются типичными для монокристаллов других известных жаропрочных [52]. сплавов различных систем легирования Существенная никелевых анизотропия модуля упругости монокристаллов этих сплавов сохраняется во всех исследованных температурных интервалах.

Таблица 27 – Значения модулей упругости монокристаллов сплава ВЖМ8 в интервале температур 20–1000 °C

КГО	Модуль упругости <i>Е</i> , ГПа, при температуре, °С									
KI U	20	700	800	900	1000					
<001>	130	113	102	95	82					
<011>	235	194	177	161	137					
<111>	300	260	250	238	205					

Полученные экспериментальные результаты испытаний образцов на растяжение были обработаны с определением средних значений характеристик

¹⁴ Испытания на растяжение проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)

кратковременной прочности (*E*, σ_{B} , $\sigma_{0,2}$, δ , ψ) монокристаллов сплава ВЖМ8 трёх аксиальных КГО <001>, <011> и <111>, которые приведены на рисунке 48 и в таблице 28.

Как следует из данных рисунка 48, пределы прочности $\sigma_{\rm B}$ и текучести $\sigma_{0.2}$ ВЖМ8 монокристаллов сплава имеют типичную для монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов температурную зависимость. В интервале 20-600 °С монокристаллы с КГО <001> и <011> характеризуются слабо убывающей температурной зависимостью пределов прочности и текучести, а при 800 °С они достигают максимума. При дальнейшем повышении температуры прочность монокристаллов снижается. Для монокристаллов с КГО <111> характерно монотонное снижение пределов прочности и текучести во всем исследованном температурном интервале. При этом в области температур 20-800 °С их пределы прочности и текучести выше, чем монокристаллов с КГО <001> и <011>, т. е. имеет место значительная анизотропия характеристик кратковременной прочности. При более высоких температурах анизотропия кратковременной прочности практически вырождается и прочность для всех ориентаций монокристаллов сплава ВЖМ8 выше 1000°С становится примерно одинаковой.



Рисунок 48 – Температурно-ориентационные зависимости предела прочности $\sigma_{\rm B}(\bullet)$ и предела текучести $\sigma_{0,2}(\blacktriangle)$ монокристаллов сплава ВЖМ8 с ориентациями <001>(a), <011>(b) и <111>(b)

В таблице 28 представлены паспортные значения характеристик кратковременной прочности монокристаллов с КГО <001> сплава ВЖМ8 при различных температурах.

Таблица 28 – Механические свойства сплава ВЖМ8 с КГО <001> (средние значения)

Температура	Ε,	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	δ_5	Ψ		
испытания, °С	ГПа	МІ	Ia	%			
20	130	940	1320	16,0	17,0		
700	113	1095	1250	6,0	10,0		
800	102	1150	1300	6,0	8,5		
900	95	1080	1120	26,0	22,0		
1000	82	810	870	39,0	47,0		
1100	_	530	590	41,0	68,0		
1200	_	210	240	45,0	89,0		

В таблице 29 для сравнения приведены пределы текучести $\sigma_{0,2}$ и прочности σ_{B} монокристаллов с ориентацией <001> исследованного сплава ВЖМ8 и других жаропрочных никелевых сплавов II–V поколений. Представленные в таблице 29 результаты свидетельствуют о преимуществе сплава ВЖМ8 по пределу текучести во всем исследованном интервале температур 20–1200 °C, которое достигнуто в основном благодаря совместному легированию рением и рутением.

Сплав				Z	Каракте	ристик	а кратк	овреме	нной пј	рочност	ги, МПа	а, при т	емпера	туре, °С	2			
литературный	2	0	7()0	75	50	80)0	9()0	10	00	11	00	11	50	12	00
источник	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	σ _{0,2}	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	σ _{0,2}	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	σ _{0,2}	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	σ _{0,2}	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$	σ _{0,2}	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}$
ВЖМ8, настоящая работа	940	1320	1095	1250	1120	1280	1150	1300	1080	1120	810	870	530	590	_	_	210	240
ЖС36 [52, 194]	930	1060	940	1180	_	_		_	920	990	670	840	485	590	370	430	_	—
ЖС32 [194]	985	1290	965	1190	_	_	1025	1285	850	1055	610	740	390	440	245	275	_	_
CMSX-4 [202]	940	940	1000	1100	1050	1140	1090	1165	850	960	650	765	390	500	250	330	145	170
ВЖМ1 [194]	945	1190	945	1235			1030	1290	1040	1060	705	760	520	550	395	420	_	_
ВЖМ4 [86, 194]	865	1220	860	1270	850	1240	870	1240	840	1020	705	725	390	430	260	300	160	210
MC-NG [91]	920	_	_	_	_	_	_	_	_	_	575	_	830	_	_	_	_	_
EPM-102 (MX4, PWA1497) [23]	_	_	_	_	890	1175			Ι	_	580	835	410	560	_			_
TMS-138A [203]	Ι	Ι	Ι		868	1241	_	_	_		_	Ι	_	_	_	_	_	—
TMS-196 [26, 203]	_	—	_	_	935	1353		_	_	_	758	1001	370	539	_	_	_	_
TMS-238 [203]	_	_	_	_	1041	1348	_	_	_	_	_	_	_		_	_	_	_

Таблица 29 – Значения характеристик кратковременной прочности монокристаллов с КГО <001> жаропрочных никелевых ренийсодержащих и рений-рутенийсодержащих сплавов

Следует отметить и на это было обращено внимание в главе 1 (литературный обзор), что в интервале 20–750 °С монокристаллы сплавов IV поколения (MC-NG, TMS-138A, EPM-102, BЖM4), легированные 3–4 % (мас.) Ru и 4–6 % (мас.) Re, имеют по сравнению с монокристаллами, легированными рением и не содержащими рутений, более низкий предел текучести при более высоком пределе прочности. Однако увеличение содержания рутения в сплавах V поколения до 5–6 % (мас.) привело к повышению предела текучести при низких температурах (T < 800 °C). Наиболее сильно этот эффект проявился в сплаве V поколения BЖM8, содержащем 6 % (мас.) Ru.

На рисунке 49 приведены температурные зависимости относительного удлинения при растяжении монокристаллов сплава ВЖМ8 трех КГО.



Рисунок 49 – Температурно-ориентационные зависимости относительного удлинения δ монокристаллов сплава ВЖМ8 с ориентациями <001> (●), <011> (▲) и <111> (■)

Согласно полученным данным (рисунок 49) существенной анизотропии удлинения при растяжении монокристаллов сплава ВЖМ8 в интервале 20–800 °С не наблюдается. С повышением температуры испытаний с 20 до 800–900 °С эта характеристика пластичности независимо от КГО монокристаллов уменьшается до минимальных значений при 800 °C для КГО <001> и <011> и при 900 °C для КГО <111>. При дальнейшем повышении температуры наблюдается существенное повышение относительного удлинения и его анизотропия. Подобный «провал» пластичности типичен для всех литейных жаропрочных равноосной, никелевых сплавов не только но И монокристаллической кристаллизации с той лишь разницей, что величина минимальной пластичности и температура ее достижения различны для сплавов разных систем легирования и кристаллографической ориентировки [52].

Длительная прочность¹⁵. Испытания для определения характеристик длительной прочности монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111> проводили при температурах 900, 1000, 1100 и 1170 °C на базах до 1000 ч, приближенных к условиям эксплуатации рабочих лопаток ТВД перспективных авиационных двигателей.

На рисунке 50 экспериментальными точками представлены полученные результаты испытаний монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> в виде зависимостей времени до разрушения τ_p от приложенного растягивающего напряжения σ при каждой температуре испытания соответственно 900, 1000, 1100 и 1170 °C.

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по регрессионным уравнениям типа (7) средних значений пределов длительной прочности σ_{τ}^{T} монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> за 100, 500 и 1000 ч при температурах 900, 1000, 1100 и 1170 °C, представленные в таблице 30. Эти значения были использованы для построения кривых длительной прочности, показанные на рисунке 50. Из сравнения этих данных для монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> с аналогичными характеристиками монокристаллов ЖНС I–V поколений (таблица 31, рисунок 51) следует, что сплав ВЖМ8 по уровню длительной прочности в интервале температур 900–1100 °C превосходит жаропрочные сплавы I–IV поколений и практически не уступает известным рений-рутенийсодержащим жаропрочным сплавам V поколения.

135

¹⁵ Испытания на длительную прочность проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)



Рисунок 50 – Кривые средних значений длительной прочности для монокристаллов с КГО <001> сплава ВЖМ8 при температурах 900 (1), 1000 (2),

1100 (3), 1170 °С (4) (точками показаны экспериментальные данные)

В таблице 30 также приведены средние значения пределов длительной прочности σ_{τ}^{T} для монокристаллов сплава ВЖМ8 двух других аксиальных кристаллографических ориентаций <011> и <111>, полученные в результате обработки результатов испытаний этих монокристаллов при температурах 900, 1000 и 1100 °C с применением регрессионных уравнений типа (7). Для оценки анизотропии длительной прочности монокристаллов сплава ВЖМ8 использовали коэффициенты анизотропии $K_{\tau}^{<hkl>}$, которые рассчитывали по формуле [204]:

$$K_{\tau}^{\langle hkl \rangle} = \frac{\sigma_{\tau}^{\langle hkl \rangle}}{\sigma_{\tau}^{\langle 00 \rangle}}, \qquad (19)$$

где $\sigma_{\tau}^{<hkl>}$, $\sigma_{\tau}^{<00\flat}$ – пределы длительной прочности монокристалла с ориентацией растягивающей силы соответственно в направлениях <hkl> и <001> за время τ .

136

Рассчитанные по формуле (19) температурно-временные зависимости коэффициентов анизотропии $K_{\tau}^{<01b}$ и $K_{\tau}^{<11b}$ монокристаллов сплава ВЖМ8 также представлены в таблице 30. Видно, что коэффициенты анизотропии являются немонотонными функциями температуры с максимумами. При температурах 900, 1000 и 1170 °C длительная прочность монокристаллов сплава ВЖМ8 с ориентацией <011> меньше, чем у монокристаллов с ориентацией <001> и $K_{100}^{<01b} < 1$. Однако при температуре 1100 °C коэффициенты анизотропии $K_{100}^{<01b} > 1$, $K_{500}^{<01b}$ и $K_{1000}^{<01b}$ равны примерно 1, т.е. монокристаллы с ориентацией <011> разупрочняются медленнее в процессе длительных испытаний при высоких температурах и их жаропрочность равна или выше, чем у монокристаллов с ориентацией <001>. Наибольшую длительную прочность имеют монокристаллы с ориентацией <001>. Наибольшую длительную прочность имеют монокристаллы с плава ВЖМ8 с ориентацией <111> и значения $K_{\tau}^{<11b}$ характеризуют максимальную степень анизотропии длительной прочности в интервале температур 900–1170 °C и долговечностей до 1000 ч.

T °C	σ	$\frac{\langle hkl \rangle}{100}$, MI	Та	U ^<01⊳	U <01 b		$\sigma^{<\mathit{hkl}>}_{500}$, MПa			<i>V</i> <011>		$\sigma_{1000}^{< hkl>}$, МПа			
<i>I</i> , C	<001>	<011>	<111>	Λ_{100}	$K_{100}^{<11\triangleright}$	<001>	<011>	<111>	N ₅₀₀	$K_{500}^{<11\text{I>}}$	<001>	<011>	<111>	$K_{1000}^{<01arepsilon}$	$K_{1000}^{<11\triangleright}$
900	580	435	640	0,75	1,10	435	385	435	0,95	0,96	380	360	365	0,95	0,96
1000	320	300	415	0,94	1,30	230	250	265	1,10	1,10	200	220	220	1,10	1,10
1100	185	200	215	1,08	1,16	150	150	180	0,96	1,11	140	130	150	0,96	1,11
1170	110	100	120	0,91	1,09	90	75	95	0,83	1,06	75	65	90	0,87	1,2

Таблица 30 – Длительная прочность (средние значения) и коэффициенты анизотропии длительной прочности монокристаллов жаропрочного сплава ВЖМ8

Таблица 31 – Длительная прочность (средние значения) монокристаллов с КГО <001> жаропрочных никелевых сплавов [187]

Сплав	Содер элеме % (м	жание ентов, иас.)	σ ₁₀₀ /σ ₁₀₀₀ , МПа при температуре, °С						
	Re	Ru	900	1000	1100				
ЖС30М	_	_	420/290	215/145	120/79				
ЖС32	4,0	_	475/330	240/155	120/75				
ЖС36	2,0	_	476/343	250/157	137/83				
CMSX-4	3,0	_	520/360	260/165	140/-				
ВЖМ1	9,3	_	585/450	330/215	165/95				
CMSX-10	6,0	_	530/400	290/185	150/-				
ВЖМ4	6,0	4,0	575/410	305/200	170/120				
MC-NG	4,0	4,0	475/360	275/190	145/95				
EPM-102	5,95	3,0	503/385	325/200	160/97				
TMS-162	4,9	6,0	565/425	320/230	180/130				
TMS-196	6,4	5,0	590/430	320/200	180/135				





Ползучесть¹⁶. Испытания монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111> по определению времени накопления деформации ползучести $\varepsilon = 0.5$ % и $\varepsilon = 1$ % проводили при температурах 900 и 1000 °C на базах до 500 ч.

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по регрессионным уравнениям типа (7) средних значений пределов ползучести $\sigma_{\varepsilon/\tau}^{T}$ монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111> за 10, 100 и 500 ч при температурах 900 и 1000 °C, представленных в таблице 32. Из сравнения этих данных следует, что монокристаллы с КГО <111> оказывают наибольшее сопротивление ползучести при всех температурах и базах испытаний.

Таблица 32 – Пределы ползучести (средние значения) монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111>

		Предел по	олзучести σ_0	т _{0,5/τ} , МПа,	Предел ползучести $\sigma_{1,0/\tau}^{\mathrm{T}}$, МПа,				
т∘С	τ 11	монокри	исталлов с з	аданной	монокристаллов с заданной				
1, C	ι, 1		КГО		КГО				
		<001>	<011>	<111>	<001>	<011>	<111>		
	10	640	590	635	690	620	675		
900	100	490	410	505	510	420	520		
	500	390	340	395	400	360	420		
	10	360	360	310	400	385	420		
1000	100	240	255	280	270	280	305		
	500	170	170	210	210	205	235		

*Многоцикловая и малоцикловая усталость*¹⁷. Испытания монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111> на МЦУ (база N = $1 \cdot 10^4$ циклов) проводили при температурах 500 и 850 °C, испытания на МнЦУ (база N = $2 \cdot 10^7$ циклов) – при температурах 20 и 1000 °C.

¹⁶ Испытания на ползучесть проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)

¹⁷ Испытания на многоцикловую и малоцикловую усталость проведены под руководством к.т.н. М.А. Горбовца (ВИАМ)

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по уравнениям типа (8) и (9) пределов ограниченной выносливости монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111>, представленных в таблице 33. Из сравнения этих данных следует, что на базе N = $1 \cdot 10^4$ циклов при температурах 500 и 850 °C наиболее предпочтительной КГО, оказывающей повышенное сопротивление усталости, является ориентация <001>. Напротив, на базе N = $2 \cdot 10^7$ циклов при температурах 20 и 1000 °C наиболее предпочтительной КГО, оказывающей сопротивление усталости, является ориентация <111>.

Таблица 33 – Пределы ограниченной выносливости сплава ВЖМ8

Наименование характеристики	<i>T</i> , ℃	Значение характеристики при заданной КГО				
		<001>	<011>	<111>		
Предел ограниченной выносливости на	500	1,3	0,90	0,70		
базе N = 1.10° циклов при R = 0 и f = 0,5 Гц, $\Delta \varepsilon$, %	850	1,3	0,66	0,44		
Предел ограниченной выносливости на	20	500	440	550		
базе N = 2·10 [°] циклов при R = -1 и f = 50 Гц, σ_{-1} , МПа	1000	380	380	460		

По результатам представленных исследований сплав ВЖМ8 внесен в перечень-ограничитель ПО 2-2011 «Жаропрочные и жаростойкие стали и сплавы, рекомендуемые для применения в изделиях авиационной техники» в качестве перспективного литейного сплава для рабочих лопаток.

5.5 Технологическое опробование сплава ВЖМ8 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного вертолетного двигателя

Опробование технологии монокристального литья рабочих лопаток из нового жаропрочного сплава ВЖМ8 выполнено с использованием неохлаждаемых рабочих лопаток ТВД конструкции АО «ОДК-Климов» для перспективного вертолетного двигателя ВК-2500П.

Из опытно-промышленной партии сплава ВЖМ8 изготовлена¹⁸ партия из 66 монокристаллических отливок рабочих лопаток с КГО <001> (2 блока по 33 отливки лопатки) на промышленной установке УВНК-9А. Блок состоял из 11 секций (рисунок 52а), каждая из которых состояла из 3 отливок лопаток, расположенных вертикально друг на другом (3-х ярусный блок). Для зарождения монокристаллической структуры с КГО <001> внизу каждой секции располагали специальные затравочные монокристаллы (затравки) из сплава Ni–W, которые помещали в затравочные полости литейных керамических форм. На рисунке 526 представлена полученная монокристаллическая отливка рабочей лопатки, расположенная около затравки.

Выход годного по монокристаллической структуре полученных отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ8 определяли по результатам визуального анализа их макроструктуры и экспериментального определения КГО.

По результатам исследования макроструктуры в 6 отливках лопаток были обнаружены ростовые дефекты типа «блочность» и они были отбракованы. Ростовых дефектов типа «струйная ликвация» (freckles), а также «прострелов», рекристаллизованных равноосных зерен и других ростовых дефектов не обнаружено.

¹⁸ Изготовление и исследование макроструктуры монокристаллических отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ8 выполнено под руководством Г.А. Остроуховой (ВИАМ)



Рисунок 52 – Блок монокристаллических отливок рабочих лопаток (*a*) и вид монокристаллической отливки лопатки из сплава ВЖМ8 (*б*)

Методом РСА определяли¹⁹ КГО монокристаллов материала лопаток, используя поперечные сечения стартовых конусообразных оснований секций отливок рабочих лопаток. Установлено, что все отливки рабочих лопаток (кроме секции № 3) имеют монокристаллическую структуру с отклонением от КГО <001> не более 10 град (таблица 34).

Таблица 34 – Кристаллографическая ориентация монокристаллических отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ8

Номер секции лопаток	Количество лопаток с монокрист. структурой, шт	Отклонение от направления <001>, град	Номер секции лопаток	Количество лопаток с монокрист. структурой, шт	Отклонение от направления <001>, град
1	3	6,3	12	3	1,1
2	3	2,1	13	2	1,4
3	2	10,5	14	2	0,9
4	3	1,7	15	3	1,1

¹⁹ Рентгеноструктурный анализ выполнен к.т.н. Н.А. Кузьминой (ВИАМ)

5	3	3,2	16	3	1,1
6	3	5,6	17	3	1,4
7	2	2,3	18	3	1,3
8	3	4,9	19	2	1,1
9	2	7,6	20	3	1,4
10	3	1,8	21	3	0,9
11	3	1,0	22	3	1,1

Продолжение таблицы 34

Таким образом, по результатам исследования макроструктуры И определения КГО общее число забракованных лопаток составило 8 штук и выход монокристаллической структуре рабочих годного по отливок лопаток составил 88 %.

Микроструктура монокристаллических отливок рабочих лопаток после литья исследована методом РЭМ и количественной оптической металлографии.

На рисунке 53 представлена микроструктура поперечного сечения пера лопатки. В состоянии после литья отливки рабочих лопаток имели типичную для сплава ВЖМ8 микроструктуру (см. раздел 5.1). Параметр дендритной ячейки составляет 250–280 мкм. В междендритных областях залегают выделения эвтектических (γ + γ') фаз (рисунок 53 δ). Размер и форма частиц γ' -фазы существенно различаются в осях дендритов и междендритных областях, в последних частицы γ' -фазы в 8–12 раз крупнее, чем в осях дендритов и имеют менее строгую огранку (рисунки 53s и 53r). Объемная доля литейных микропор, исследованная в пере и замке отливок лопаток, не превышает 0,09 %, что значительно ниже общепринятых требований по пористости (0,5 объем. %) в отливках из монокристаллических ЖНС.




Технологическое опробование показало отсутствие ростовых дефектов (за исключением «блочности») и высокий выход годного по монокристаллической структуре с КГО <001> с отклонением не более 10 град при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного вертолетного двигателя из сплава ВЖМ8.

5.6 Выводы

1. С помощью метода компьютерного конструирования и на основе результатов комплексных исследований разработан новый монокристаллический жаропрочный рений-рутенийсодержащий никелевый сплав V поколения ВЖМ8 для производства монокристаллических рабочих лопаток ТВД, работающих длительно до температуры до 1170 °C и кратковременно до 1200 °C. Сплав обладает длительной прочностью при температуре 1100 °C σ_{1000}^{1100} =140 МПа (среднее значение), что превосходит сплавы-аналоги ЖС32 в 1,5–2,0 раза и ВЖМ4 на 9–17 %;

2. Разработан специальный режим термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок из нового жаропрочного никелевого рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ8, обеспечивающий снижение ликвационной химической неоднородности (коэффициент ликвации рения $K_{Re} = -1,3$), формирование в осях дендритов и междендритных областях кубоидных частиц γ' -фазы заданного размера (~0,3 мкм) и низкую объемную долю пор (не более 0,01 %);

3. Высокая жаропрочность сплава ВЖМ8 получена вследствие достижения заданных при компьютерном конструировании физико-химических свойств и структурно-фазовых характеристик. После полного цикла термической обработки по разработанному режиму объемная доля дисперсных частиц γ'-фазы составила 79,3 %, температура солидус – 1377 °C, γ/γ'-мисфит – 0,55–0,65 %;

4. Проведена обшая квалификация (паспортизация) нового рений-рутенийсодержащего ВЖМ8 жаропрочного никелевого сплава С монокристаллической структурой, в рамках которой исследованы механические свойства при растяжении, длительная прочность, ползучесть, многоцикловая и малоцикловая усталость, теплофизические свойства, жаростойкость И коррозионная стойкость;

5. Исследована анизотропия механических свойств монокристаллов жаропрочного рений-рутенийсодержащего никелевого сплава V поколения

ВЖМ8 с КГО <001>, <011> и <111>. Установлено, по пределам прочности и текучести в области температур 20–800 °С монокристаллы с КГО <111> имеют значительное преимущество перед монокристаллами с КГО <001> и <011>. При более высоких температурах анизотропия кратковременной прочности практически вырождается. Наибольшую длительную прочность в интервале температур 900–1170 °С имеют монокристаллы сплава ВЖМ8 с КГО <111>, наименьшую – с КГО <011>. Наиболее предпочтительной КГО, оказывающей повышенное сопротивление усталости при испытаниях на МЦУ при температурах 500 и 850 °С, является ориентация <001>, при испытаниях на МНЦУ при температурах 20 и 1000 °С – ориентация <111>;

6. Разработанные технологии выплавки, литья методом направленной кристаллизации и термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из нового жаропрочного никелевого рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ8 внедрены в опытно-промышленное производство НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Выпущен атлас эталонных структур сплава ВЖМ8;

7. Выполнено технологическое опробование сплава ВЖМ8 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного вертолетного двигателя. Исследование изготовленных по разработанной технологии литья отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ8 показало высокий выход годного (88 %) по монокристаллической структуре с КГО <001> с отклонением не более 10 град;

8. Применение сплава ВЖМ8 взамен существующего серийного жаропрочного сплава ЖС32 для производства рабочих лопаток ТВД обеспечит повышение в 2–3 раза ресурса работы турбинных лопаток и увеличение рабочей температуры материала лопаток.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКА НОВОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА VI ПОКОЛЕНИЯ

6.1 Микроструктура и структурно-фазовые характеристики монокристаллов сконструированного жаропрочного сплава после литья и термической обработки

Для проведения экспериментальных исследований в вакуумной установке ВИАМ-2002 выплавлена экспериментальная плавка сконструированного сплава ВЖМ10 в количестве 20 кг и проведены ее химический и газовый анализы. Состав рений-рутенийсодержащего сплава VI поколения ВЖМ10 является коммерческой тайной и в настоящей работе не приводятся. По основным легирующим элементам плавка сплава отвечают расчётному составу, а содержание примесей серы и газов составляет (в % мас.): [S] = 0,0006, [O] = 0,0006, [N] = 0,0002.

Для выбора технологических параметров монокристаллического литья отливок образцов из сплава методом направленной кристаллизации (температур расплава в тигле, температура слива расплава в форму, скорость кристаллизации, температурный градиент на фронте кристаллизации) методом ДТА исследованы физико-химические свойства сплава после выплавки. Получены следующие экспериментальные значения: $T_{n.p.} = 1326$ °C, $T_S = 1365$ °C и $T_L = 1434$ °C. Сплав обладает сравнительно не высоким интервалом кристаллизации $\Delta T_{крист} = 69$ °C, что способствует повышению склонности к формированию монокристаллической структуры и снижению объемной доли литейной микропористости при литье методом направленной кристаллизации.

После направленной кристаллизации монокристаллические заготовки образцов из сплава ВЖМ10 имели хорошо выраженную дендритно-ячеистую структуру, характерную для литых монокристаллов ЖНС с КГО <001> (рисунок 54*a*).

ГЛАВА 6





В соответствии с рисунком 54 параметр дендритной ячейки составляет 250–280 мкм. В междендритных областях залегают выделения эвтектических $(\gamma+\gamma')$ фаз (рисунок 54 δ), объёмная доля которых составляет 0,95 %. Размер и форма частиц γ' -фазы существенно различаются в осях дендритов и междендритных областях, в последних частицы γ' -фазы в 8–12 раз крупнее, чем в осях дендритов и имеют менее строгую огранку (рисунки 54 ϵ и 54 ϵ).

Размерная и морфологическая неоднородность частиц ү'-фазы, а также наличие эвтектики (ү+ү') в литой структуре монокристаллов сплава является прямым следствием неравновесных условий направленной кристаллизации и

обусловлены микроликвацией легирующих элементов в пределах дендритных ячеек.

Получены экспериментальные данные ЭЗМА по локальным концентрациям легирующих элементов в материале междендритных областей и осей дендритов и рассчитанные по формуле (4) значения коэффициентов микросегрегации K_i легирующих элементов в литых монокристаллах исследованного сплава (таблица 35). Как следует из таблицы 35, наибольшую обратную сегрегацию имеют рений $K_{\text{Re}} = -3,1$ и вольфрам $K_{\text{W}} = -1,6$, тантал и алюминий имеют прямую сегрегацию соответственно $K_{\text{Ta}} = 1,7$ и $K_{\text{Al}} = 1,3$. Остальные легирующие элементы, включая рутений, распределены равномерно по дендритной ячейке.

Таблица 35 – Локальный химический состав эвтектической (ү+ү')-фазы и коэффициенты микросегрегации в монокристаллах сплава ВЖМ10 после литья

Место анализа		Содержание элемента, % (мас.), коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i							
	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Ru	Re	Ni
Эвтектическая (ү+ү')-фаза	7,6	1,1	1,7	0,8	15,1	4,7	4,4	1,5	63,1
Коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i	1,3	1,0	1,0	-1,6	1,7	-1,1	-1,1	-3,1	_

Методом РСА определены периоды кристаллических решеток γ - и γ' - фаз и их размерное несоответствие (γ/γ' -мисфит) в монокристаллических образцах сплава с КГО <001> после направленной кристаллизации. Суммарный (222) Си K_{α} -рефлекс γ/γ' наилучшим образом аппроксимировался тремя фазовыми синглетами, два из которых представляют γ' -фазу (условно γ'_1 и γ'_2), третий – γ -твердый раствор. Полученные значения периодов кристаллических решеток фаз a_{γ} и $a_{\gamma'}$, γ/γ' -мисфит и объемная доля условно γ'_1 - и γ'_2 -фаз приведены в таблице 36.

Таблица 36 – Структурно-фазовые параметры монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> после литья

Состояние	<i>a</i>				ит*, %	Доля ү'-фазы, %	
сплава	a_{γ} , HM	$a_{\gamma'1}$, HM	$a_{\gamma'2}$, HM	Δa_1	Δa_2	F_1	F_2
Литое	0,3605	0,3596	0,3592	0,26	0,36	_	_
ПТО	0,3613	0,3589	_	0,68	_	65,2	_
* Расчет по формуле (2)							

По данным таблицы 36 сплав ВЖМ10 имеет высокий положительный $(a_{\gamma} > a_{\gamma'})$ мисфит после литья. Вместе с тем, вследствие значительной микросегрегации легирующих элементов эти данные носят оценочных характер.

Химическая микронеоднородность литых монокристаллов сплава предопределяет значения температур основных фазовых превращений, протекающих при нагреве сплава, К которым относятся растворение упрочняющих частиц ү'-фазы в ү-твёрдом растворе, плавление эвтектики ү+ү' и плавление у-твёрдого раствора. На рисунке 55 представлены результаты исследований методом ДТА указанных температур фазовых превращений литых монокристаллов исследуемого сплава ВЖМ10 и получены следующие значения: $T_{\text{п.р.}} = 1325 \text{ °C}, T_{\text{S}} = 1362 \text{ °C}.$ При этом температуру плавления эвтектической $(\gamma + \gamma')$ -фазы идентифицировать не удалось, вероятно, в связи с ее низкой объемной долей (0,95 %). Исходя из полученных данных выбирали режим термической обработки монокристаллов.



Рисунок 55 – Кривые ДТА монокристаллов сплава ВЖМ10 после направленной кристаллизации (НК) и термической обработки (ТО)

За основу разрабатываемого режима термической и газостатической обработок монокристаллов сплава ВЖМ10 выбран режим ТГ-3, применяемый для монокристаллов сплава V поколения ВЖМ8 (см. раздел 5.1) и состоящий из следующих последовательно выполняемых операций: 2-х ступенчатый ГИП, ВГО, старение. При этом для устранения химической и структурной неоднородности в монокристаллах сплава ВЖМ10 корректировали только температурно-временные параметры ВГО.

Для исследований выбран режим (далее – режим ТГ-4), в котором операция ВГО проводилась в интервале температур 1300–1345 °C в течение 28 ч. Чтобы исключить опасность локального оплавления вследствие микросегрегации и наличия неравновесной эвтектической (ү+ү')-фазы нагрев выполнялся постепенно (ступенчато) и состоял из 6 ступеней. Общая продолжительность термической обработки составила 85 часов.

Исследована микроструктура монокристаллов методом РЭМ после проведения полной термической обработки по режиму ТГ-4 (рисунок 56). Размер частиц ү'-фазы в осях дендритов и междендритных областях выровнялся не в полной мере (рисунки 56*в* и 56*г*). Кроме того, в осях дендритов первого и второго порядков обнаружены ТПУ фазы пластинчатой морфологии обогащенные рением (рисунок 56*в*). При этом в междендритных областях сохранились выделения эвтектической (ү+ү')-фазы (рисунок 56*б*).



Рисунок 56 – Микроструктура монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> после проведения режима ТГ-4: *a* – дендритно-ячеистая микроструктура монокристалла; *б* – неравновесная эвтектика (γ+γ')-фаза в междендритной области; *в* – морфология γ'-фазы в осях дендрита первого порядка и пластинчатые выделения ТПУ фазы; *г* – морфология γ'-фазы в междендритной области

Исследования с помощью метода ЭЗМА (таблица 37) подтвердили недостаточно полное устранение микросегрегации рения ($K_{Re} = -2,3$) и указывают на необходимость корректировки режима термической обработки.

Таблица 37 – Локальный химический состав эвтектической (ү+ү')-фазы и коэффициенты микросегрегации в монокристаллах сплава ВЖМ10 после полного цикла термообработки по режиму ТГ-4

Место анализа		Содержание элемента, % (мас.), коэффициент микросегрегации <i>K</i> _i							
	Al	Cr	Mo	W	Та	Co	Ru	Re	Ni
Эвтектическая (ү+ү')-фаза	7,9	0,7	1,2	1,5	13,6	4,4	3,6	1,9	65,2
Коэффициент микросегрегации <i>К</i> _i	1,2	1,0	1,0	-1,1	1,2	1,0	-1,1	-2,3	_

С целью устранения микросегрегации рения в монокристаллах сплава ВЖМ10 при проведении операции ВГО повышены температура до 1330–1355 °C и время выдержки до 56 ч (далее – режим ТГ-5). Остальные параметры соответствовали режиму ТГ-4. В результате общая продолжительность термической обработки составила 113 часов.

Исследования микроструктуры методом РЭМ монокристаллов сплава ВЖМ10, термообработанных по режиму ТГ-5, показало формирование требуемой микроструктуры (рисунок 57).

Исследования с помощью метода ЭЗМА показали, что микросегрегация рения практически устранена ($K_{Re} = -1,3$). Принимая во внимание низкую среди других легирующих элементов диффузионную подвижность рения и отсутствие избыточных пластинчатых фаз дальнейшее повышение времени выдержки на операции ВГО нецелесообразно. Следует отметить, что для сплава V поколения ВЖМ8, содержащего меньшее количество рения, получен аналогичный результат (см. раздел 5.1).

Результаты РЭМ и ЭЗМА показали, что дендритная сегрегация за исключением рения практически полностью устранена, поэтому дальнейшие исследования структурно-фазовых параметров, температур фазовых превращений, оценки уровня механических свойств проводились с использованием монокристаллов сплава ВЖМ10, термообработанных по ТГ-5.





в

Рисунок 57 – Микроструктура монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> после термической обработки по режиму ТГ-5: *а* – дендритно-ячеистая микроструктура монокристалла; морфология γ'-фазы в осях дендрита первого порядка (*б*) и междендритной области (*в*)

Исследования методом РСА (рисунок 58, таблица 36) показали, что после устранения микросегрегации в результате термической обработки период решетки γ -твердого раствора сплава повышается при слабом изменении периода решетки γ' -фазы, что привело к увеличению γ/γ' -мисфита. По-видимому, это объясняется преимущественным растворением рения, молибдена и рутения в γ -твёрдом растворе. Поскольку атомные радиусы этих элементов больше, чем у никеля, то их синергическое действие приводит к увеличению периода кристаллической решётки γ -твердого раствора в значительно большей степени, чем γ' -фазы, и тем самым вызывает повышение γ/γ' -мисфита. Его значение для

разрабатываемого сплава V поколения превышает значения, характерные для монокристаллических жаропрочных сплавов III поколения (0,15 % $\leq \Delta a \leq 0,25$ %).



Рисунок 58 – Рентгеновская дифрактограмма монокристалла <001> сплава ВЖМ10 после полного цикла термической обработки: разделение суммарного γ/γ' рентгеновского рефлекса 222 Си*K*_α на фазовые синглеты от γ'- и γ-фаз

В результате полного цикла термической обработки изменились физикохимические характеристики сплава ВЖМ10, в частности значительно повысилась температура солидус с 1362 °C (в состоянии после литья) до 1384 °C (в состоянии после ПТО) (таблица 20, рисунок 55). Высокая температура солидус по сравнению в ЖНС I–V поколений достигнута в результате легирования повышенным количеством рения. Повышение температуры солидус приведет к снижению скорости диффузии атомов элементов (формула 17) и окажет положительное влияние на высокотемпературные характеристики длительной прочности сплава ВЖМ10.

6.2 Оценка длительной прочности монокристаллов экспериментальной композиции сконструированного сплава

Для оценки уровня длительной прочности и температурной работоспособности проведены испытания на длительную прочность растяжением в интервале температур от 900 до 1100 °С термически обработанных (режим TГ-5) монокристаллических образцов сконструированного сплава ВЖМ10 с КГО <001>. Результаты этих испытаний приведены в таблице 38. В условиях каждого режима испытаний (T = const, σ = const) рассчитаны средние значения долговечности $\bar{\tau}$ (время до разрушения) и длительной пластичности $\bar{\delta}$ и в соответствии с методикой, приведенной в работе [144], выполнена оценка дисперсии полученных экспериментальных данных S²(lg τ_p) и S²(lg δ).

Таблица 38 – Экспериментальные данные по долговечности и длительной пластичности монокристаллических образцов сплава ВЖМ10 с КГО <001> и их дисперсия

Номер	Усл испь	ловие Результат ытания испытания		Дисперсия результатов испытания				
образца	T, °C	σ, МПа	τ, ч	δ, %	$ar{ au},$ ч	$S^2(lg\tau)$	δ, ч	$S^{2}(lg\delta)$
1		600	139	18	142	0.0002	10.5	0.0022
2		000	145	21	142	0,0002	19,5	0,0022
3	000	450	510	21	560	0.0041	26.0	0.0144
4	900	430	628	31	309	0,0041	20,0	0,0144
5		420	796	25	799,5	0	22.0	0.0234
6		430	803	41		0	55,0	0,0234
7		250	111	51	115	0.0005	20.0	0.0201
8		550	119	27	115	0,0005	39,0	0,0391
9	1000	250	636	21	6015	0.0010	22.5	0.0017
10	1000	250 73	733	24	084,5	0,0019	22,5	0,0017
11		230	894	24	938,5	0.0008	24,5	0.000
12			983	25		5 0,0008		0,0002

Номер	Усл испь	Условие Н испытания и		Результат испытания		Результат испытания		рсия резули	статов ис	спытания
образца	T, °C	σ, МПа	τ, ч	δ, %	$ar{ au},$ ч	$S^2(lg\tau)$	δ, ч	$S^2(lg\delta)$		
13		200	102	15	105	0.0003	15,5	0,0004		
14		200	108	16	105	0,0003				
15	1100	160	260	18	270.5	0.0019	26.0	0.0201		
16	1100	100	299	34	219,5	0,0018	20,0	0,0391		
17		140	661	11	600 5	0.0011	11.0	0		
18		140 738		11	099,5	0,0011	11,0	U		

Продолжение таблицы 38

По данным таблицы 38 закономерность изменения дисперсии в зависимости от температуры, напряжения и долговечности не наблюдается, что по всей видимости связано с небольшим объемом испытаний.

Обработку полученных результатов испытаний для оценки пределов длительной прочности разрабатываемого сплава ВЖМ10 на базах 100 и 1000 ч при температурах 900, 1000 и 1100 °C выполняли с использованием параметрического уравнения Ларсона-Миллера [144]:

$$P = T \cdot (20 + \lg \tau_{\rm p}),$$

где τ_p – время до разрушения при заданных напряжении σ, МПа и температуре испытаний *T*, К.

На рисунке 59 в координатах $\sigma = f(P)$ представлена рассчитанная параметрическая зависимость Ларсона-Миллера для длительной прочности образцов сплава ВЖМ10 (экспериментальные треугольные точки и аппроксимирующая их кривая *1* на рисунке 59), построенная по результатам испытаний на длительную прочность при различных напряжений в интервале температур 900–1100 °С и долговечностей (время до разрушения) от 102 до 983 ч. Там же для сравнения приведены аналогичные зависимости для значений длительной прочности по данным компьютерного конструирования (круглые точки на рисунке 59) и длительной прочности монокристаллов с КГО <001>

рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ4, построенные по данным работы [194].

С использованием полученной по программе Microsoft Excel аналитической зависимости $\sigma = f(P)$ рассчитаны, оценочно, средние значения длительной прочности разрабатываемого сплава ВЖМ10, которые приведены ниже: $\sigma_{100}^{900} = 590$ МПа, $\sigma_{1000}^{900} = 400$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 330$ МПа, $\sigma_{1000}^{1000} = 235$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 220$ МПа, $\sigma_{1000}^{1100} = 125$ МПа.



Параметр Ларсена-Миллера Р-10-3

Рисунок 59 – Параметрические зависимости длительной прочности для экспериментального состава сплава ВЖМ10 (1), серийного сплава ВЖМ4 (2) и

данных компьютерного конструирования ($\sigma_{100}^{900} = 580,9$ МПа (3), $\sigma_{100}^{1000} = 341,1$ МПа (4), $\sigma_{1000}^{1000} = 237,4$ МПа (5), $\sigma_{1000}^{1100} = 148,7$ МПа (6))

Таким образом, полученные на основе экспериментальных данных оценочные значения пределов длительной прочности на базах 100 и 1000 ч при температурах 1000 и 1100 °C близки к заданным условиями конструирования нового сплава и прогнозируемым при компьютерном конструировании характеристикам соответственно $\sigma_{100}^{1000} = 341,1$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 141,3$ МПа и $\sigma_{1000}^{1100} = 148,7$ МПа. По полученным оценкам длительной прочности сплав ВЖМ10

превосходит промышленно освоенный монокристаллический жаропрочный никелевый сплав ВЖМ4 (линия 2 на рисунке 59), что особенно проявляется при повышенных температурах 1000–1100 °C, которым соответствует параметр P > 29.

В зависимости от прилагаемого напряжения получены (таблица 38) экспериментальные значения длительной пластичности В интервалах от 18 до 41 % при *T* = 900 °C, от 21 до 51 % при *T* = 1000 °C, от 11 до 34 % при T = 1100 °C. Высокие для монокристаллов ЖНС значения длительной пластичности позволяют предположить, что в структуре разрабатываемого сплава либо полностью отсутствуют хрупкие ТПУ фазы, либо их объемная доля низкая и не оказывает значимого влияния на пластические свойства. Эти результаты хорошо согласуются с экспериментальными данными работы [105], согласно которым <001> монокристаллические образцы высокорениевого (9,3 % мас. Re) сплава ВЖМ1 в процессе длительных испытаний при температурах 1000 и 1100 °С показали достаточно высокую длительную пластичность (20-30 %) несмотря на значительную объемную долю хрупких частиц ТПУ фаз (см. раздел 6.3).

6.3 Структурные превращения в монокристаллах сконструированного сплава при высокотемпературных испытаниях на длительную прочность

Методом РЭМ проведены исследования по оценке структурно-фазового состояния монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> после длительных испытаний при температурах 900, 1000 и 1100 °С (рисунки 60–62).

В рабочей части монокристаллических образцов наблюдается рафтструктура ү'-фазы, характерная для монокристаллов ЖНС с КГО <001>, подвергшихся воздействию постоянного напряжения при высоких температурах. Наибольшие изменения микроструктуры в процессе ползучести наблюдаются в объёме материала вблизи зоны разрушения. Здесь рафт-структура претерпевает топологическую инверсию, т.е. сращивающиеся в процессе ползучести пластины

160

γ'-фазы образуют односвязную матрицу, а ранее односвязный матричный γ-твёрдый раствор – изолированные друг от друга прослойки.

В структуре образцов сплава после всех указанных испытаний присутствует в небольшом количестве выделения ТПУ фазы пластинчатой морфологии. По данным ЭЗМА ТПУ фаза в сплаве ВЖМ10 обогащена γ-упрочняющими элементами Re, Ru, Mo и имеет состав аналогичный обнаруженной в сплаве ВЖМ8 ТПУ фазе (см. раздел 5.3).



Рисунок 60 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ10 после испытаний на длительную прочность при температуре 900 °C и σ = 430 МПа, τ = 803 ч, δ = 41 %: *a* – рабочая часть образца в зоне разрыва; *б* – γ/γ'-микроструктура в зоне разрыва; *в* – рафт структура γ'-фазы в средней рабочей части образца; *г* – пластинчатые выделения ТПУ фазы



Рисунок 61 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ10 после испытаний на длительную прочность при температуре 1000 °C и σ = 230 МПа, τ = 983 ч, δ = 25 %: *a* – рабочая часть образца в зоне разрыва; *б* – γ/γ'-микроструктура в зоне разрыва; *в* – рафт структура γ'-фазы в средней рабочей части образца; *г* – пластинчатые выделения ТПУ фазы





Рисунок 62 – Микроструктура в продольном сечении рабочей части образцов из сплава ВЖМ10 после испытаний на длительную прочность при температуре 1100 °C и σ = 140 МПа, τ = 738 ч, δ = 10 %: *a* – рабочая часть образца в зоне разрыва; *б* – γ/γ'-микроструктура в зоне разрыва; *в* – рафт структура γ'-фазы в средней рабочей части образца; *г* – пластинчатые выделения ТПУ фазы

Таким образом, полученные результаты позволяют заключить, что разрабатываемый сплав ВЖМ10 обладает приемлемой фазовой стабильностью.

На основе результатов проведенных исследований разработана следующая научно-техническая документация:

- режимы термической обработки и ГИП монокристаллических отливок из сплава ВЖМ10 и выпущена технологическая рекомендация ТР 1.2.2728-2019 «Термическая обработка, совмещенная с горячим изостатическим прессованием,

монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из жаропрочного никелевого сплава марки ВЖМ10»;

- технологические параметры выплавки литых прутковых (шихтовых) заготовок сплава ВЖМ10 в вакуумно-индукционных печах и выпущена²⁰ технологическая инструкция ТИ 1.595-3-1167-2018 «Выплавка жаропрочного монокристаллического сплава»;

- технологические параметры литья методом направленной кристаллизации на установках типа УВНК-9А монокристаллических отливок из сплава ВЖМ10 с заданной КГО и выпущена²¹ технологическая рекомендация ТР 1.2.2744-2019 «Литье монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из жаропрочного сплава ВЖМ10-ВИ с заданной КГО»;

- технические условия на прутковую (шихтовую) заготовку ТУ 1-595-3-1811-2019 «Литые прутковые (шихтовые) заготовки из жаропрочного сплава марки ВЖМ10-ВИ».

Данная научно-техническая документация является руководством по проведению выплавки жаропрочного никелевого сплава ВЖМ10, отливки из него заготовок образцов и рабочих лопаток и их термической обработки, совмещенной с ГИП, для проведения исследований и применения в авиационных газотурбинных двигателях, в том числе в перспективном двигателе большой тяги ПД-35.

По результатам проведенных исследований оформлена заявка на охранноспособное техническое решение (ОТР) № 2019106365 от 06.03.2019 г. на предложенный состав сплава и получен патент Российской Федерации № 2710759 «Жаропрочный сплав на никелевой основе и изделие, выполненное из него».

²⁰ Разработку технологии выплавки и выпуск технологической инструкции на выплавку сплава выполнил А.В. Горюнов (ВИАМ)

²¹ Разработку технологических режимов литья методом направленной кристаллизации и выпуск технологической рекомендации на литье монокристаллических заготовок образцов с заданной КГО из сплава выполнила к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ)

6.4 Исследование физико-механических свойств монокристаллов с КГО <001> из жаропрочного никелевого сплава ВЖМ10

С целью проведения исследований в соответствии с СТО 1-595-30-407-2012 (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ) «Паспортизация материалов для авиационной изделий И специальной техники» разработана программа паспортизации нового рений-рутений содержащего сплава ВЖМ10. Программа включает проведение механических испытаний монокристаллических образцов сплава с КГО <001> на растяжение при температурах 20, 700, 800, 900, 1000, 1100, 1200 и 1250 °C с определением модуля упругости, предела прочности, предела текучести (0,2 %), относительного удлинения и сужения; длительную прочность и ползучесть при 900, 1000, 1100, 1200 и 1250 °C с определением пределов длительной прочности и ползучести на базах 10, 25, 50, 100, 500 и 1000 ч; многоцикловую усталость («чистый изгиб с вращением», R = -1) при 900 °C на базе N = $2 \cdot 10^7$ циклов; малоцикловую усталость по «жесткому» циклу нагружения при 850, 950 и 1050 °C на базе $N = 1.10^4$ циклов; определение теплофизических свойств в интервале 20-1300 °C, жаростойкости при 1100 и 1200 °C и коррозионной стойкости в интервале 700-950 °С.

В вакуумно-индукционной печи ИСВ-016 в соответствии с разработанной технологической инструкцией ТИ 1.595-3-1167-2018 проведена выплавка и изготовлены две опытно-промышленные партии нового рений-рутений содержащего сплава ВЖМ10 выбранного (паспортного) состава в количестве 250 кг для последующей паспортизации сплава. Исследован химический состав плавок сплава. Установлено, что материал плавок по содержанию основных легирующих и микролегирующих элементов, соответствует расчетному составу и разработанным ТУ 1-595-3-1811-2019 на сплав. Содержание примесей серы и газов в плавках сплава не превышает (в % мас.) [S] = 0,0006, [O] = 0,0007, [N] = 0,0003 и соответствует требованиям по чистоте металла, предъявляемым к монокристаллическим ЖНС [121].

В соответствии с разработанной технологической рекомендацией ТИ 1.2.2744-2019 из опытно-промышленной партии сплава ВЖМ10 на промышленной установке для направленной кристаллизации УВНК-9А проведена отливка²² партий монокристаллических заготовок образцов (цилиндры диаметром 15 мм и длиной 185 мм) с аксиальной кристаллографической ориентировкой (КГО) <001>.

В результате исследования²³ методом рентгеноструктурного анализа изготовленные заготовки образцов сплава с монокристаллической структурой с отклонениями КГО <001> от продольной оси заготовок более 10 град. были отбракованы, остальные признаны годными для дальнейших исследований и испытаний.

В соответствии с разработанной технологической рекомендацией ТР 1.2.2728-2019 проведены ГИП и термическая обработка полученных партий заготовок образцов с монокристаллической структурой из сплава ВЖМ10, из которых затем были изготовлены образцы для определения характеристик кратковременной и длительной прочности, многоцикловой и малоцикловой усталости, ползучести, теплофизических свойств, жаростойкости и коррозионной стойкости.

*Механические свойства при растяжении*²⁴. Характеристики кратковременной прочности при растяжении при температурах от 20 до 1250 °C монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> представлены в таблице 39. По пределам прочности $\sigma_{\rm B}$ и текучести $\sigma_{0,2}$ сплав ВЖМ10 обладает в интервале температур 20–900 °C существенным преимуществом перед серийным сплавом ВЖМ4 (рисунок 63). Полученные значения модуля упругости монокристаллов разрабатываемого сплава VI поколения ВЖМ10 близки к таковым для монокристаллов сплава IV поколения ВЖМ4 [86] и являются типичными для

²² Отливка монокристаллических заготовок образцов из сплава ВЖМ10 выполнена под руководством к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ)

²³ Рентгеноструктурный анализ выполнен к.т.н. Н.А. Кузьминой (ВИАМ)

²⁴ Испытания на растяжение проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)

монокристаллов других известных жаропрочных никелевых сплавов различных систем легирования [52].

Таблица 39 – Характеристики кратковременной прочности (средние значения) монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001>

Наименование			Значе	ние хар	актери	стики	r	
vonoirronitoritici		I	три зада	аннои т	емпера	Type, ^s C	ر ا	[
характеристики	20	700	800	900	1000	1100	1200	1250
Модуль упругости <i>E</i> , ГПа	132	103	97	93	84	75	59	54
Предел прочности	1350	1330	1330	1100	820	550	255	135
Предел текучести	980	900	920	880	730	540	235	110
Относительное удлинение δ ₅ , %	11,5	6,3	9,1	22,5	31	29	34	41
Относительное сужение, %	15	6,1	10	23,5	41	52	69	81



Рисунок 63 – Пределы прочности σ_в и текучести σ_{0,2} монокристаллов с КГО <001> разработанного сплава ВЖМ10 и серийного сплава ВЖМ4

Длительная прочность²⁵. Испытания для определения характеристик длительной прочности монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> проводили при температурах 900, 1000, 1100, 1200 и 1250 °C на базах до 1000 ч, приближенных к условиям эксплуатации рабочих лопаток ТВД перспективных авиационных двигателей.

На рисунке 64 экспериментальными точками представлены полученные результаты испытаний монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> в виде зависимостей времени до разрушения τ_p от приложенного растягивающего напряжения σ при каждой температуре испытания соответственно 900, 1000, 1100, 1200 и 1250 °C.

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по регрессионным уравнениям типа (7) средних значений пределов длительной прочности σ_t^T монокристаллов сплава ВЖМ8 с КГО <001> за 10, 25, 100, 500 и 1000 ч при температурах 900, 1000, 1100, 1200 и 1250 °C, представленные в таблице 40. Эти значения были использованы для построения кривых длительной прочности, показанные на рисунке 57. Из сравнения этих данных для монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> с аналогичными характеристиками монокристаллов ЖНС I–V поколений (таблица 40, рисунок 65) следует, что сплав ВЖМ10 по уровню длительной прочности в интервале температур 900–1250 °C превосходит жаропрочные сплавы I–IV поколений и не уступает известным рений-рутенийсодержащим жаропрочным сплавам V поколения. Наибольшее преимущество сплава ВЖМ10 наблюдается (рисунок 65) на базах испытаний до 100 часов во всем интервале исследуемых температур 900–1250 °C. Это позволяет выделить сплав ВЖМ10 в отдельное VI поколение монокристаллических ЖНС.

168

²⁵ Испытания на длительную прочность проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)



Рисунок 64 – Кривые средних значений длительной прочности для монокристаллов с КГО <001> сплава ВЖМ10 при температурах 900 (1), 1000 (2),

1100 (3), 1200 (4) и 1250 °С (5)

(точками показаны экспериментальные данные)

Таблица 40 – Длительная прочность (средние значения) монокристаллов с КГО <001> жаропрочных никелевых сплавов [187, раздел 5.4]

Сплав	Содер элем % (эжание ентов, мас.)		σ ₁₀ /σ ₂₅ , МПа при температуре			
	Re	Ru	900	1000	1100	1200	1250 °C
ВЖМ10	_	-	620/405	360/225	200/120	80/-	55/40
ВЖМ8	6,1	6,0	580/380	320/200	185/135	-	_
ВЖМ4	6,0	4,0	575/410	305/200	170/120	53/-	18/16
MC-NG	4,0	4,0	475/360	275/190	145/95	_	_
EPM-102	5,95	3,0	503/385	325/200	160/97	-	_
TMS-162	4,9	6,0	565/425	320/230	180/130	_	_
TMS-196	6,4	5,0	590/430	320/200	180/135	_	_

169



Рисунок 65 – Длительная прочность (средние значения) монокристаллов с КГО <001> разработанного сплава ВЖМ10 перед серийным сплавом ВЖМ4 при температурах 900–1200 °С на базе 100 ч (*a*) и при температуре 1250 °С на базах 10 и 25 ч (*б*)

Ползучесть²⁶. Испытания монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> по определению времени накопления деформации ползучести $\varepsilon = 0,5$ % проводили в интервале температур 900–1100 °C на базах до 500 ч.

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по регрессионным уравнениям типа (7) средних значений пределов ползучести $\sigma_{\varepsilon/\tau}^{T}$ монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> за 10, 100 и 500 ч в интервале температур 900–1100 °C, представленных в таблице 41, которые превосходят аналогичные значения для сплавов ВЖМ4 и ВЖМ8 (рисунок 66).

²⁶ Испытания на ползучесть проведены под руководством С.А. Голынца (ВИАМ)

Таблица 41 – Предел ползучести (средние значения) монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001>

		Значение характеристики					
Характеристика	T, °C	при заданной базе испытаний τ					
		10 ч	100 ч	500 ч			
	900	670	520	410			
$σ_{0,5/τ}^{\mathrm{T}}$, ΜΠα	1000	400	270	190			
	1100	205	145	110			



Рисунок 66 – Ползучесть (средние значения) при температурах 900 и 1000 °C за 100 ч монокристаллов с КГО <001> разработанного сплава ВЖМ10, сплава ВЖМ8 и серийного сплава ВЖМ4.

*Многоцикловая и малоцикловая усталость*²⁷. Испытания монокристаллов сплава ВЖМ10 с КГО <001> на МЦУ (база N = $1 \cdot 10^4$ циклов) проводили при температурах 850, 950 и 1050 °C, испытания на МнЦУ (база N = $2 \cdot 10^7$ циклов) – при температуре 900 °C.

Полученные экспериментальные данные были использованы для расчета по уравнениям типа (8) и (9) пределов ограниченной выносливости монокристаллов

²⁷ Испытания на многоцикловую и малоцикловую усталость проведены под руководством И.А. Ходинева (ВИАМ)

сплава ВЖМ10 с КГО <001>, представленных в таблице 42. По результатам испытаний на МЦУ определены значения пределов ограниченной выносливости: $\Delta \varepsilon^{850} = 1,4 \%$, $\Delta \varepsilon^{950} = 1,3 \%$, $\Delta \varepsilon^{1050} = 1,2 \%$. По результатам испытаний на МнЦУ при температуре 900 °C предел ограниченной выносливости составил $\sigma_{-1} = 370$ МПа. Приведенные результаты являются типичными для монокристаллов других известных жаропрочных никелевых сплавов.

Таблица 42 – Пределы ограниченной выносливости сплава ВЖМ

Наименование характеристики	<i>T</i> , °C	Значение характеристики
Предел ограниченной выносливости на $5 - 0.4$	850	1,4
оазе N = 1·10 циклов при R = 0 и f = 1 Гц, $\Delta \varepsilon$, %	950	1,3
	1050	1,2
Предел ограниченной выносливости на базе $N = 2 \cdot 10^7$ циклов при $R = -1$ и f = 50 Гц, σ_{-1} , МПа	900	370

По результатам представленных исследований, а также исследования теплофизических свойств, жаростойкости и коррозионной стойкости в соответствии с программой паспортизации:

- выпущен паспорт № 2011 на «Жаропрочный монокристаллический сплав марки ВЖМ10»;

- сплав ВЖМ10 внесен в перечень-ограничитель ПО 2-2011 «Жаропрочные и жаростойкие стали и сплавы, рекомендуемые для применения в изделиях авиационной техники» в качестве перспективного литейного сплава для рабочих лопаток.

6.5 Технологическое опробование сплава ВЖМ10 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного авиационного двигателя большой тяги

Опробование технологии монокристального литья рабочих лопаток из нового жаропрочного сплава ВЖМ10 по инициативе АО «ОДК-Авиадвигатель» выполнено с использованием рабочих лопаток РЛ1 ТВД двигателя ПС-90, габариты, масса и толщины стенок пера которых наиболее близки к проектируемой РЛ1 ТВД двигателя ПД-35.

В соответствии с разработанной ТР 1.2.2744-2019 из опытно-промышленной партии сплава ВЖМ10 изготовлена²⁸ партия из 16 монокристаллических отливок рабочих лопаток с КГО <001> (4 блока по 4 отливки лопатки) на промышленной установке УВНК-9А. Для зарождения монокристаллической структуры с КГО <001> использовали специальные затравочные монокристаллы (затравки) из сплава Ni–W, которые помещали в затравочные полости литейных керамических форм. Вид полученных монокристаллических отливок рабочих лопаток представлен на рисунке 67.



Рисунок 67 – Блок монокристаллических отливок рабочих лопаток (*a*) и вид монокристаллической отливки лопатки из сплава ВЖМ10 (б)

²⁸ Изготовление и исследование макроструктуры монокристаллических отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ10 выполнено под руководством к.т.н. Е.М. Висик (ВИАМ)

Выход годного по монокристаллической структуре полученных отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ10 определяли по результатам визуального анализа их макроструктуры и экспериментального определения КГО.

По результатам исследования макроструктуры во всех отливках рабочих лопаток снизу доверху не обнаружено ростовых дефектов типа «струйная ликвация» (freckles), а также «прострелов», рекристаллизованных равноосных зерен и других ростовых дефектов.

Методом РСА определяли²⁹ КГО монокристаллов материала лопаток, используя поперечные сечения стартовых конусообразных оснований отливок рабочих лопаток. Установлено, что все стартовые конусообразные основания отливок рабочих лопаток имеют монокристаллическую структуру с отклонением от КГО <001> не более 8 град (таблица 43). При этом в отливках лопаток № 2 и № 16 были обнаружены ростовые дефекты типа «блочность». Таким образом, выход годного по монокристаллической структуре отливок рабочих лопаток составил 87%.

Таблица 43 – Кристаллографическая ориентация монокристаллических отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ10

Номер	Отклонение от	Номер	Отклонение от
отливки	направления <001>,	отливки	направления <001>,
лопатки	град	лопатки	град
1	7,6	9	6,5
2	4,1	10	7,8
3	4,4	11	1,9
4	2,9 и 1,8 (блочность)	12	3,6
5	4,3	13	3,0
6	3,7	14	0,3
7	0,5	15	0,7
8	7,2 и 3,6 и 2,0 (блочность)	16	2,5

²⁹ Рентгеноструктурный анализ выполнен к.т.н. Н.А. Кузьминой (ВИАМ)

Микроструктура монокристаллических отливок рабочих лопаток после литья исследована методом РЭМ. На рисунке 68 представлена микроструктура поперечного сечения пера лопатки.



Рисунок 68 – Микроструктура литых монокристаллических отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ10 с КГО <001> (середина поперечного сечения пера): *а* – дендритно-ячеистая микроструктура монокристалла; *б* – неравновесная эвтектика (γ+γ'); морфология γ'-фазы в центре дендрита первого порядка (*в*) и междендритной области (*г*)

В соответствии с рисунком 68 в состоянии после литья отливки рабочих лопаток имели типичную для сплава ВЖМ10 микроструктуру (см. раздел 6.1). Параметр дендритной ячейки составляет 250–280 мкм. В междендритных областях залегают выделения эвтектических (ү+ү') фаз (рисунок 686). Размер и

форма частиц γ' -фазы существенно различаются в осях дендритов и междендритных областях, в последних частицы γ' -фазы в 8–12 раз крупнее, чем в осях дендритов и имеют менее строгую огранку (рисунки 68*e* и 68*e*). Объемная доля литейных микропор, исследованная в пере и замке отливок лопаток, не превышает 0,03 %, что значительно ниже общепринятых требований по пористости (0,5 объем. %) в отливках из монокристаллических ЖНС.

Технологическое опробование показало отсутствие ростовых дефектов (за исключением «блочности») и высокий выход годного по монокристаллической структуре с КГО <001> с отклонением не более 10 град при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного авиационного двигателя большой тяги из сплава ВЖМ10.

6.6 Выводы

1. С помощью метода компьютерного конструирования и на основе результатов комплексных исследований разработан новый монокристаллический жаропрочный рений-рутенийсодержащий никелевый сплав VI поколения ВЖМ10 для производства монокристаллических рабочих лопаток ТВД, работающих длительно до температуры до 1200 °C и кратковременно до 1250 °C. Сплав обладает длительной прочностью (средние значения) $\sigma_{100}^{900} = 620$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 360$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 200$ МПа, $\sigma_{100}^{1200} = 80$ МПа, $\sigma_{10}^{1250} = 55$ МПа, что превосходит сплав-аналог ВЖМ4 в интервале температуре 1250 °C – в 1,5 раза, при температуре 1250 °C – в 2 раза;

2. Разработан специальный режим термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок из нового жаропрочного никелевого рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ8, обеспечивающий снижение ликвационной химической неоднородности (коэффициент ликвации рения $K_{Re} = -1,3$), формирование в осях дендритов и

междендритных областях кубоидных частиц ү'-фазы заданного размера (~0,3 мкм) и низкую объемную долю пор (не более 0,03 %);

3. Высокая жаропрочность сплава ВЖМ10 получена вследствие достижения заданных при компьютерном конструировании физико-химических свойств и структурно-фазовых характеристик. После полного цикла термической обработки по разработанному режиму объемная доля дисперсных частиц γ'-фазы составила 65,2 %, температура солидус – 1384 °C, γ/γ'-мисфит – 0,68 %;

4. Проведена общая квалификация (паспортизация) нового рений-рутенийсодержащего ВЖМ10 жаропрочного никелевого сплава С монокристаллической структурой, в рамках которой исследованы механические свойства при растяжении, длительная прочность, ползучесть, многоцикловая и теплофизические свойства, малоцикловая усталость, жаростойкость И коррозионная стойкость;

5. Разработанные технологии выплавки, литья методом направленной кристаллизации и термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из нового жаропрочного никелевого рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ10 внедрены в опытно-промышленное производство НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ;

6. Выполнено технологическое опробование сплава ВЖМ10 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного авиационного двигателя большой тяги. Исследование изготовленных по разработанной технологии литья отливок рабочих лопаток из сплава ВЖМ10 показало высокий выход годного (87 %) по монокристаллической структуре с КГО <001> с отклонением не более 10 град;

7. Применение сплава ВЖМ10 взамен существующего серийного жаропрочного сплава ВЖМ4 для производства рабочих лопаток ТВД двигателя большой тяги ПД-35 обеспечит повышение увеличение рабочей температуры материала лопаток.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Впервые получены значимые научно обоснованные технические решения в области разработки нового поколения жаропрочных никелевых ренийрутенийсодержащих монокристаллических рабочих лопаток сплавов для ГТД. С перспективных авиационных помощью метода компьютерного конструирования и на основе результатов экспериментальных исследований структурно-фазовых характеристик, физико-химических свойств и механических испытаний разработаны монокристаллические жаропрочные ренийрутенийсодержащие никелевые сплавы нового поколения, обладающие заданными характеристиками длительной прочности и рабочей температуры, следующих марок:

- монокристаллический сплав V поколения ВЖМ8 с рабочей температурой до 1170 °C, с характеристиками длительной прочности $\sigma_{100}^{1000} = 320$ МПа и $\sigma_{1000}^{1100} = 140$ МПа (средние значения для КГО <001>);

- монокристаллический сплав VI поколения ВЖМ10 с рабочей температурой до 1200 °C, с характеристиками длительной прочности $\sigma_{100}^{900} = 620$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 360$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 200$ МПа, $\sigma_{100}^{1200} = 80$ МПа (средние значения для КГО <001>);

 Изготовлены методом направленной кристаллизации с плоским фронтом никелевые ү/ү'-сплавы систем Ni–Al–Re–Ru и Ni–Al–Cr–Mo–W–Ta–Co–Re–Ru и получены образцы с переменным по длине химическим составом (образцы с макросегрегацией);

3. Показано, что в никелевых сплавах четырехкомпонентной системы Ni–Al–Re–Ru при кристаллизации γ' -фаза образуется по перитектической L+ $\gamma \rightarrow \gamma'$ при температуре 1374 °C и эвтектической L $\rightarrow \gamma'$ + β при температуре 1372 °C реакциях, так как это установлено в новой версии фрагмента диаграммы состояния двойной системы Ni–Al в области составов, соответствующих γ' -фазе;

4. Установлено, что в системе Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co-Re-Ru, отвечающей монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам IV и

V поколений (типа ВЖМ4), легирование рением приводит к значительному повышению температур солидус и ликвидус, снижению температуры γ'-сольвус, а рутением – к небольшому повышению температур этих фазовых превращений;

5. Разработаны и апробированы регрессионные модели, позволяющие ү'-сольвус, прогнозировать температуры солидус И ликвидус монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов в зависимости от концентраций алюминия, тантала, рения и рутения в концентрационной области, соответствующей перспективным монокристаллическим жаропрочным никелевым сплавам V и VI поколений;

6. Установлены закономерности влияния знака γ/γ' -мисфита на микроструктуру И длительную прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов системы Ni-Al-Cr-Mo-W-Ta-Co: наибольшей длительной прочностью при температурах 800 и 1000 °C обладают монокристаллы сплава с отрицательным γ/γ' -мисфитом (период решетки γ' -фазы меньше, чем γ -твердого раствора) и образовавшимся *N*-рафтингом, наименьшую – монокристаллы сплава с нулевым мисфитом (рафт-структура не образуется), промежуточные значения длительной прочности обнаруживают монокристаллы сплава с положительным у/у'-мисфитом (период решетки у'-фазы больше, чем у-твердого раствора) и *P*-рафтингом:

7. ТПУ Исследовано влияние фаз на длительную прочность с монокристаллов ренийсодержащего ВЖМ1 использованием сплава И рений-рутенийсодержащего сплава ВЖМ4. Обнаружено, что сплав ВЖМ1 обладает преимуществом при средних (850 °C) и высоких (1000-1150 °C) температурах на малых временных базах. Однако при высоких температурах (1000–1150 °C) и продолжительных временах испытаний, типичных для условий эксплуатации лопаток ГТД, сплав ВЖМ4 по длительной прочности значительно превосходит сплав ВЖМ1. При этом скорость выделения ТПУ фаз при температуре 1100 °С в сплаве ВЖМ1 превышает таковую в сплаве ВЖМ4 в 15 раз;

179

8. Разработаны специальные режимы термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из новых жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10, обеспечивающие снижение ликвационной химической неоднородности (коэффициент ликвации рения $K_{Re} = -1,3$), формирование в осях дендритов и междендритных областях кубоидных частиц γ' -фазы заданного размера (~0,3 мкм) и низкую объемную микропористость;

9. Исследована анизотропия механических свойств монокристаллов рений-рутенийсодержащего ВЖМ8 жаропрочного никелевого сплава С КГО <001>, <011> и <111>. Установлено, по пределам прочности и текучести в области температур 20-800 °С монокристаллы с КГО <111> имеют значительное преимущество перед монокристаллами с КГО <001> и <011>. При более высоких анизотропия температурах кратковременной прочности практически вырождается. Наибольшую длительную прочность в интервале температур 900-1170 °С имеют монокристаллы сплава ВЖМ8 с КГО <111>, наименьшую - с КГО <011>. Наиболее предпочтительной КГО, оказывающей повышенное сопротивление усталости при испытаниях на МЦУ при температурах 500 и 850 °C, является ориентация <001>, при испытаниях на МнЦУ при температурах 20 и 1000 °С – ориентация <111>;

10. Разработанные технологии выплавки, литья методом направленной кристаллизации и термической обработки, совмещенной с горячим изостатическим прессованием, монокристаллических отливок образцов и рабочих лопаток из новых жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10 внедрены в опытно-промышленное производство НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Разработаны технические условия на прутковую (шихтовую) заготовку. Выпущен атлас эталонных структур сплава ВЖМ8;

11. Проведена общая квалификация новых жаропрочных никелевых рений-рутенийсодержащих сплавов ВЖМ8 и ВЖМ10 с монокристаллической
структурой, в рамках которой исследованы механические свойства при растяжении, длительная прочность, ползучесть, многоцикловая и малоцикловая усталость, теплофизические свойства, жаростойкость и коррозионная стойкость изготовленных по разработанным технологиям монокристаллических образцов. Выпущен паспорт № 2011 на жаропрочный монокристаллический сплав марки ВЖМ10;

12. Выполнено технологическое опробование сплава ВЖМ8 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного вертолетного двигателя и сплава ВЖМ10 при литье монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного авиационного двигателя большой тяги. Исследование изготовленных по разработанным технологиям литья отливок рабочих лопаток показало высокий выход годного по монокристаллической структуре с КГО <001> с отклонением не более 10 град, который для сплава ВЖМ8 составил 88 %, для сплава ВЖМ10 – 87 %;

13. Разработанные сплавы ВЖМ8 и ВЖМ10 внесены в переченьограничитель ПО 2-2011 «Жаропрочные и жаростойкие стали и сплавы, рекомендуемые для применения в изделиях авиационной техники» в качестве перспективных литейных сплавов для рабочих лопаток;

14. Применение сплава ВЖМ8 для производства монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного вертолетного двигателя (ВК-2500П и др.) взамен серийного сплава ЖС32 обеспечит повышение надежности работы вертолетных ГТД и увеличение в 2–3 раза ресурса работы турбинных лопаток. Применение сплава ВЖМ10 для производства монокристаллических рабочих лопаток ТВД перспективного двигателя большой тяги ПД-35 обеспечит увеличение рабочей температуры материала лопаток длительно до 1200 °С и кратковременно до 1250 °С.

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

- ЖНС жаропрочный никелевый сплав;
- ГТД газотурбинный двигатель;
- ТВД турбина высокого давления;
- ГЦК гранецентрированная кубическая;
- КГО кристаллографическая ориентация;
- ТО термическая обработка;
- ВГО вакуумный гомогенизационный отжиг;
- ГИП горячее изостатическое прессование;
- НК направленная кристаллизация;
- РЭМ растровая электронная микроскопия;
- ЭЗМА электронно-зондовый микроанализ;
- ДТА дифференциальный термический анализ;
- МЦУ малоцикловая усталость;
- МнЦУ многоцикловая усталость;
- ү твердый раствор алюминия в никеле;
- γ' интерметаллическое соединение Ni₃Al;

γ/γ'-мисфит – размерное несоответствие периодов кристаллических решеток γ'-фазы и γ-твердого раствора;

рафт-структура – структура, состоящая из сращенных в пластины частиц γ'-фазы в процессе длительных высокотемпературных испытаний;

ТПУ фаза – топологически плотноупакованная фаза.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Работы ведущих авиадвигателестроительных компаний по созданию перспективных авиационных двигателей (аналитический обзор) / под общ. ред. д.т.н. В.А. Скибина, к.т.н. В.И. Солонина. М.: ЦИАМ, 2004. 424 с.
- 2 Работы ведущих авиадвигателестроительных компаний в обеспечении создания перспективных авиационных двигателей (аналитический обзор) / под общ. ред. д.т.н. В.А. Скибина, к.т.н. В.И. Солонина. М.: ЦИАМ, 2010. 678 с.
- 3 Палкин В.А. Обзор работ в США и Европе по созданию авиационных комплексов нового поколения и двигателей для их силовых установок // Авиационные двигатели. 2021. № 1 (10). С. 57–80.
- Палкин В.А. Обзор работ в США и Европе по авиационным двигателям для самолетов гражданской авиации 2020...2040-х годов // Авиационные двигатели. 2019. № 3 (4). С. 63–83.
- 5 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Компьютерное конструирование жаропрочного никелевого сплава IV поколения для монокристаллических лопаток газовых турбин // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 98–115.
- 6 Двигатель ПД-14 и семейство перспективных двигателей [Электронный ресурс]. URL: http://www.avid.ru/pd14 (дата обращения 30.12.2021).
- Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019.
 № 7-8. С. 54-58.
- 8 Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. C. 7–17.
- Жаропрочный сплав на основе никеля: пат. 2402624 РФ / Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов,
 Е.Н. Каблов, Е.С. Елютин и др.; заявл. 16.06.2009; опубл. 27.10.2010, Бюл. № 30.
- Жаропрочный сплав на никелевой основе и изделие, выполненное из него: пат. 2710759
 РФ / Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин, Е.С. Елютин; заявл. 06.03.2019; опубл. 13.01.2020, Бюл. № 2.
- 11 Кишкин С.Т. Создание, исследование и применение жаропрочных сплавов: избранные труды. М.: Наука, 2006. 407 с.
- Литые лопатки газотурбинных двигателей. Сплавы, технологии, покрытия / под ред.
 Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.

- 13 Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: науч.-техн. сб. / под ред.
 Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2006. 272 с.
- 14 Кишкин С. Т. Структура сплавов и их прочность // Я. С. Уманский, Б. Н. Финкельштейн, М. Е. Блантер, С.Т. Кишкин, Н.С. Фастов, С.С. Горелик. Физические основы металловедения. М.: Гос. научн.-техн. изд. литературы по черной и цветной металлургии, 1955. С. 651–704.
- 15 Каблов Е.Н. Специальность металл для авиации. К 100-летию со дня рождения академика С.Т. Кишкина // Вестник Российской академии наук. 2006. Том 76. № 6. С. 553–558.
- 16 Скляров Н.М. Путь длиною в 70 лет от древесины до суперматериалов / под общей редакцией чл.-кор. РАН, проф. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2002. 488 с.
- 17 Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок / под ред. Ч.Т. Симса, Н.С. Столоффа, У.К. Хагеля: пер. с англ. В 2-х книгах / под ред. Р.Е. Шалина. М.: Металлургия, 1995. 768 с.
- 18 Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов. Современные литые никелевые жаропрочные сплавы. // Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение: тр. междунар. научн.-техн. конф. М.: ВИАМ. 2006. С. 39–55.
- 19 Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Петрушин Н.В. Никелевые жаропрочные сплавы для литья лопаток с направленной и монокристаллической структурой (часть I) // Материаловедение. 1997. № 4. С. 32–39.
- 20 Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002. Юбилейный научнотехнический сборник / под общ. ред. чл.-кор. РАН Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2002. С. 48–58.
- 21 Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для лопаток перспективных ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. C. 72–103. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103
- 22 Caron P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2016. P. 737–746.
- Walston S., Cetel A., MacKay R., O'Hara K., Duhl D., Dreshfield R. Joint development of a fourth generation single crystal superalloy // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2004. P. 15–24.
- Koizumi Y., Kobayashi T., Yokokawa T. et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2004. P. 35–43.

- 25 Sato A., Harada H, Yeh An-C., Kawagishi K., Kobayashi T., Koizumi Y., Yokokawa T., Zhang J.-X. A 5th generation SC superalloy with balanced high temperature properties and processability // Superalloys 2008. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2008. P. 131–138.
- 26 Fifth generation nickel base single crystal superalloy TMS-196 [электронный pecypc] // Developed under NIMS / IHI collaboration. 2006. 4 p. URL: http://sakimori.nims.go.jp. (дата обращения 05.04.2022).
- Hino T., T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Harada, and T. Yamagata. Development of a new single crystal superalloy for industrial gas turbines // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2000. P. 729–736.
- Harada H. Development of Superalloys for 1700°C ultra-efficient gas turbines // Proceedings of the 9th Liége-Conference on Materials for Advanced Power Engineering. 27–29.09.2010.
 Liége: Schriften des Forschungszentrum Julich. 2010. P. 604–614.
- 29 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Монокристаллические жаропрочные сплавы для газотурбинных двигателей // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. С. 38–52.
- 30 Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. C. 72–103.
- 31 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Назаркин Р.М., Колодочкина В.Г., Фесенко Т.В. Структура и свойства монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов, содержащих рений и рутений // Металлургия машиностроения. 2013. № 1. С.12–18.
- 32 Reed R.C. The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p.
- 33 Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. Рыбинск: Газотурбинные технологии, 2017. 854 с.
- З4 Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник, Т. 2 / под ред.
 Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 1999. 872 с.
- Saunders N. Phase diagram calculation for Ni-base superalloys // Superalloys 1996.
 Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 1996. P. 101–110.
- 36 Tryon B., Pollock T. Experimental assessment of the Ru–Al–Ni ternary phase diagram at 1000 and 1100 °C // Mat. Sciences and Eng. 2006. Vol. A430. P. 266–276.
- 37 Петрушин Н.В., Бронфин М.Б., Чабина Е.Б., Дьячкова Л.А. Фазовые превращения и структура направленно закристаллизованных интерметаллидных сплавов Ni–Al–Re // Металлы. 1994. № 3. С. 85–93.

- З8 Свойства элементов. В 2-х частях. Ч. 1. Физические свойства. Справочник. 2-е изд.
 М.: Металлургия, 1976. 600 с.
- 39 Epishin A.I., Link T., Nolze G., Svetlov I.L., Bokshtein B.S., Rodin A.O., Neumann R. S., Oder G. Diffusion processes in multicomponent nickel base superalloy–nickel system // The Physics of Metals and Metallography. 2014. Vol. 115. No. 1. P. 21–29. DOI:10.1134/S0031918X14010050
- 40 Yuan Y., Kawagishi K., Koizumi Y., Kobayashi T., Yokokawa T., Harada H. Creep deformation of a 6th generation Ni-base single crystal superalloy at 800 °C and 735 MPa // Superalloys 2016. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2016. P. 675–682.
- Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Василенок Л.Б., Морозова Г.И. Рений в жаропрочных никелевых сплавах для лопаток газовых турбин. 1) Материаловедение. 2000. № 2. С. 23–29; 2) Материаловедение. 2000. № 3. С. 38–43.
- 42 Murakami H., Honma T., Koizumi Y., Harada H. Distribution of platinum group metals in Ni-base single crystal superalloys // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2000. P. 747–756.
- 43 Nickel base superalloy and article: pat. 5482789 (US) Int. Cl / K.S. O'Hara, W.S. Walston,
 E.W. Ross, Darolia R; publ. 09.01.1996.
- 44 Zheng Y., Wang X., Dong J., Han Y. Effect of Ru addition on cast nickel base superalloy with low content of Cr and high content W // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2000. P. 305–311.
- 45 Yokokawa T., Osawa M., Nishida K. et al. Partitioning behavior of platinum group metals on the γ and γ' phases of Ni-base superalloys at high temperatures // Scripta Materialia. 2003. Vol. 49. P. 1041–1046.
- 46 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Морозова Г.И., Светлов И.Л. Физико-химические факторы жаропрочности никелевых сплавов, содержащих рений // Авиационные материалы и технологии. 2004. № 1. С. 37–47.
- Petrushin N.V., Svetlov I.L., Samoylov A.I., Morozova G.N. Physicochemical properties and creep strength of a single crystal of nickel-base superalloy containing rhenium and ruthenium // International Journal of Materials Research (formerly Z. Metallkd.). 2010. Vol. 101. P. 594–600. DOI:10.3139/146.110313.
- 48 Бронфин М.Б., Другова И.А. О влиянии легирования на процессы сублимации и диффузии в γ'-фазе никелевых сплавов // Конструкционные и жаропрочные материалы для новой техники. М.: Наука, 1978. С. 138–146.
- 49 Портной К.И., Богданов В.И., Фукс Д.Л. Расчет взаимодействия и стабильности фаз.М.: Металлургия, 1981. 248 с.

- 50 Reed R.C., Yeh A.C., Tin S., Baby S.S., Miller M.K. Identification of the partitioning characteristics of ruthenium in single crystal superalloys using atom probe tomography // Scripta Materialia. 2004. Vol. 51. P. 327–333. DOI:10.1016/j.scriptamat.2004.04.019.
- 51 Zhang J. Wang J., Harada H, Koizumi Y. The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep // Acta Materialia. 2005. Vol. 53.
 P. 4623–4633.
- 52 Шалин Р. Е, Светлов И. Л., Качанов Е. Б., Толораия В. Н, Гаврилин О. С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с.
- 53 Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Модель для прогнозирования высокотемпературной долговечности литейных жаропрочных никелевых сплавов [электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2021. № 4 (90). С. 16–31. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения 24.05.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-16-31.
- 54 Mughrabi H. The importance of sign and magnitude of γ/γ' lattice misfit in superalloys with special reference to the new γ' -hardened cobalt-base superalloys // Acta Materialia. 2014. Vol. 81. P. 21–29.
- Brückner U., Epishin A., Link T. Local X-ray diffraction analysis of the structure of dendrites in single-crystal nickel-base superalloys // Acta Materialia. 1997. Vol. 45. No. 12. P. 5223–5231.
- 56 Петрушин Н.В., Игнатова И.А., Логунов А.В., Самойлов А.И., Разумовский И.М. Исследование размерного несоответствия периодов кристаллических решеток γ- и γ'-фаз на характеристики жаропрочности дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов // Известия АН СССР. Металлы. 1981. № 6. С. 153–159.
- 57 Nabarro F.R.N. Rafting in superalloys // Metallurgical and Materials Transactions A. 1996.
 V. 27. No. 3. P. 513–530.
- 58 Епишин А.И., Светлов И.Л., Brückner U., Link T., Portella P. Голубовский Е.Р. Высокотемпературная ползучесть монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов с ориентацией [001] // Материаловедение. 1999. № 5. С. 32–42.
- 59 Matan N., Cox D. C., Rae C. M., Reed R. C. On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals // Acta Materialia. 1999. Vol. 47. P. 2031–2045.
- Epishin A., Petrushin N., Nolze G., Gerstein G., Maier H.J. Investigation of the γ'-strengthened quaternary Co-based alloys Co-Al-W-Ta // Metallurgical and Materials Transactions A. 2018. Vol. 49. No. 9. P. 4042–4057. https://doi.org/10.1007/s11661-018-4756-3.
- 61 Ai S.H., Lupinc V., Onofrio G. Influence of precipitate morphology on high temperature fatigue crack growth of a single crystal nickel base superalloy // Scripta Metallurgica at Materialia. 1993. Vol. 29. P. 1385–1390.

- 62 Ott M., Mughrabi H. Dependence of the high-temperature low-cycle fatigue behavior of the monocrystalline nickel base superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the γ/γ' -morphology // Materials Science and Engineering A. 1999. Vol. 272. P. 24–30.
- 63 Epishin A., Link T., Nazmy M., Staubli M. Klingelhöffer H., Nolze G. Microstructural degradation of CMSX-4: kinetics and effect on mechanical properties // Superalloys 2008. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2008. P. 725–731.
- 64 Gao S., Fivel M., Ma A., Hartmaier A. Influence of misfit stresses on dislocation glide in single crystal superalloys: A three-dimensional discrete dislocation dynamics study // J. Mech. Phys. Solids. 2015. V. 76. P. 276–290.
- 65 Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Физико-химические и структурные характеристики жаропрочных никелевых сплавов // Металлы. 2001. № 2. С. 63–73.
- 66 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Чабина Е.Б., Тимофеева О.Б. О фазовых и структурных превращениях в жаропрочных ренийсодержащих сплавах монокристаллического строения // Литейное производство. 2008. № 7. С. 1–7.
- 67 Huang W., Chang Y.A. A thermodynamic description of the Cr–Ni–Re–Al system // Mat. Sciences and Eng. 1999. Vol. A259. P. 110-119.
- 68 Feng Q., Nandy T.K., Tin S., Pollock T.M. Solidification of high-refractory rutheniumcontaining superalloys // Acta Materialia. 2003. Vol. 51. No. 1. P. 269–284.
- 69 Massalski T.B. Binary alloy phase diagrams. ASM International. 1990.
- 70 Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Влияние легирования на температуру плавления интерметаллида Ni₃Al // Вопросы материаловедения. 2017. № 1 (89). С. 75–83.
- 71 Feng Q., Carroll L.J., Pollock T.M. Solidification segregation in ruthenium-containing nickelbased superalloys // Metallurgical and Materials Transaction A. 2006. Vol. 37A. P. 1949–1962.
- 72 Rowland L.J., Feng Q., Pollock T.M. Microstructural stability and creep of Ru-containing nickel-base superalloys // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2004. P. 697–706.
- Hobbs R.A., Tin S., Rae C.M.F., Broomfield R.W., Humphreys C.J. Solidification characteristics of advanced nickel-base single crystal superalloys // Superalloys 2004.
 Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2004. P. 819–825.
- Lirong L., Tao J., Jingjing L., Xiaofeng S., Zhuangqi H. Calculation and experiments on the solidification behavior of single crystal superalloy containing Ru // Advanced material Science.
 2013. No. 33. P. 305–310.
- 75 Вертоградский В.А., Рыкова Т.П. Измерение температурных границ фазовых и структурных превращений в никелевых сплавах типа ЖС посредством

дифференциального термического анализа. Руководящий технический материал. 1984. 24 с.

- Mabruri E., Sakurai S., Murata Y., Koyama T., Morinaga M. Diffusion and γ' phase coarsening kinetics in ruthenium containing nickel based alloys // The Japan Institute of Metals. 2008. Vol. 49. No. 4. P. 792–799.
- 77 Мартин Дж., Доэрти Р. Стабильность металлических систем: Пер. с англ. М: Атомиздат, 1978. 280 с.
- 78 Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Елютин Е.С. Рений в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах для лопаток газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S 5. C. 5–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-S5-5-16
- 79 Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Оспенникова О.Г. Литейные жаропрочные никелевые сплавы // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. № 6. С. 16–21.
- 80 Каблов Е. Н., Петрушин Н. В., Светлов И.Л, Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД // Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 6–16.
- Huang M., Zhu J. An overview of rhenium effect in single-crystal superalloys // Rare Metals.
 2016. Vol. 35. No. 2. P. 127–139. DOI:10.1007/s12598-015-0597-z.
- 82 Ding Q., Li S., Chen L.-Q., Han X., Zhang Z., Yu Q, Li J. Re segregation at interfacial dislocation network in nickel-base superalloys // Acta Materialia. 2018. Vol. 154. P. 137–146. DOI:10.1016/j.actamat.2018.05.025.
- Lilensten L., Kürnsteiner P., Mianroodi J.R., Cervellon A., Moverare J., Segersäll M., Antonov S., Kontis P. Segregation of solutes at dislocations: A new alloy design parameter for advanced superalloys // Superalloys 2020. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2020. P. 41–51. DOI:10.1007/978-3-030-51834-9_4.
- 84 Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир. 1972. 408 с.
- Wang X.G., Liu J.L., Jin T., Sun X.F. The effects of ruthenium addition on tensile deformation mechanisms of single crystal superalloys at different temperatures // Materials and Design. 2014. Vol. 63. P. 286–293. http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.06.009.
- 86 Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Голубовский Е.Р., Хвацкий К.К., Щеголев Д.В., Елютин Е.С. Механические свойства монокристаллов никелевого жаропрочного сплава, содержащего рений и рутений // Деформация и разрушение материалов. 2008. № 11. С. 26–35.
- Shah D., Cetel A. Evaluation of PWA1483 for large single crystal IGT blade applications
 // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2000. P. 295–304.

- 88 Argence D., Vernault C., Desvallées Y., Fournier D. MC-NG: A 4th generation single-crystal superalloy for future aeronautical turbine blades and vanes // Superalloys 2000. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2000. P. 829–837.
- 89 Third generation nickel base single crystal superalloy TMS-75 (TMD-103) [Электронный pecypc] // Developed under NIMS / KHI collaboration. 2006. 6 p. URL: http://sakimori.nims.go.jp (дата обращения 07.04.2022).
- 90 Nickel base single crystal superalloy TMS-138 [Электронный ресурс] // Developed under NIMS / IHI collaboration. 2004. 6 p. http://sakimori.nims.go.jp (дата обращения 07.04.2022).
- 91 Caron P., Diologent F., Drawin S. Influence of chemistry on the tensile yield strength of nickelbased single crystal superalloys // Proc. Conf. Eurosuperalloys 2010. Switzerland. Scientific net Trans. Tech. Publications. Advanced Materials Research. 2011. Vol. 278. P. 345–350. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.278.345.
- 92 Ni-based single crystal superalloy: pat. 2010143182 (US) Int. Cl. C22C 19/05 / A. Sato,
 H. Harada, K. Kawagishi, T. Kobayashi et al.; publ. Jun. 10, 2010.
- 93 Ni-based single crystal superalloy: pat. 2004053177 (WO) Int. Cl. C22C 19/05 / T. Kobayashi,
 Y. Koizumi, T. Yokokawa, H. Harada et al.; publ. Jun. 24, 2004.
- Ni-base superalloy and method for producing the same: pat. 2009317288 (US) Int. Cl. C22C
 19/05, C22F 1/10 / T. Yokokawa, Y. Koizumi, H. Harada, T. Kobayashi; publ. Dec. 24, 2009.
- Ni-based single crystal superalloy and alloy member obtained from the same: pat. 2011142714 (US) Int. Cl. C22C 19/05, C22C 30/00 / H. Harada, Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa et al.; publ. Jun. 16, 2011.
- 96 Ni-based single crystal superalloy and component using the same as substrate: pat. 2011262299 (US) Int. Cl. C22C 19/05 / H. Harada, Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa et al.; publ. Oct. 27, 2011.
- 97 Nickel-base single-crystal superalloy and turbine wing using same: pat. 2012034098 (US) Int.
 Cl. F01D 5/14, C22C 30/00, C22C 19/05 / Y. Aoki, N. Sekine, A. Sato, K. Miyata et al.; publ.
 Feb. 09, 2012.
- 98 Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Елютин Е.С. Синергическое влияние рения и рутения на длительную прочность монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов Ш-IV поколений // Физика металлов и металловедение. 2022. Т. 123. № 8. С. 888–894.
- 99 Link T., Epishin A., Fedelich B. Inhomogeneity of misfit stresses in nickel-base superalloys: effect on propagation of matrix dislocation loops // Philosophie Magazine. 2009. Vol. 89. P. 1141–1159.

- 100 Svetlov I.L., Golovko B.A., Epishin A.I., Abalakin N.P. Diffusional mechanism of γ'-phase particles coalescence in single crystals in nickel-base superalloys // Scripta Metallurgica Materialia. 1992. Vol. 26. No. 9. P. 1353–1358.
- 101 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Конакова И.П., Попов Н.А., Квасницкая Ю.Г. Структурные и фазовые превращения в монокристаллическом никелевом сплаве, легированном рением и рутением, в условиях испытаний на длительную прочность // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 8 (722). С. 55–59.
- 102 Епишин А.И., Линк Т., Нольце Г., Светлов И.Л, Бокштейн Б.С., Родин А.О., Саливан Р., Нойман Г.О. Диффузионные процессы в многокомпонентной системе никелевый жаропрочный сплав-никель // Физика металлов и металловедение. 2014. Т. 115. № 1. С. 23–31.
- Reed R.C., Matan N., Cox D.C., Rist M.A., Rae C.M.F. Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature // Acta Materialia. 1999. Vol. 47. No. 12. P. 3367–3381.
- 104 Epishin A., Link T., Bruckner U., Portella P.D. Kinetics of topological inversion of the γ/γ'microstructure during high temperature creep of a nickel-base superalloy // Acta Materialia. 2001. Vol. 49. No. 19. P. 4017–4023.
- 105 Морозова Г.И., Тимофеева О.Б., Петрушин Н.В. Особенности структуры и фазового состава высокорениевого никелевого жаропрочного сплава // Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. № 2 (644). С. 10–16.
- 106 Rae C.M.F., Karunaratne M.S.A., Small C.J. et al. Topologically close packed phase in an experimental rhenium-containing single crystal superalloy // Superalloys 2000. Minerals, Metals & Materials. Society. Pennsylvania. 2000. P. 767–776.
- 107 Dorolia R., Lahrman D.F., Field R.D. Formation of topologically closed packed phase in nickel-base single-crystal superalloys // Superalloys 1988. Pennsylvania, TMS-AIME. 1988. P. 255–265.
- 108 Matuszewski K., Rettig R., Matysiak H., Peng Z., Povstugar I., Choi P., Müller J., Raabe D., Spiecker E. Kurzydłowski K.J., Singer R.F. Effect of ruthenium on the precipitation of topologically close packed phases in nickel-base superalloys of 3rd and 4th generation // Acta Materialia. 2015. Vol. 95. P. 274-283.
- Seiser B., Drautz R., Pettifor D.G. TCP phase predictions in Ni-based superalloys: Structure maps revisited // Acta Materialia. 2011. No. 59. P. 749–763. DOI: 10.1016/j.actamat.2010.10.013.
- 110 Wilson A.S. Formation and effect of topologically close-packed phases in nickel-base superalloys // Energy Materials. 2016. Vol. 11. No. 4. P. 1108–1118.

- 111 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Попов Н.А. Структура и свойства монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2016. 160 с.
- 112 Alekseev A,A., Petrushin N.V., Zaitsev D.V., Treninkov I.A., Filonova E.V. Precipitation in solid solution and structural transformation in single crystals of high rhenium-ruthenium containing nickel superalloys at high temperature creep // Proceedings of the 9th Liége-Conference on Materials for Advanced Power Engineering. 27–29.09.2010. Liége: Schriften des Forschungszentrum Julich. 2010. P. 733–740.
- 113 Matuszewski K., Müller A., Ritter N., Rettig R., Kurzydłowski K.J., Singer R.F. On the thermodynamics and kinetics of TCP phase precipitation in Re- and Ru-containing Ni-base superalloys // Advanced Engineering Materials. 2015. Vol. 17. No. 8. P. 1127–1133.
- Heckl A., Neumeir S., Cenanovic S., Goken M., Singer R.F. Reasons for enhanced phase stability of Ru-containing nickel-base superalloys // Acta Materialia. 2011. Vol. 59.
 P. 6563–6573. DOI:10.1016/j.actamat.2011.07.002
- 115 Neumeier S., Pyczak F., Göken M. The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the γ- and γ'-phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behavior // Superalloys 2008. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2008. P. 109–119.
- 116 Rettig R., Singer R.F. Influence of ruthenium on topologically close packed phase precipitation in single-crystal Ni-based superalloys: numerical experiments and validation // Superalloys 2012. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2012. P. 205–214.
- Matuszewski K., Rettig R., Singer R. The effect of Ru on precipitation of to topologically close packed phases in Re-containing Ni base superalloys: quantitative FIB-SEM investigation and 3D image modeling // Proceedings of 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications (Eurosuperalloys 2014). MATEC Web of Conferences. 2014. 14. 09001. P. 129–134. DOI: 10.1051/matecconf/20141409001.
- Sato A., Koizumi Y., Kobayashi T. et. al. TTT Diagram for TCP Phases Precipitation of 4th Generation Ni-Base Superalloys // The Japan Institute of Metals. 2004. Vol. 68. № 8.
 P. 507–510.
- 119 Medvedeva N.I., Ivanovskii A.L. Ab-initio study of Re and Ru effect on stability of TCP nanoparticles in Ni-based superalloys // Nanosystems: physics, chemistry, mathematics. 2014. № 5 (4). P. 486–493.
- 120 Сидоров В.В., Ригин В.Е., Бурцев В.Т. Особенности выплавки ренийсодержащих безуглеродистых жаропрочных сплавов для литья монокристаллических лопаток ГТД. // Авиационные материалы и технологии. Вып. Высокорениевые жаропрочные сплавы.

Технология и оборудование для производства сплавов и литья турбинных лопаток ГТД. М.: ВИАМ, 2004. С. 72–80.

- 121 Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технология и оборудование. М.: ВИАМ, 2016. 368 с.
- 122 Каблов Д.Е., Шомполов Е.Г., Сидоров В.В., Горюнов А.В. Вакуумная индукционная плавильно-разливочная установка VIM 12 IIIHMC для получения высококачественных жаропрочных никелевых сплавов [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2014. № 5. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения 21.10.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-5-5.
- 123 Каблов Е.Н., Герасимов В.В., Висик Е.М. Технологические особенности получения монокристаллических образцов и турбинных лопаток из высокорениевых жаропрочных сплавов на установках УВНК-9 и ВИАМ-1790 // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 185–193.
- 124 Каблов Е.Н., Толораия В.Н. ВИАМ основоположник отечественной технологии литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД и ГТУ // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. C. 105–117.
- 125 Каблов Е.Н., Герасимов В.В., Висик Е.М. Управление структурой жаропрочных сплавов при изготовлении лопаток ГТД направленной кристаллизации // Авиационная промышленность. 1999. № 2.
- 126 Каблов Е.Н., Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. История развития технологии направленной кристаллизации и оборудования для литья лопаток газотурбинных двигателей [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2020. № 3 (87). С. 3–12. URL: http://www.viamworks.ru (дата обращения 18.10.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-3-12.
- 127 Вигдорович В. Н., Вольпяи А. Е., Курдюмов Г. М. Направленная кристаллизация и физико-химический анализ. М.: Химия, 1976. 200 с.
- 128 Петрушин Н.В., Монастырская Е.В. Применение направленной кристаллизации к решению проблем разработки и оптимизации жаропрочных материалов // Материаловедение. 1998. № 5. С. 2–10.
- 129 Gigliotte M.F.X, Henry M.F. Segregation in a plane front solidified γ/γ' -TaC alloy // Proc. of Conf. on in Situ Composites II. Xerox Individualized Publishing: Lexington. 1976. P. 253–265.
- 130 Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Федоров В.А., Абалакин Н.П. Сегрегация легирующих элементов в процессе направленной кристаллизации эвтектических сплавов // Физика металлов и металловедение. 1984. Т. 52. Вып. 2. С. 342–348.
- 131 Epishin A., Brückner U., Portella P.D., Link T. Influence of small rhenium additions on the lattice spacing of nickel solid solution // Scripta Materialia. 2003. Vol. 48. P. 455–459.

- 132 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Филонова Е.В., Назаркин Р.М. // Сегрегация легирующих элементов в процессе кристаллизации с плоским фронтом γ'-упрочненного Co–Al–W–Ta жаропрочного сплава // Вестник РФФИ. 2015. № 1 (85). С. 11–17.
- 133 Petrushin N.V., Elyutin E.S., Dzhioeva E.S., Nazarkin R.M. Structural phase characteristics of rhenium- and ruthenium-containing high-temperature eutectic γ/γ'-NbC composites // Inorganic Materials: Applied Research. 2015. Vol. 6. No. 5. P. 445–453.
- 134 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Джиоева Е.С., Назаркин Р.М. Структурно-фазовые характеристики жаропрочных эвтектических композитов γ/γ'-NbC, содержащих рений и рутений // Перспективные материалы. 2015. № 3. С. 22–33.
- 135 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Раевских А.Н., Тренинков И.А. Высокоградиентная направленная кристаллизация интерметаллидного сплава на основе Ni₃Al системы Ni–Al–Ta, упрочненного фазой TaC [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2017. № 3 (51). URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 11.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-3-1-1.
- 136 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Чабина Е.Б. Фазовые и структурные превращения при направленной кристаллизации с плоским фронтом интерметаллидных эвтектических сплавов на основе никеля [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2020. № 3 (87). URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 21.10.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-13-29.
- 137 Курц В., Зам П.Р. Направленная кристаллизация эвтектических материалов.
 М.: Металлургия, 1980. 271 с.
- 138 Монастырский В.П. Условия создания высокого градиента температуры при выращивании монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов методом направленной кристаллизации // Физика и химия обработки материалов. 2004. № 6. С. 77–83.
- Epishin A.I., Svetlov I.L., Petrushin N.V., Loshchinin Yu.V., Link T. Segregation in single crystal nickel-base superalloys // Defect and Diffusion Forum. 2011. Vol. 309–310.
 P. 121–126. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.309-310.121.
- 140 Тренинков И.А., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Светлов И.Л., Нольце Г., Елютин Е.С. Экспериментальное определение температурной зависимости структурно-фазовых параметров никелевого жаропрочного сплава. // Материаловедение. 2021. № 7. С. 3–12. DOI: 10.31044/1684-579X-2021-07-3-12.
- 141 Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Рощина И.Н. Размерное несоответствие кристаллических решеток γ- и γ'-фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах // Авиационные материалы и технологии. 2004. № 1. С. 48–57.

- 142 Самойлов А.И., Назаркин Р.М., Моисеева Н.С. Определение мисфита во фрагментированных монокристаллах никелевых жаропрочных сплавах [Электронный pecypc] // Труды ВИАМ. 2013. № 5. Ст. 02. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения 11.04.2023).
- 143 Назаркин Р.М. Рентгенодифракционные методики прецизионного определения параметров кристаллических решеток никелевых жаропрочных сплавов (краткий обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). C. 41-48. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-41-48.
- 144 Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов.М.: Машиностроение, 1998. 464 с.
- 145 Петрушин Н.В., Аргинбаева Э.Г., Елютин Е.С., Тренинков И.А. Структурно-фазовые характеристики интерметаллидного сплава на основе Ni₃Al после высокоградиентной направленной кристаллизации и селективного лазерного сплавления // Электрометаллургия. 2018. № 5. С. 7–16.
- 146 Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н. и др. Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 336 с.
- 147 Chakravorty S., West D.R.F. Constitution of Ni₃Al–Ni₃Mo–Ni₃W section of Ni–Al–Mo–W system // Materials Science and Technology. 1986. Vol. 2. No. 10. P. 989–996.
- 148 Барабаш О.М., Коваль Ю.Н. Кристаллическая структура металлов и сплавов. Справочник. Киев: Наукова Думка, 1986. 598 с.
- Yu X.X., Wang C.Y., Zhang X.N., Yan P., Zhang Z. Synergistic effect of rhenium and ruthenium in nickel-base superalloys // Journal of Alloys and Compounds. 2004. Vol. 51.
 P. 327–331. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.07.201.
- Hilpert K., Kobertz D., Venugopal V. et al. Phase diagram studies on the Al–Ni system
 // Zeitschrift fur Naturforschung. 1987. Vol. 42a. P. 1327–1332.
- 151 Удовский А.Л., Олдаковский И.В., Молдавский В.Г. О ревизии диаграммы состояния системы никель-алюминий // Доклады АН СССР. 1991. Т. 317. № 1. С. 161–165.
- 152 Хансен М., Андерко К. Структура двойных сплавов. В 2-х томах. М.: Металлургиздат,
 1962. 1488 с.
- Bremer F.J., Beyss M., Karthaus E. et al. Experimental analysis of the Ni–Al phase diagram
 // J. Crystal Growth. 1988. Vol. 87. No. 2-3. P. 185–192.
- Verhoeven J.D., Lee J.H., Laabs F.C., Jones L.L. The phase equilibria of Ni₃Al evaluated by directional solidification and diffusion couple experiment // J. Phase Equilibrium. 1991. Vol. 12. No. 1. P. 15–23.

- 155 Акшенцев Ю.Н., Степанова Н.Н., Сазонова В.А., Родионов Д.П. Ростовая структура монокристаллов Ni₃Al, легированных третьим элементом // Физика металлов и металловедение. 1997. Т. 84. Вып. 3. С. 130–137.
- 156 Елютин Е.С., Петрушин Н.В., Карачевцев Ф.Н., Чабина Е.Б. Растворимость рения и рутения в γ'-фазе и физико-химические свойства никелевых сплавов системы Ni–Al–Re–Ru [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2023. № 6 (124). Ст. 01. URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 22.06.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-3-14.
- 157 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. C. 36–51.
- 158 Орехов Н.Г., Глезер Г.М., Кулешова Е.А., Толораия В.Н. Современные литейные жаропрочные сплавы для рабочих лопаток газотурбинных двигателей // Металловедение и термическая обработка металлов. 1993. № 7. С. 32–36.
- 159 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Бронфин М.Б., Алексеев А.А. Особенности монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением // Металлы. 2006. № 5. С. 47–57.
- 160 Голиков И.Н., Масленков С.Б. Дендритная ликвация в сталях и сплавах. М.: Металлургия, 1977. 224 с.
- Зайцев Д.В., Тренинков И.А., Алексеев А.А. Ультрадисперсные пластинчатые выделения в жаропрочных никелевых сплавах // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 49 55.
- 162 Епишин А.И., Линк Т., Брюкнер У., Феделих Б. Остаточные напряжения в дендритной структуре монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов // Физика металлов и металловедение. 2005. Т. 100. № 2. С. 104–112.
- 163 Brückner U., Epishin A., Link T. Local x-ray diffraction analysis of the structure of dendrites in single-crystal nickel-base Superalloys // Acta Materialia. 1997. Vol. 45. P. 5223–5231.
- 164 Епишин А.И., Линк Т. Пористость в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов // Металлы. 2005. № 6. С. 85–93.
- Epishin A.I., Svetlov I.L., Petrushin N.V., Loshchinin Yu.V., Link T. Segregation in single crystal nickel-base superalloys // Defect and Diffusion Forum. 2011. Vol. 309–310.
 P. 121–126.
- 166 Fu C.L., Reed R., Janotti A., Kremar M. On the diffusion of alloying elements in the nickelbase superalloys // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2004. P. 867–876.

- Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2004. № 1. С. 3–21.
- 168 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Назаркин Р.М., Пахомкин С.И., Колодочкина В.Г., Фесенко Т.В., Джиоева Е.С. Сегрегация легирующих элементов в направленно закристаллизованных жаропрочных никелевых сплавах, содержащих рений и рутений // Вопросы материаловедения. 2015. № 1 (81). С. 27–37.
- Petrushin N.V., Elyutin E.S., Nazarkin R. M., Pakhomkin S.I., Kolodochkina V. G., Fesenko T. V., Dzhioeva E. S. Segregation of alloying elements in directionally solidified Re–Ru-containing Ni-based superalloys // Inorganic Materials: Applied Research. 2016. Vol. 7. No. 6, P. 824–831.
- Sato J., Omori T., Oikawa K., Ohhnuma I., Kainuma R., Ishida K. Cobalt-base high-temperature alloys // Science. 2006. Vol. 312. P. 90–91. https://doi.org/10.1126/science.1121738.
- 171 Pollock T.M., Dibbern J., Tsunekane M., Zhu J., Suzuki A. New Co-based γ-γ' hightemperature alloys // JOM. 2010. Vol. 62. P. 58–63. https://doi.org/10.1007/s11837-010-0013-y
- Lass E.A., Sauza D.J., Dunand D.C., Seidman D.N. Multicomponent γ'-strengthened Co-base superalloy with increased solvus temperatures and reduced mass densities // Acta Materialia. 2018. Vol. 147. P. 284–295. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.01.034.
- 173 Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Епишин А.И., Нольце Г., Елютин Е.С. Соловьев А.Е. Влияние знак γ/γ'-мисфита на микроструктуру и длительную прочность монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов // Материаловедение. 2022. № 3. С. 17–26.
- 174 Епишин А.И., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Нольце Г. Модель для прогнозирования температурной зависимости γ/γ'-мисфита в жаропрочных никелевых сплавах // Материаловедение. 2021. № 3. С. 9–18.
- Heckl A., Neumeier S., Göken M., Singer R.F. The effect of Re and Ru on γ/γ' microstructure,
 γ-solid solution strengthening and creep strength in nickel-base superalloys // Materials Science and Engineering A. 2011. Vol. A528. No. 9. P. 3435–3444.
 https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.023.
- Karunaratne M.S.A., Kyaw S., Jones A., Morrell R., Thomson R. C. Modeling the coefficient of thermal expansion in Ni-based superalloys and bond coatings // J. Materials Science. 2016.
 Vol. 51. P. 4213–4226.
- 177 Glatzel U. Microstructure and internal strains of undeformed and creep-deformed samples of a nickel-base superalloy. Berlin: Verlag Dr. Köster. 1994. 80 p.

- 178 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 56–78.
- 179 E.H., Петрушин B.B., И.М. Разработка Каблов H.B., Сидоров Демонис монокристаллических высокорениевых жаропрочных никелевых сплавов методом компьютерного конструирования // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 79-97.
- 180 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД // Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 6–16.
- 181 Петрушин Н.В., Висик Е.М., Елютин Е.С. Усовершенствование химического состава и структуры литейного жаропрочного никелевого сплава с малой плотностью. Часть 2 [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. 2021. № 4 (98). URL: http://www.viam-works.ru (дата обращения: 11.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-3-15.
- 182 Задгенидзе И.Г. Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем. М.: Наука, 1976. 390 с.
- 183 Морозова Г.И. Сбалансированное легирование жаропрочных никелевых сплавов // Металлы. 1993. № 1. С. 38–41.
- 184 Самойлов А.И., Морозова Г.И., Кривко А.И., Афоничева О.С. Аналитический метод оптимизации легирования жаропрочных никелевых сплавов // Материаловедение. 2000. № 2. С. 14–17.
- Morinaga M., Yukawa N., Adachi H., Ezaki H. New phacomp and its applications to alloy design // Superalloys 1984. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 1984.
 P. 523–532.
- 186 Ohno T., Watanabe R., Tanaka K. Development of a nickel-base single crystal superalloy containing molybdenum by an alloy designing method // J. of the Iron and Steel Inst. of Japan. 1988. Vol. 74. No. 11. P. 133–140.
- 187 Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Висик Е.М., Голынец С.А. Разработка монокристаллического жаропрочного никелевого сплава V поколения // Металлы. 2017. № 6. С. 38–51.
- 188 Расчет параметров жаропрочных никелевых сплавов: свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ RU 2019661855 / Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин, И.В. Ананьев; заявл. 28.08.2019; опубл. 10.09.2019.
- 189 Епишин А.И., Линк Т. Пористость в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов // Металлы. 2005. № 6. С. 85–91.

- 190 Логунов А.В., Шмотин Ю.Н., Маринин С.Ф., Тихонов А.А., Захаров Ю.Н. Теоретические основы газостатической обработки литых деталей с монокристаллической структурой из жаропрочных никелевых сплавов // Вестник Московского государственного открытого университета. Москва. Серия: Техника и технология. 2010. № 2. С. 27–35.
- 191 Логунов А.В., Тихонов А.А., Маринин С.Ф., Береснев А.Г., Разумовский И.М., Шмотин Ю.Н., Виноградов А.И., Новиков А.С., Вертий К.Б. Газостатическое уплотнение лопаток с монокристаллической структурой из сплава ЖСЗ2 // Материаловедение. 2011. № 3. С. 38–45. DOI: 10.31044/1684-579Х-2021-07-3-12
- 192 Epishin A., Link T., Fedelich B., Svetlov I., Golubovskiy E. Hot isostatic processing of single crystal nickel-base superalloys mechanism of pore closure and effect on mechanical properties // MATEC WEB of Conference. 2014. Vol. 14. P. 08003. DOI: 10.1051/matecconf/2014141/3009.
- 193 Бокштейн Б.С., Бокштейн С.З., Жуховицкий А.А. Термодинамика и кинетика диффузии в твердых телах. М.: Металлургия, 1974. 279 с.
- 194 Авиационные материалы: справочник в 13 т. Т. З. Литейные жаропрочные и интерметаллидные сплавы на никелевой основе. 7-е изд., перераб. и доп. / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2022. 192 с.
- 195 Толораия B.H., Каблов E.H., Демонис И.М. Технология получения монокристаллических отливок турбинных лопаток ГТД заданной кристаллографической ориентации ИЗ ренийсодержащих жаропрочных сплавов // Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД. М.: ВИАМ. 2004. С. 107-118.
- 196 Ножницкий Ю.А., Голубовский Е.Р. Обеспечение прочностной надежности монокристаллических рабочих лопаток высокотемпературных турбин перспективных ГТД // Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение: тр. междунар. научн.-техн. конф. М.: ВИАМ. 2006. С. 65–71.
- 197 Miner R.V., Voigt R.S., Gayda J., Gabb T.P. Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy René N4: Part I. Tensile behavior // Metallurgical Transactions A. 1986. Vol. 17. Is. 3. P. 491–496.
- 198 Sass V., Glatzel U., Feller-Kniepmeier M. Creep anisotropy in monocrystalline nickel-base superalloy CMSX-4 // Superalloys 1996. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 1996. P. 283–290.
- 199 Голубовский Е.Р., Светлов И.Л. Температурно-временная зависимость анизотропии длительной прочности монокристаллов ЖНС // Проблемы прочности. 2002. № 2. С. 5–19.

- 200 Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Голубовский Е.Р., Хвацкий К.К., Щеголев Д.В., Елютин Е.С. Механические свойства монокристаллов никелевого жаропрочного сплава, содержащего рений и рутений // Деформация и разрушение материалов. 2008. № 11. С. 26–35.
- 201 Петрушин Н.В., Висик Е.М., Горбовец М.А., Назаркин Р.М. Структурно-фазовые характеристики и механические свойства монокристаллов жаропрочных никелевых ренийсодержащих сплавов с интерметаллидно-карбидным упрочнением // Металлы. 2016. № 4. С. 57–70.
- 202 Sengupta A., Putatunda S.K., Bartoslewicz L., Hangas J., Nailos P.J., Peputapeck M., Alberts F.E. Tensile behavior of a new single-crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures // Journal of Materials Engineering and Performance. 1994. Vol. 3 (1). February. P. 73–81.
- 203 Kawagishi K., Yeh An-C., Yokokawa T., Kobayashi T., Koizumi Y., Harada H. Development of an oxidation-resistant high-strength sixth-generation single-crystal superalloy TMS-238 // Superalloys 2012. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society. 2012. P. 189–195.
- 204 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Компьютерное конструирование жаропрочного никелевого сплава IV поколения для монокристаллических лопаток газовых турбин // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 98–115.