

На правах рукописи



ТАРМОСИН Евгений Владимирович

**ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРОШКОВОГО
ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ЭП741НП ПРИ
ИСПОЛЬЗОВАНИИ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ПОРОШКОВ**

Специальность: 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном
учреждении высшего образования «Московский авиационный институт
(национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель:

доктор технических наук, доцент

Серв Михаил Михайлович, профессор кафедры технологий и систем автоматизированного проектирования металлургических процессов ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (г. Москва)

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, **Пашков Игорь Николаевич**, профессор кафедры литейных технологий и художественной обработки материалов ФГАОУ ВО «НИТУ «МИСиС» (г. Москва)

кандидат технических наук **Батиенков Роман Викторович**, старший научный сотрудник института порошковой металлургии ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» (г. Москва)

Ведущая организация:

ФГБОУ ВО «Московский государственный машиностроительный университет (МАМИ)» (г. Москва)

Защита состоится «24» ноября 2016г. в 16⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, главный корпус, ауд. 118.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ФГАОУ ВО «СПбПУ» и на сайте www.spbstu.ru.

Автореферат разослан " " сентября 2016г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.229.03
кандидат технических наук



Климова О.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Развитие современного двигателестроения с каждым днем предъявляет все более высокие требования к надежности и экономичности газотурбинных двигателей, к ресурсу их работы. Важная роль в этом направлении отводится исследованиям в области порошковой металлургии. Многие детали горячего тракта авиакосмических двигателей изготавливают из никелевых жаропрочных сплавов методами металлургии гранул, позволяющими получать порошки со скоростями охлаждения расплава 10^3 - 10^4 °C/с. Подобные скорости кристаллизации придают уникальные свойства порошкам, в частности:

- получение ячеистой структуры за счет диспергирования структурных элементов;
- увеличение содержания легирующих компонентов в твердом растворе.

Указанные свойства дают компактным заготовкам ряд преимуществ в сравнении с классическими металлургическими технологиями:

- подавление дендритной ликвации легирующих компонентов и вместе с этим неравновесной эвтектики, что позволяет повысить химическую однородность в объеме готового изделия;
- сохранение достаточно высокой способности металла к холодной и горячей пластической деформации, несмотря на высокую легированность сплавов

Указанные выше свойства быстрозакаленных материалов и изделий из них привели к созданию жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП и дальнейшему развитию методов быстрой кристаллизации.

Еще больше усилить указанный положительный эффект возможно благодаря разработке новых методов и приемов по увеличению скорости охлаждения расплава, в частности, этого можно добиться методами высокоскоростной закалки расплава, а также специальными мерами по более эффективному отведению тепла от расплава при кристаллизации. При этом важной проблемой является сохранение достигнутых свойств в порошках при технологических переделах уже в консолидированной заготовке. Консолидация порошка методом горячего изостатического прессования (ГИП) позволяет не только получить беспористые заготовки, но и участвует в формировании конечной микроструктуры изделия так же, как и последующая термообработка.

Предметом исследования являются порошки из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП, полученные с использованием методов сверхбыстрой кристаллизации расплава, а также компактные заготовки,

изготовленные из них, в состоянии после ГИП и после термической обработки.

Целью работы является исследование возможности повышения механических свойств жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП при комнатной и повышенной температурах за счет повышения скорости охлаждения расплава и корректирования режимов ГИП и термообработки.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Выбрать наиболее эффективные и производительные методы получения быстрозакаленных порошков.

2. Получить гранулы и быстрозакаленные порошки пластинчато-чешуйчатой формы (ПЧФ) методом центробежного плазменного распыления на медный водоохлаждаемый экран и порошки игольчатой формы методом экстракции висящей капли расплава из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП.

3. Исследовать термическую стабильность структуры гранул, быстрозакаленных порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы (ПЧФ).

4. Разработать технологию изготовления компактных заготовок из порошков пластинчато-чешуйчатой и игольчатой формы.

5. Исследовать процесс формирования структуры при горячем изостатическом прессовании порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы.

6. Определить рациональные режимы термической обработки компактных заготовок из порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы.

7. Провести сравнительные исследования микроструктуры и механических свойств компактных заготовок из гранул, порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы.

8. Изготовить экспериментальный образец заготовки диска и исследовать его механические свойства.

Методология и методы исследования. В рамках работы для достижения цели на установках УЦР и ЭВКР получали гранулы, порошки пластинчато-чешуйчатой и игольчатой форм, которые засыпали с предварительным уплотнением в стальные капсулы и дегазировали, после чего компактировали в газостате для получения беспористой заготовки. В работе использованы современные методы получения и обработки быстрозакаленных порошков и компактных заготовок из них, а также методы их исследования и анализа, включающие оптическую и растровую электронную микроскопию (РЭМ), рентгеноструктурный и

дифференциально-термический анализ (ДТА), электростатическую сепарацию и анализ кислорода методом окислительно-восстановительного плавления, механические испытания на кратковременную прочность при комнатной и повышенной температурах и др.

Научная новизна диссертационной работы:

1. Установлено, что повышение скорости охлаждения до $2,9 \cdot 10^5$ °C/с при получении порошков жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП методом экстракции висящей капли расплава по сравнению с гранульной технологией ($3,8 \cdot 10^4$ °C/с) повышает температуру полного растворения γ' -фазы с 1210 °C до 1228 °C.

2. Показано, что распределение легирующих элементов в термообработанных компактных заготовках из быстрозакаленных порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП после термической обработки более равномерно, в сравнении с аналогичными заготовками из гранул. Так же установлено, что зерно в искомым заготовках из пластинчато-чешуйчатых и игольчатых порошков более равномерно распределено по размерам, чем в заготовках из гранул.

3. Получены экспериментальные данные о механических свойствах при статических испытаниях на растяжение при комнатной и повышенной температурах компактных заготовок жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП из быстрозакаленных порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы.

Практическая значимость результатов работы:

1. Разработан процесс изготовления компактных заготовок из порошков пластинчато-чешуйчатой формы, который позволяет повысить предел прочности жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП при нормальных и повышенных температурах на 56 и 83 МПа соответственно.

2. Создана технология изготовления заготовки диска методом горячего изостатического прессования из порошков пластинчато-чешуйчатой формы из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП с повышенными показателями кратковременной прочности при 20 и 900 °C.

3. Определен эффективный режим горячего изостатического прессования для получения компактных заготовок из порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы с учетом метода изготовления: нагрев до температуры 1230 °C, выдержка 3 часа.

4. Скорректирован режим термической обработки компактных заготовок из порошков игольчатой и пластинчато-чешуйчатой формы с учетом метода изготовления: нагрев до 1230 °C, выдержка 8 часов, охлаждение с печью до 1190 °C, затем на воздухе и последующее старение

при 880 °С в течение 16 часов, охлаждение с печью до 770 °С, выдержка 16 часов, охлаждение на воздухе. Термическая обработка по данному режиму позволяет получить наиболее высокие значения кратковременной прочности компактных заготовок из сплава ЭП741НП из порошков пластинчато-чешуйчатой формы.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Результат исследований влияния методов получения быстрозакаленных порошков из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП на формирование структуры заготовок при горячем изостатическом прессовании и дальнейшей термической обработке.

2. Технологические режимы получения быстрозакаленных порошков ПЧФ и «иголок», их горячего изостатического прессования и термической обработки, обеспечивающих повышение кратковременной прочности жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП при комнатной и повышенной температурах.

3. Технология получения быстрозакаленных порошков и компактов из них, позволяющая изготавливать диски из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП с повышенными механическими свойствами.

Достоверность и обоснованность полученных результатов обеспечивается применением современного оборудования и независимых, взаимодополняющих методов исследования структуры, состава и свойств, а также повторяемостью результатов.

Личный вклад автора. Все изложенные в диссертационной работе оригинальные результаты получены автором лично, либо при его непосредственном участии. Автором осуществлялось проведение экспериментов, обработка экспериментальных данных, анализ результатов экспериментов и их интерпретация.

Апробация результатов работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 5 конференциях: Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия», МАТИ, 2010-2012, 2014 г.г., Молодежная конференция «Новые материалы и технологии в ракетно-космической технике, Звездный городок, 2011 г., XIX Научно-техническая конференция молодых ученых и специалистов, РКК «Энергия», 2012 г.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 7 работ, в том числе 2 статьи в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературных источников из 132 наименования. Материал диссертации изложен на 144 машинописных

страницах, включая 78 рисунков, 10 таблиц и перечень условных обозначений и сокращений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении дана общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, показаны научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе дан аналитический обзор отечественной и иностранной научно-технической литературы, касающийся вопросов влияния на структуру жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) легирующих элементов, скорости охлаждения, термической обработки. Проанализированы механизмы, позволяющие повысить прочностные свойства жаропрочных никелевых сплавов посредством гранульной металлургии. Основными механизмами являются – сильное измельчение зерна по сравнению с литыми заготовками, повышение однородности химического состава сплава и ее сохранение в процессе компактирования и термической обработки вплоть до предплавильных температур, возможность повышения термической стабильности упрочняющей γ' -фазы до более высоких температур по сравнению с литым материалом. Показано, что повышение скорости охлаждения расплава способствует усилению указанных выше эффектов.

Рассмотрены физико-химические аспекты, позволяющие понять происходящие изменения в материале при горячем изостатическом прессовании и термической обработке, оценить их влияние на прочностные характеристики сплавов. Рассмотрены наиболее производительные методы, позволяющие получать металлические порошки со скоростями охлаждения расплава более 10^5 °C/с, и параметры, влияющие на их форму, структуру и свойства.

Для проведения исследований выбраны методы центробежного плазменного распыления и экстракции висящей капли расплава. Данные методы обладают высокой производительностью, при этом позволяют получать быстрозакаленные порошки химически активных материалов в широком диапазоне скоростей кристаллизации расплава. В соответствии с изложенным были сформулированы цель и задачи работы, представленные выше.

Во второй главе представлены используемое в работе оборудование и материалы, а также методики исследования структуры и свойств получаемых быстрозакаленных порошков и компактных заготовок из них.

Объектом исследований в данной работе является никелевый жаропрочный сплав ЭП741НП. Данный сплав относится к классу дисперсноупрочняемых, в роли основного упрочнителя выступает

интерметаллидная γ' -фаза типа A_3B . Основным элементом, принимающим участие в ее формировании, является алюминий. Из заготовок-слитков представленного сплава методами центробежного плазменного распыления и экстракции висящей капли расплава получали быстрозакаленные порошки различной формы и с различными скоростями охлаждения. Для получения гранул использовали установку центробежного распыления УЦР. С целью повышения скорости охлаждения расплава установку оснастили медным водоохлаждаемым экраном, что позволило получать порошки пластинчато-чешуйчатой формы (ПЧФ). Порошки игольчатой формы («иголки») из сплава ЭП741НП получали на установке экстракции висящей капли расплава (ЭВКР). Для определения термической стабильности структуры и выявления температуры полного растворения γ' -фазы ($T_{П.Р.\gamma'}$) порошков использовали метод дифференциального термического анализа (ДТА), а также исследовали микротвердость термообработанных при различных температурах порошков на приборе Qness Q10M. Все порошки подвергались перед засыпкой в капсулы рассеву на вибросите и электростатической сепарации на приборе ЭЛКОР-1 для отделения неметаллических включений. Подпрессовку неравноосных порошков в капсулы осуществляли с помощью гидравлических прессов ДР 36 и ПА2642, после чего дегазировали и заваривали в вакуумной электропечи СНВ-6.12.12/341, оснащенной электронно-лучевой пушкой. Загерметизированные в капсулы порошки компактировали в газостате АВРА НІРР 10/26-200-2000. После чего компактные заготовки подвергались термической обработке в печи сопротивления типа ПЛ-10/16. До и после газостатирования в материале контролировалось содержание кислорода на газоанализаторе ELTRA ONH-2000.

Подготовленные микрошлифы исследовали методами оптической (микроскоп Axio Vert.A1) и сканирующей электронной микроскопии (Hitachi S-3400N). Анализ микроструктуры проводили с помощью анализатора изображений Thixomet Pro. Механические свойства компактных заготовок определяли методом растяжения цилиндрических образцов при 20 и 900 °С по ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84 на установке Schenck RMC 100.

В третьей главе приведены результаты исследования термической стабильности гранул, порошков ПЧФ и «иголок» из ЖНС ЭП741НП, а также разработан способ и оснастка для заполнения капсул порошками неравноосной формы.

На первом этапе исследовали внешний вид и микроструктуру быстрозакаленных частиц, полученных на установках центробежного плазменного распыления (УЦР) и экстракции висящей капли расплава. Гранулы представляют собой сферы диаметром 40-160 мкм, толщина частиц

порошка ПЧФ варьируется от 20 до 25 мкм, длина около 3-4 мм. Толщина «иголок» составляет 20-40 мкм при длине 5-6 мм. Внешний вид и микроструктура порошков показаны на рис. 1. Расстояние между осями дендритов второго порядка в гранулах составляет $1,05 \pm 0,05$ мкм, что соответствует скорости охлаждения расплава около $3,8 \cdot 10^4$ °C/с. Скорость охлаждения при получении порошков ПЧФ составляет $1,8 \cdot 10^5$ °C/с (дендритный параметр равен $0,62 \pm 0,05$ мкм), а «иголок» - $2,9 \cdot 10^5$ °C/с ($0,53 \pm 0,05$ мкм). Таким образом, скорость охлаждения при получении «иголок» и порошков ПЧФ на порядок выше, чем при затвердевании гранул. В порошках ПЧФ (Рис. 1, д.) и «иголках» (Рис. 1, е.) структура меняется по толщине. В зоне контакта частиц порошка с водоохлаждаемым экраном (порошки ПЧФ) либо диском-кристаллизатором («иголки») наблюдаются столбчатые кристаллы, ориентированные перпендикулярно поверхности. При увеличении толщины частиц от 10 до 20 мкм столбчатые кристаллы плавно переходят в дендриты, что говорит о постепенном уменьшении скорости охлаждения расплава от зоны контакта с теплоприемником к свободной поверхности частицы.

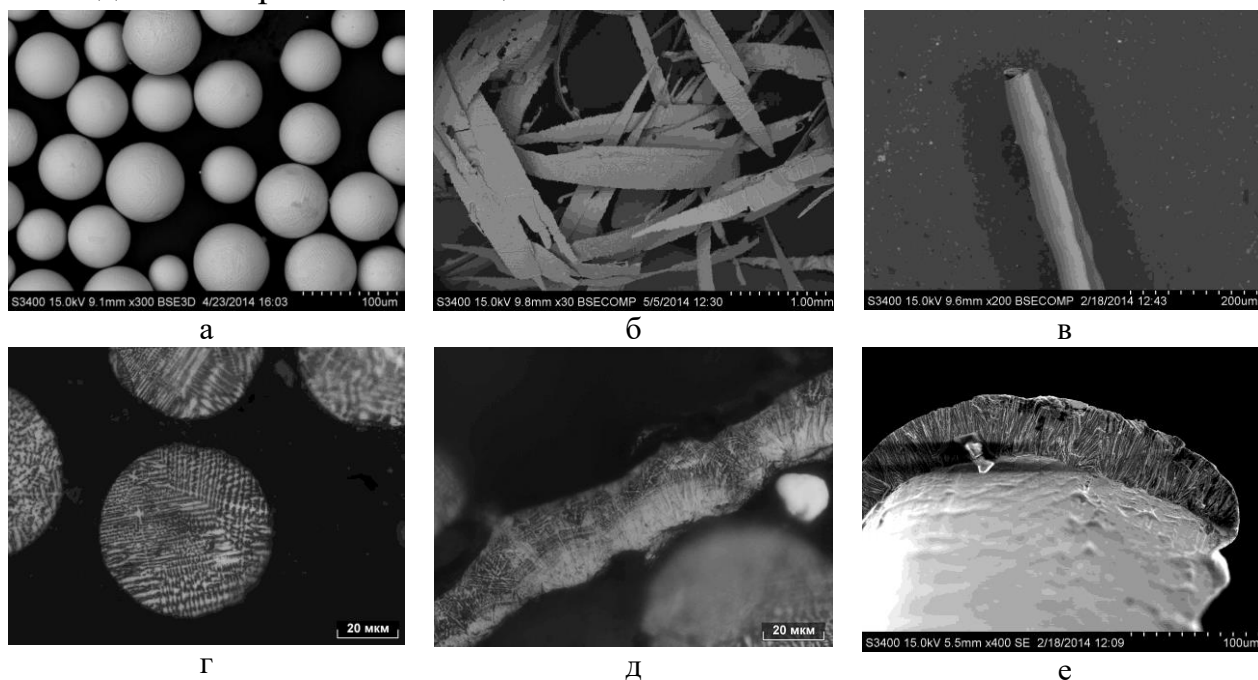


Рис. 1. Внешний вид и микроструктура быстрозакаленных порошков из ЖНС ЭП741НП: а, г – гранулы; б, д – порошки ПЧФ; в, е – «иголки»

Исследования термической стабильности структуры быстрозакаленных порошков проводили с помощью дифференциально термического анализа. Его результаты показывают (Рис. 2.), что по сравнению с литыми заготовками из сплава ЭП741НП существенно увеличивается температура полного растворения γ -фазы ($T_{П.Р.\gamma}$). Точка на графике, определяемая как $T_{П.Р.\gamma}$, в литой заготовке соответствует температуре 1192 °C. В быстрозакаленных

порошках эта точка смещается в сторону более высокой температуры, причем $T_{П.Р.\gamma}$ тем выше, чем выше скорость охлаждения расплава. $T_{П.Р.\gamma}$ гранул – 1210 °С, порошков ПЧФ – 1222 °С, «иголок» - 1228 °С.

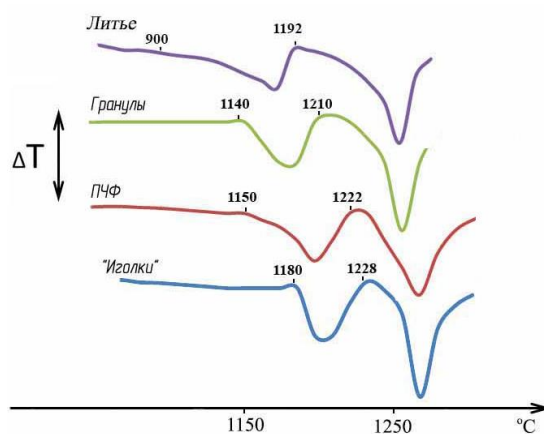


Рис. 2. Кривые ДТА литой заготовки, гранул, порошков пластинчато-чешуйчатой формы (ПЧФ) и «иголок» из сплава ЭП741НП

После этого исследовали влияние выдержки при температурах от 1075 до 1250 °С на микротвердость полученных порошков (Рис. 3.). Анализ показал характерное снижение микротвердости с повышением температуры. Подобное снижение говорит о постепенном растворении более твердой упрочняющей интерметаллидной γ' -фазы. Причем уменьшение значений микротвердости в гранулах начинается уже при 1200 °С, тогда как в порошках ПЧФ и «иголках» этот эффект происходит при более высоких температурах. Представленные данные подтверждают выводы, сделанные по результатам дифференциально термического анализа, о более высокой термической стабильности структуры в порошках ПЧФ и «иголках» по сравнению с гранулами.

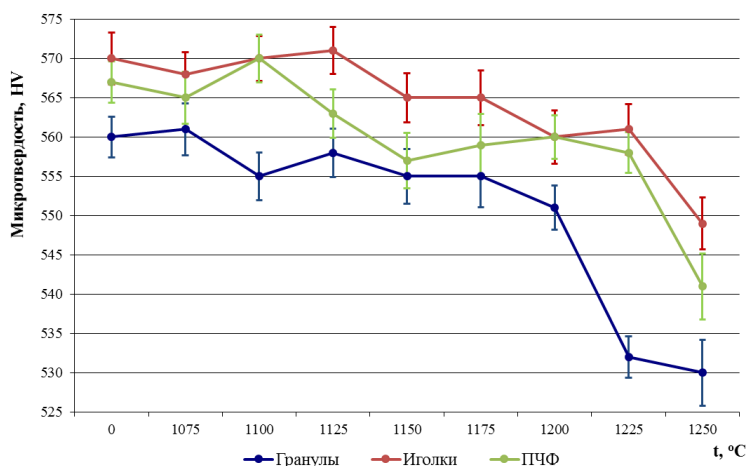


Рис. 3. Зависимость микротвёрдости гранул, «иголок» и порошков ПЧФ сплава ЭП741НП от температуры отжига в течение 4 ч

Перед засыпкой порошков в капсулы проводили электростатическую сепарацию для отделения неметаллических включений. Результаты исследований количества неметаллических включений в порошке (Таблица 1) свидетельствуют о том, что наибольшее их количество содержится в «Иголках».

Таблица 1. Количество неметаллических включений в порошках до и после электростатической сепарации

Гранулы		ПЧФ		«Иголки»	
Кол-во включений после СЭС, шт/кг	Кол-во извлеченных включений, шт/кг	Кол-во включений после СЭС, шт/кг	Кол-во извлеченных включений, шт/кг	Кол-во включений после СЭС, шт/кг	Кол-во извлеченных включений, шт/кг
8	253	9	231	15	726

Затем проводили ситовой анализ порошков, цель ситового анализа: для гранул – отделение фракции необходимого размера, для порошков ПЧФ и «Иголок» - вычленение крупных частичек нетипичной формы и спекшихся конгломератов.

Относительная плотность засыпки гранул в капсуле составляет 60-64 % от теоретической плотности сплава ЭП741НП ($\rho=8,3 \text{ г/см}^3$), что обеспечивает удаление адсорбированных газов при дегазации и позволяет спрогнозировать линейные размеры усадки капсул после ГИП. Однако, порошки неравноосной формы обладают существенно более низкой насыпной плотностью ($0,4 \text{ г/см}^3$), поэтому их засыпку в капсулы производили с подпрессовкой, для чего спроектирована специальная капсула и прессовая оснастка. Капсула спроектирована таким образом, чтобы из заготовки после газостатирования, с учетом усадки, имелась возможность изготовить образец для механических испытаний. Давление прессования, достаточное для получения необходимой плотности заготовки для проведения качественного процесса дегазации порошков ПЧФ и «Иголок», составило 14,7 Мпа (Рис. 4.). Плотность порошка после прессования в капсулах варьировалась в пределах от 4,98 до 5,31 г/см^3 .

Как во время производства порошков, так и в процессе дальнейших технологических переделов в состав частицы порошка, как в объем, так и на поверхность, может попасть кислород. Слишком высокое его содержание негативным образом сказывается на надежности и долговечности конечных изделий. Для того, чтобы десорбировать кислород с поверхности, перед герметизацией капсул с порошками, проводили дегазацию в вакуумной печи при температуре 350 °С в течение 3 часов. Чтобы быть уверенным, что ни на каких этапах производства не был привнесен кислород, методом

окислительно-восстановительного плавления определяли его количество как в порошках, так и в компактных заготовках. Результаты показывают (Таблица 2.), что содержание кислорода во всех исследуемых порошках находится в допустимых пределах.

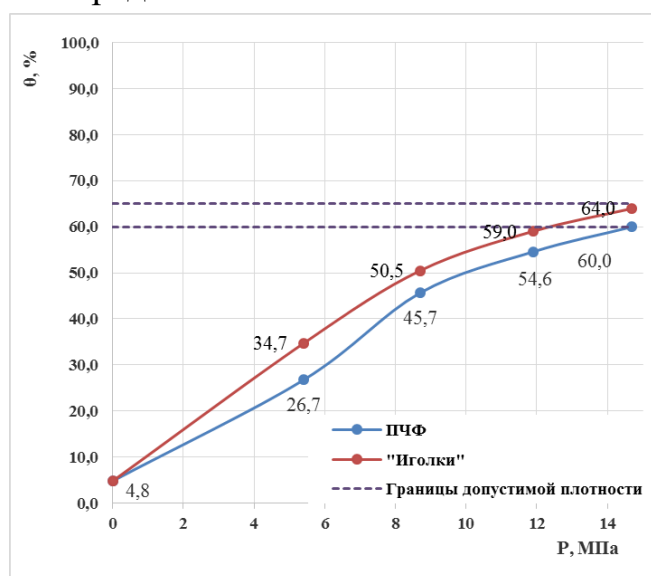


Рис. 4. Зависимость плотности от давления подпрессовки при засыпке порошков ПЧФ и «иголок» в капсулы

Таблица 2. Содержание кислорода в компактных заготовках из гранул, «иголок» и порошков ПЧФ до и после ГИП

Содержание кислорода, %				
Состояние порошков	Гранулы	Порошки ПЧФ	«Иголки»	Предельное содержание O ₂
До ГИП	0,005	0,004	0,006	
После ГИП	0,005	0,005	0,006	

Четвертая глава посвящена исследованию, микроструктуры и свойств компактных заготовок из гранул, порошков ПЧФ и «иголок» после компактирования и термической обработки

На основе анализа литературных данных по компактированию порошков жаропрочных никелевых сплавов, определения температуры $T_{П.Р.γ}$ и исследования микротвердости выбраны три режима ГИП (Таблица 3.). Первый режим полностью повторяет стандартный режим компактирования гранул из сплава ЭП741НП. С учетом того, что $T_{П.Р.γ}$ в порошках ПЧФ и «иголках» по результатам ДТА оказалась выше, чем в гранулах, провели еще два режима при более высоких температурах. Основным изменяемым параметром является температура, так как известно, что увеличение или уменьшение времени выдержки приводит к ухудшению прочностных свойств.

Таблица 3. Режимы горячего изостатического прессования для «иголок» и порошков ПЧФ

№ п/п	Температура, °С	Время выдержки, ч
1	1210	3
2	1230	3
3	1250	3

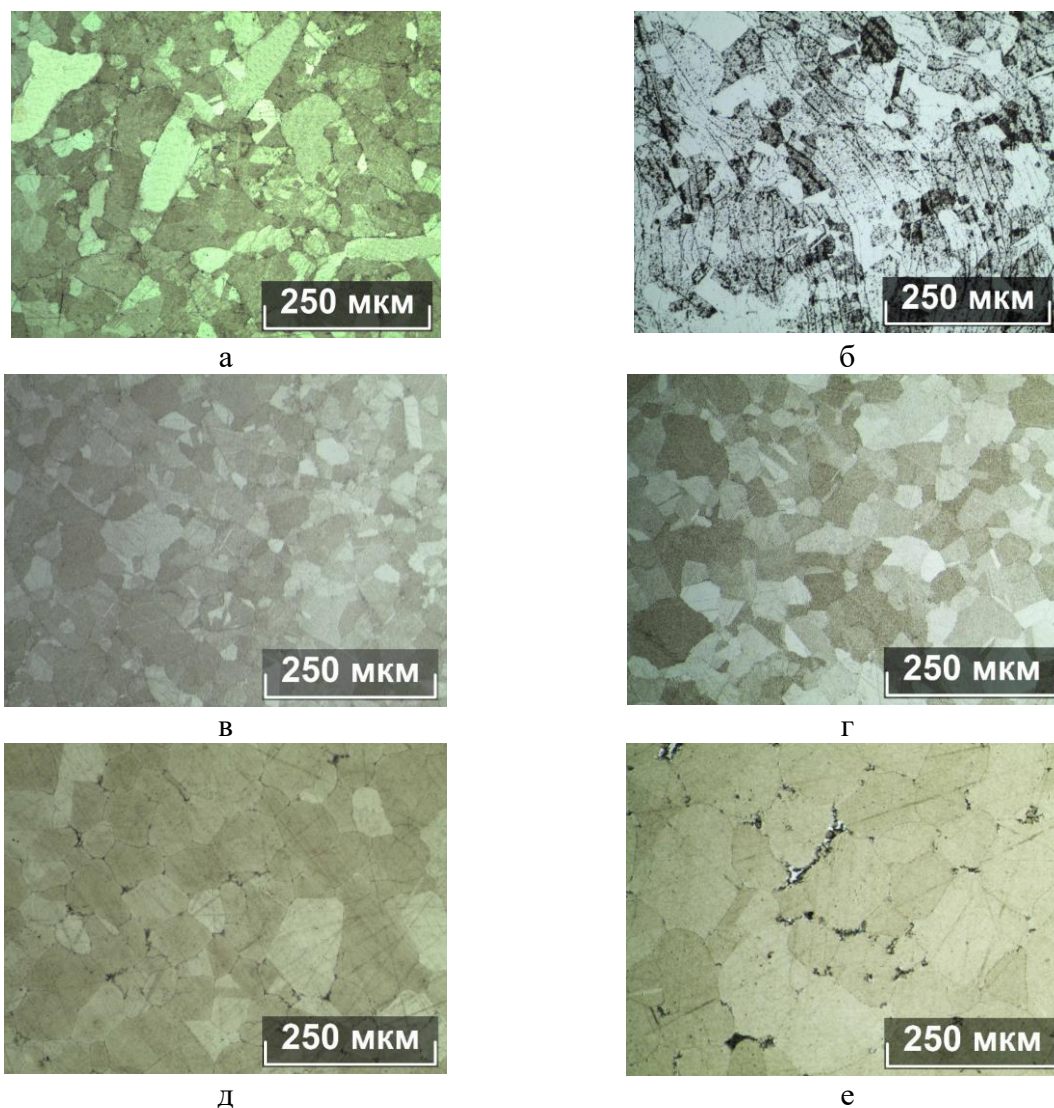


Рис. 5. Микроструктура компактных заготовок из «иголок» (а, в, д) и порошков ПЧФ (б, г, е): а, б – ГИП при $T = 1210$ °С; в, г – ГИП при $T = 1230$ °С; д, е – ГИП при $T = 1250$ °С

После компактирования при температуре 1210 °С в материале сохраняются наследственные границы частиц порошка (Рис. 5 а, б.), а при компактировании при $T = 1250$ °С происходит оплавление выделений на межзеренных границах (Рис. 4 д, е.). Оптимальной структурой обладают компактные заготовки из порошков ПЧФ и «иголок» полученные при температуре 1230 °С. В этом случае (Рис. 4 в, г.) наблюдается полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерна $d_{cp} = 43,1 \pm 2,1$ мкм у компактов из «иголок», и $d_{cp} = 51,8 \pm 3,1$ мкм у компактов из порошков

ПЧФ.

Экспериментальные режимы термообработки (Таблица 4.) проводили на заготовках, изготовленных по оптимальному режиму ГИП ($T_{\text{ГИП}} = 1230$ °С). При выборе режимов закалки отталкивались от температуры растворения γ' -фазы определенной методом ДТА, а также от результатов микроструктурного исследования порошков ПЧФ и «иголок» в состоянии после ГИП. Закаливание проводили по двум режимам. Температура выдержки в первом режиме термообработки составляет 1210 °С. Данная температура обработки ниже $T_{\text{П.Р.}\gamma'}$, то есть в этом случае закалка производилась из $(\gamma+\gamma')$ -области. Температура выдержки по второму режиму $T = 1230$ °С выбрана для того, чтобы получить заготовки закаленные из полностью гомогенизированного состояния, так как эта температура несколько выше $T_{\text{П.Р.}\gamma'}$. Еще выше температуру обработки не поднимали во избежание оплавления выделений по границам зерна, как это произошло при компактировании порошков при $T = 1250$ °С (Рис. 4 д, е.).

После проведенных режимов термической обработки микроструктура всех образцов представлена рекристаллизованными равноосными зернами, которые сопоставимы по размеру с зернами в гранульном компакте после стандартной для него термообработки (Рис. 5.). Однако стоит отметить, что в гранульном компакте при измерении размера зерна границы доверительного интервала гораздо шире, чем в компактах из «иголок» и порошков ПЧФ. Это свидетельствует о более равномерном распределении зерна по размеру в заготовках из порошков ПЧФ и «иголках».

Таблица 4. Экспериментальные режимы термической обработки компактных заготовок

Режимы закаливания					
№ п/п	T загрузки, °С	T выдержки, °С	Время выдержки, ч	Среда охлаждения	
1	750	1210	8	охлаждение с печью до $T = 1170$, охлаждение на воздухе	
2	750	1230	8	охлаждение с печью до $T = 1190$ °С, охлаждение на воздухе	
Режим старения					
T загрузки, °С	1 ступень		2 ступень		Среда охлаждения
	T выдержки, °С	Время выдержки, ч	T выдержки, °С	Время выдержки, ч	
750	880	16	770	16	воздух

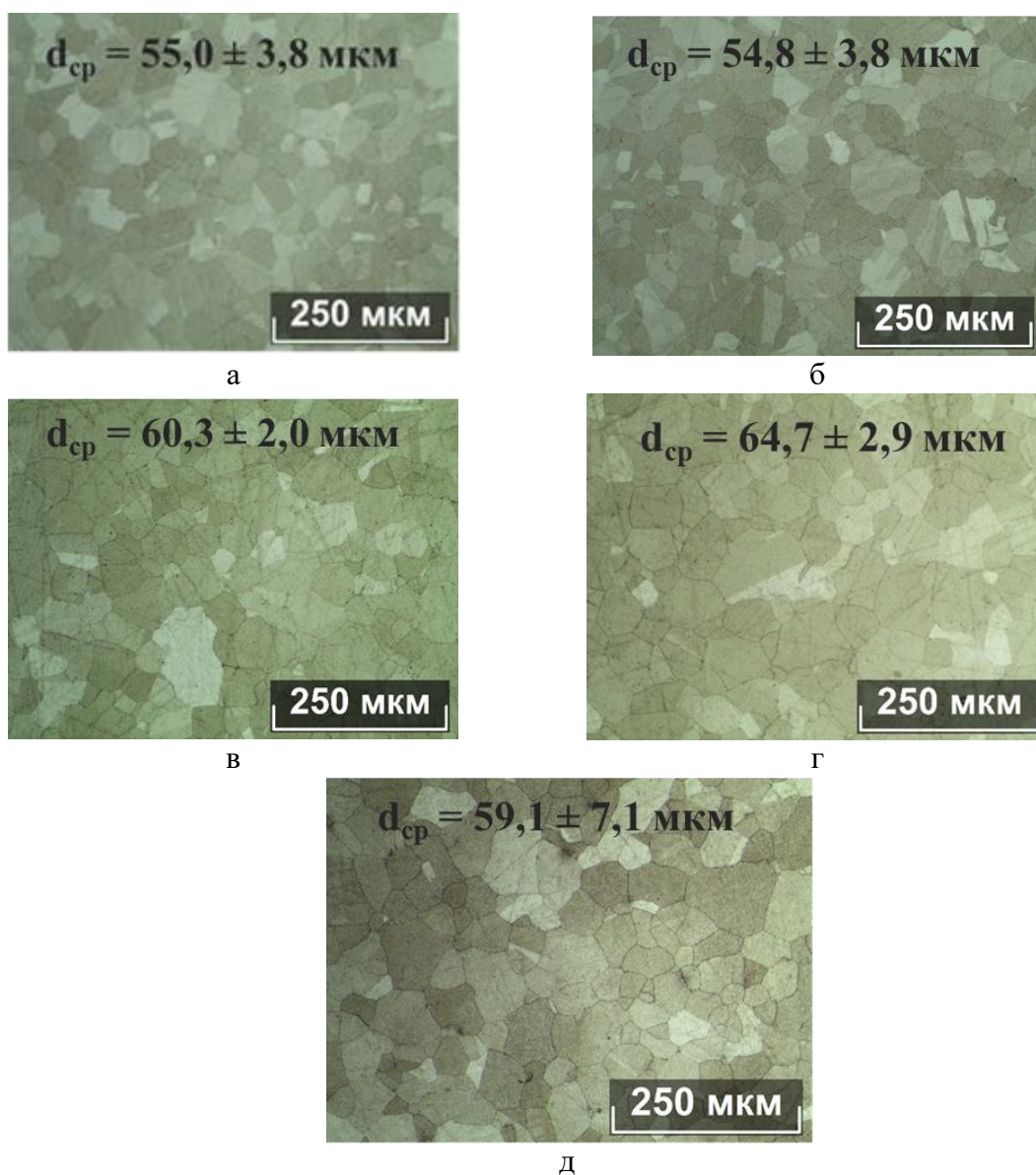


Рис. 6. Микроструктура компактных заготовок из «иголок» (а, в), порошков ПЧФ (б, г) и гранул (д) после различных термообработок: а, б – режим ТО 1; в, г – режим ТО 2; д – режим ТО гранул

Механические свойства компактных заготовок из «иголок» и порошков ПЧФ определяли методом растяжения цилиндрических образцов при температурах 20 и 900 °С по ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84. Также для сравнения испытывали компактные заготовки из гранул изготовленные и термообработанные по отработанной технологии (Таблица 5.).

По результатам механических испытаний можно сделать вывод, что термообработка компактов из порошков ПЧФ и «иголок» по режиму № 1 не приводит к какому-либо упрочнению полученных образцов. Испытания компактов из «иголок», термообработанных по режиму № 2 показали более высокие значения прочности, однако, они находятся в пределах ошибки. При анализе результатов испытаний образцов из порошков ПЧФ, полученных по второму режиму, замечено, что значения предела прочности при 20 и 900 °С

выше требуемых для искомого сплава. Значение σ_b при 20 °С составило 1336 МПа, а при 900 °С – 731 МПа, что выше на 56 и 82 МПа соответственно. Также в ходе работы были испытаны образцы, изготовленные из гранул по отработанной технологии. Образцы, изготовленные из гранул по отработанной технологии, ожидаемо, оказали свойства на уровне требований к сплаву ЭП741НП.

Таблица 5. Механические свойства компактных заготовок из сплава ЭП741НП изготовленных из гранул, «иголок» и порошков ПЧФ

Материал	№ режима ТО	T _{исп} , °С	σ_b , МПа			$\sigma_{0,2}$, МПа			δ , %	ψ , %
			Среднее	СКО	Δ (P=0,99)	Среднее	СКО	Δ (P=0,99)		
«Иголки»	1	20	1270	3,99	5,59	931	3,99	5,60	9	11
		900	625	3,77	5,29	610	5,72	3,78	5	8
	2	20	1307	6,42	9,00	992	3,29	4,61	12	14
		900	652	5,87	8,23	616	4,82	3,18	10	12
ПЧФ	1	20	1299	5,06	7,08	911	5,22	7,32	15	17
		900	681	6,45	9,04	635	6,06	8,49	12	18
	2	20	1336	6,04	8,47	975	2,99	4,20	12	16
		900	731	5,06	7,10	673	2,61	3,70	12	17
Гранулы	-	20	1280	3,24	4,54	905	3,9	5,47	15	18
		900	648	6,24	8,75	618	3,41	4,78	13	18
Гранулы (ГОСТ)	-	20	1274	-	-	901	-	-	14	18
		900	646	-	-	617	-	-	11	17

Таким образом, наибольшим показателем кратковременной прочности обладают компактные заготовки из порошков ПЧФ, изготовленные по следующим режимам ГИП и термической обработки:

- горячее изостатическое прессование по режиму: нагрев до температуры 1230 °С, выдержка 3 часа. После компактирования термическая обработка по режиму: нагрев до 1230 °С, выдержка 8 часов, охлаждение с печью до 1190 °С, затем на воздухе и последующее старение при 880 °С в течение 16 часов, охлаждение с печью до 770 °С, выдержка 16 часов, охлаждение на воздухе.

Исследования микроструктуры компактов из «иголок», порошков ПЧФ и гранул с наиболее высокими показателями σ_b при больших увеличениях позволили проанализировать характер распределения выделений γ' -фазы, их

размера и формы. Наиболее оптимальной (кубоидной) формой упрочняющих частиц обладают заготовки из порошков ПЧФ и гранул. При этом средний размер частиц в образцах из гранул – 390 нм, а в компактах из порошков ПЧФ – 280 нм, что во многом и предопределяет повышение свойств. Средний размер частиц в компактах из «иголок» составляет 320 нм, однако выделения γ -фазы неоптимальной формы, наблюдается большое количество частиц неправильной формы, что нарушает когерентность твердого раствора и γ -фазы, что сказывается на свойствах, даже несмотря на то, что согласно данным энергодисперсионной спектроскопии (Рис. 7.) распределение элементов в компактных заготовках из «иголок» так же, как и из порошков ПЧФ более равномерно, чем в заготовках из гранул.

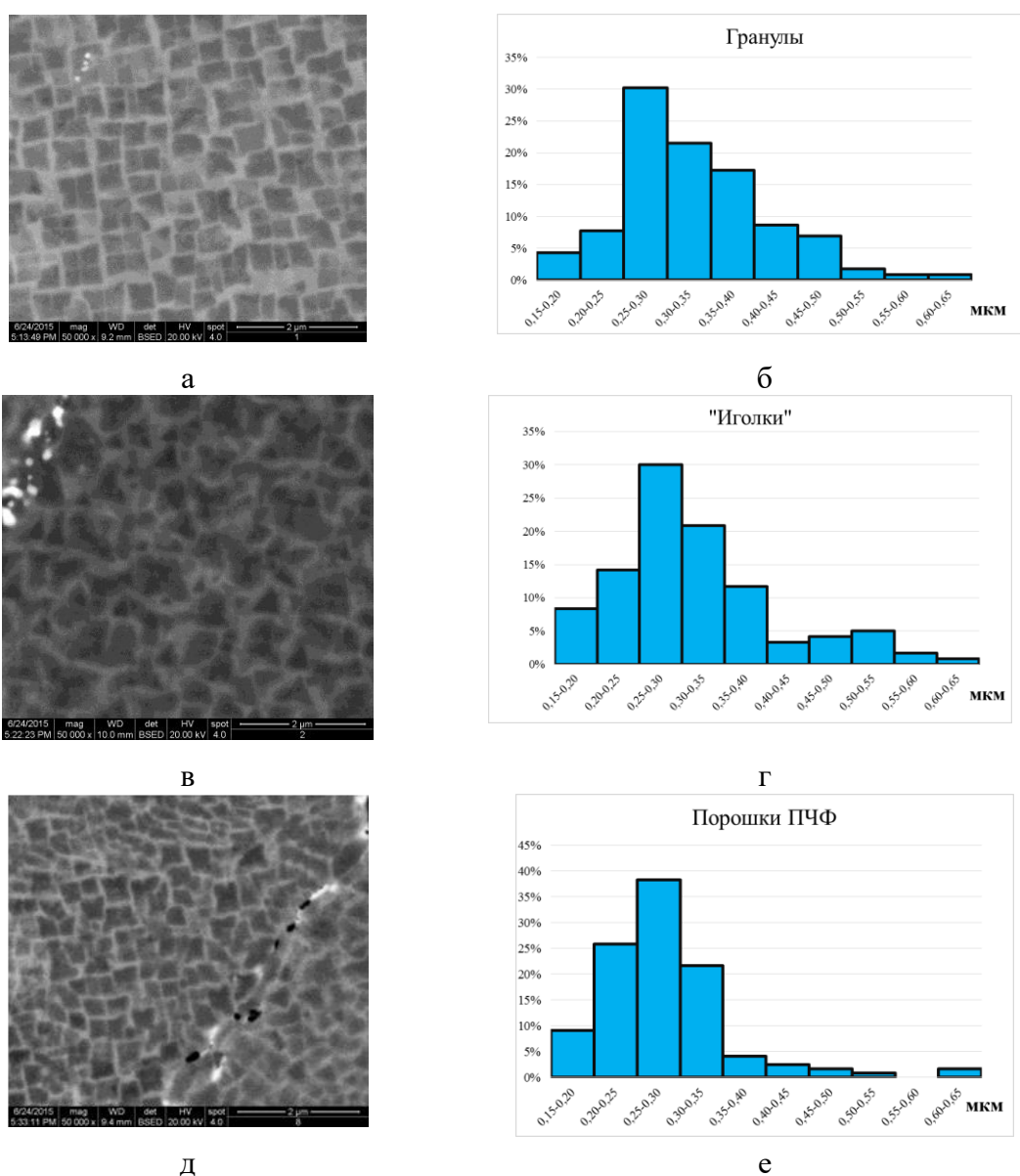


Рис. 6. Микроструктура (а, в, д) и распределение γ -фазы по размерам в компактных заготовках с наиболее высокими характеристиками по размерам: а, б – гранулы; в, г – «иголки»; д, е – порошок ПЧФ

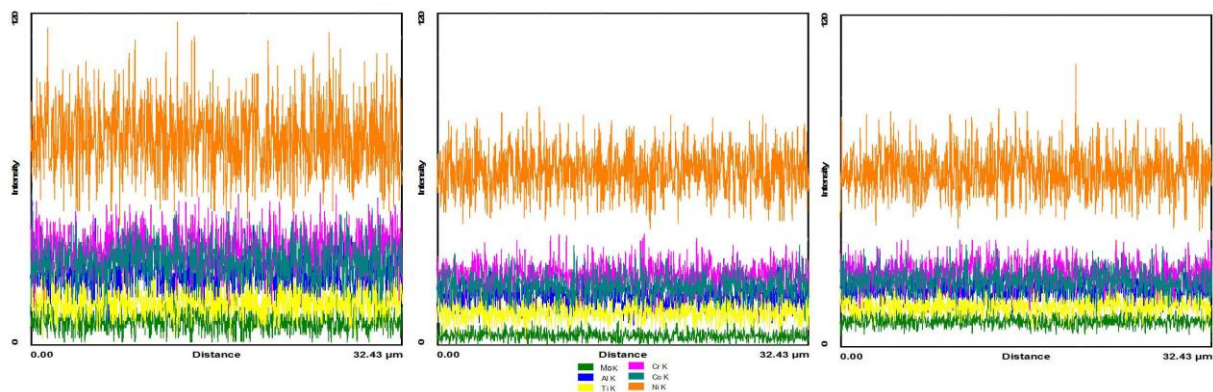


Рис. 7. Линейный ЭДС анализ компактов из (слева на право) гранул, порошков ПЧФ, иголок.

Пятая глава посвящена разработке процесса изготовления диска из порошков ПЧФ из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП и исследованию его свойств.

Вначале спроектировали и изготовили капсулу экспериментального диска для засыпки в нее порошков ПЧФ (Рис. 8.). Высота внутренней полости капсулы составила 66 мм, внутренний диаметр капсулы – 260 мм.



Рис. 8. Элементы капсулы для заготовки диска

Подпрессовку порошка в капсулу производили на прессе ПА2642. Для подпрессовки порошков ПЧФ в капсулу разработан специальный толкатель для пресса (Рис. 9, а.). После наполнения (Рис. 9, б.) капсулу выдерживали в вакуумной печи СНВ-6.12.12/341 при температуре 350 °С в течение 5 часов для удаления адсорбированных газов и заваривали электронным лучом (Рис. 8, в.). Плотность засыпки порошка ПЧФ после подпрессовки составила 60 % от теоретической плотности сплава ЭП741НП. После герметизации

проводили газостатирование и термическую обработку по определенным ранее режимам.

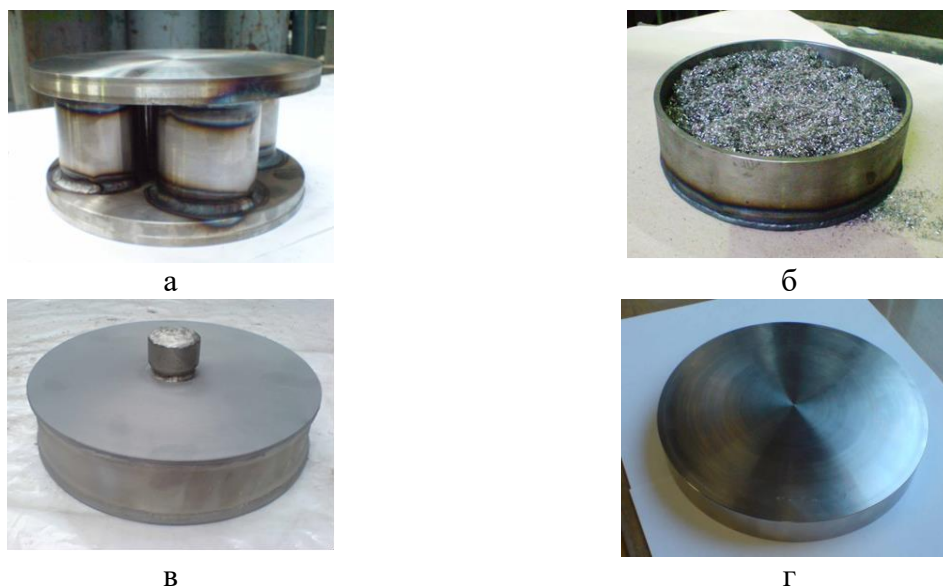


Рис. 9. Внешний вид заготовки диска после различных этапов изготовления: а – толкатель для подпрессовки порошка в капсулу диска; б – порошок ПЧФ в капсуле диска; в – капсула диска после заварки; д – готовая экспериментальная заготовка диска

Далее компактную заготовку диска обрабатывали на токарном станке до получения искомым размеров $\varnothing 220 \times 30$ мм (Рис. 9, г.). Из диска изготовили цилиндрические разрывные образцы для определения кратковременной прочности при 20 °С и 900 °С (Таблица 6.). Предел прочности при 20 °С составил 1322 МПа, при 900 °С – 722 МПа, что на 48 и 76 МПа выше требуемых значений. Стоит отметить, что значения прочности заготовки диска несколько ниже, чем в образцах, изготовленных из капсул размером $\varnothing 28 \times 91$ мм. Данный факт объясняется различием в кинетике охлаждения заготовок. На объемных заготовках сложно добиться таких же скоростей охлаждения при термообработке, как на сравнительно небольших компактах, что объективно ведет к некоторому снижению свойств материала.

Таблица 6. Механические свойства диска из порошков ПЧФ

Материал	T _{исп} , °С	σ_b , МПа			$\sigma_{0,2}$, МПа			δ , %	ψ , %
		Среднее	СКО	Δ (P=0,99)	Среднее	СКО	Δ (P=0,99)		
ПЧФ	20	1322	5,24	4,21	983	4,70	3,78	12	15
	900	722	5,01	4,03	671	3,81	3,07	13	15
Гранулы (ГОСТ)	20	1274	-	-	901	-	-	14	18
	900	646	-	-	617	-	-	11	17

Общие выводы

1. В результате проведенных экспериментальных исследований влияния повышения скоростей охлаждения расплава, горячего изостатического прессования и термической обработки на структуру и свойства – разработана технология изготовления компактных заготовок из быстрозакаленных порошков жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП с повышенными показателями кратковременной прочности при комнатной и повышенной температурах.

2. Установлено, что использование технологии центробежного распыления на медный водоохлаждаемый экран и экстракции висящей капли расплава позволяет повысить скорость охлаждения расплава в сравнении с гранулами с $3,8 \cdot 10^4$ °C/с до $1,8 \cdot 10^5$ и $2,9 \cdot 10^5$ °C/с соответственно, что в свою очередь приводит к повышению термической стабильности γ' -фазы. Наибольшей температурой полного растворения γ' -фазы обладают игольчатые порошки, полученные методом ЭВКР. $T_{п.р. \gamma'}$ «иголок» - 1228 °C, порошков ПЧФ - 1222 °C, гранул – 1210 °C. $T_{п.р. \gamma'}$ литой заготовки из ЖНС ЭП741НП = 1192 °C.

3. Выявлены особенности структурных изменений при горячем изостатическом прессовании порошков ПЧФ и «иголок» из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП. Установлен оптимальный режим ГИП: $T = 1230$ °C, $t = 3$ ч. Показано, что режим компактирования гранул ($T = 1210$ °C, $t = 3$ ч) приводит к тому, что в структуре видны наследственные границы частиц порошка, а при компактировании в течение 3 ч при $T = 1250$ °C происходит расплавление выделений на границах зерна.

4. В результате микроструктурных исследований установлено, что по сравнению с компактными заготовками из гранул, в компактах из порошков ПЧФ и «иголок» после термической обработки удается добиться более равномерного распределения зерна по размерам, а также добиться более равномерного распределения легирующих элементов в объеме. При этом основная упрочняющая интерметаллидная фаза (γ' -фаза) компактов из гранул и порошков ПЧФ представляет собой кубоидные частицы средним размером 390 и 280 нм соответственно. Частицы упрочняющей фазы в компакте из «иголок» неоднородной формы, средний размер – 320 нм.

5. Определен наиболее эффективный режим термической обработки для компактных заготовок из порошков ПЧФ: нагрев до 1230 °C, выдержка 8 часов, охлаждение с печью до 1190 °C, затем на воздухе и последующее старение при 880 °C в течение 16 часов, охлаждение с печью до 770 °C, выдержка 16 часов, охлаждение на воздухе. Показано, что при данном

режиме термообработке достигаются наиболее высокие показатели кратковременной прочности. При 20 °С $\sigma_B = 1336$ МПа, при 900 °С $\sigma_B = 731$ МПа.

б. Изготовлен диск $\varnothing 220 \times 30$ из порошков ПЧФ жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП с повышенными значениями кратковременной прочности по сравнению с изделиями из гранул. При 20 °С у диска из ПЧФ $\sigma_B = 1322$ МПа, у гранульного диска – 1274 МПа; при 900 °С у диска из ПЧФ $\sigma_B = 722$ МПа, у гранульного диска – 646 МПа.

Основные положения диссертации отражены в следующих работах:

1. Серов М. М. Сравнительные исследования структуры дискретных волокон и гранул из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП / Серов М. М., Казберович А. М., Бер Л. Б., Коняев В. С., Тармосин Е. В. // **Технология легких сплавов, 2012, № 2, с. 48-52.**
2. Тармосин Е. В. Исследование процесса получения компактных заготовок из быстрозакаленных частиц сплава ЭП741НП / Тармосин Е. В., Логачев А. В., Степкин Е. П., Серов М. М. // **Вакуумная техника и технология, 2014, т. 24, № 2, с. 135-140.**
3. Тармосин Е. В., Зотов А. И., Логачев А. В. Оценка влияния скорости охлаждения на изменение структуры и свойств никелевых жаропрочных сплавов / Тармосин Е. В., Зотов А. И., Логачев А. В. // 9-я Всероссийская с международным участием научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия». Москва. 30 ноября-1 декабря 2010 г. / Сборник трудов. – М.: МАТИ, 2010, с. 37-40.
4. Тармосин Е. В. Сравнение термической стабильности сплава ЭП741НП полученного методами металлургии гранул и ЭВКР. // Новые материалы и технологии в ракетно-космической технике. Звездный городок. 22-24 июня 2011 г. / Сборник материалов молодежной конференции, с. 276-281.
5. Тармосин Е. В. Влияние температуры на структуру и свойства сплава ЭП741НП, полученного центробежным распылением и экстракцией висящей капли расплава. // **Материалы XIX научно-технической конференции молодых ученых и специалистов. Королев. 14-18 ноября 2011 г. / Сборник трудов. – К.: РКК «Энергия» им. С. П. Королева, 2012, с. 157-161.**
6. Тармосин Е.В. Влияние скорости охлаждения на изменение структуры и свойств сплава ЭП741НП // 12-я Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия». Москва. 27-28 ноября 2012 г. / Сборник трудов. – М.: МАТИ, 2012, с. 68-71.
7. Тармосин Е. В. Влияние условий получения быстрозакаленных частиц на структуру компактных заготовок из сплава ЭП741НП / **Тармосин Е. В.,**

Серов М. М. // 13-я Международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия». Москва. 25-26 ноября 2014 г. / Сборник трудов. – М.: Пробел-2000, 2014, с. 61-65.