

Влияние всестороннейковки и термической обработки на структуру и механические свойства никельжелезного сплава

Мухтаров Ш.Х.[†], Нагимов М.И., Ермаченко А.Г.

[†]shamil@anrb.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

The effect of multi-axis forging and heat treatment on the structure and mechanical properties of nickel-iron superalloy

S.K. Mukhtarov, M.I. Nagimov, A.G. Ermachenko

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Проведены сравнительные исследования структуры, механических свойств и поверхности изломов ультрамелкозернистого никельжелезного сплава Inconel 718 полученного всесторонней ковкой и термической обработкой. Показано, что измельчение структуры до среднего размера зерен фаз $d=80$ нм приводит к повышению прочности при комнатной температуре с одновременным снижением пластичности. После термической обработки временное сопротивление разрыву сплава 1520 МПа, ($d=4$ мкм), что на 15% выше крупнозернистого. Усталостные испытания при комнатной температуре показали повышение прочности данного состояния сплава на базе 10^5 циклов более чем в 1,7 раза по сравнению с крупнозернистым.

Ключевые слова: ультрамелкозернистый сплав, никель-железный сплав, термообработка, механические свойства

A comparative analysis of structure, mechanical properties and fracture surfaces of ultrafine grained Inconel 718 obtained by multiple isothermal forging is performed. The refinement of structure down to 80 nm via multiple forging results in the strength increase and in the room temperature plasticity decrease. After the heat treatment the alloy ($d=4$ μm) had gained ultimate tensile strength of about 1520 MPa that is 15% higher than that of coarse grained alloy. Room temperature fatigue test for 10^5 cycles revealed the rise of the durability of heat treated alloy by 1.7 times as compared to the coarse grained alloy.

Keywords: ultrafine grained alloy, nickel-iron superalloy, heat treatment, mechanical properties

Введение

Известно [1], что формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры позволяет достигнуть высокого уровня прочностных свойств в металлах и сплавах, в которых традиционными методами термической обработки их получить невозможно. В никельжелезном сплаве Inconel 718, широко применяемом в авиадвигателестроении, сформировать УМЗ структуру можно используя всестороннюю изотермическую ковку (ВИК) и прокатку [2]. В настоящее время этот сплав в мелкозернистом (МЗ) состоянии используется для изготовления панелей сверхпластической формовкой [3]. Формирование в сплаве УМЗ структуры позволяет снизить температуру сверхпластичности [4], что важно для труднодеформируемых сплавов на основе никеля.

В крупнозернистом (КЗ) сплаве Inconel 718 основное упрочнение осуществляется за счет выделения дисперсных частиц метастабильной γ'' фазы (Ni_3Nb , ОЦТ

решетка), а дополнительное упрочнение за счет γ' фазы ($\text{Ni}_3\text{Al}(\text{Ti})$, ГЦК решетка), δ фазы (Ni_3Nb , орторомбическая решетка) и карбидов [5]. В МЗ и УМЗ сплавах при ВИК на основе растворенной γ'' фазы выделяется большое количество δ фазы, что повлияло на свойства сплава [2, 6].

В работе [6] приведены некоторые механические свойства УМЗ сплава. Показано, что временное сопротивление разрыву дуплексного $\gamma+\delta$ УМЗ сплава ($d=0,08-0,1$ мкм) при комнатной температуре 1920 МПа. Для данного сплава используемого в широком интервале температур от -253 до 760°C обычно применяется термическая обработка по стандартному режиму [7].

В связи с тем, что данных по механическим свойствам сплава Inconel 718 с УМЗ структурой после термической обработки недостаточно, подобные результаты являются весьма актуальными. Целью настоящей работы является исследование структуры и механических свойств сплава Inconel 718 подвергнутого ВИК и упрочняющей термической обработке.

2. Материал и методики эксперимента

В качестве материала исследования был выбран горяче-деформированный дисперсионно-твердеющий никель-железный сплав Inconel 718 (Ni-18Cr-0.6Al-1.1Ti-18Fe-5Nb-2.9Mo-0.1Co, % вес.), изготовленный фирмой Pratt & Whitney с КЗ структурой ($d=17$ мкм).

Материал для исследований был получен методом ВИК [1, 2, 6, 8]. Ковка проводилась с поэтапным понижением температуры с 950 до 575°C. Суммарная степень деформации оценивалась по истинному относительному сжатию, рассчитанному по формуле: $\varphi = \sum \ln(h_{i-1}/h_i)$, где h_{i-1} и h_i – начальная и конечная высота поковки в каждом проходе осадки [8]. Накопленная степень деформации составила $\varphi = 20$ для МЗ сплава и $\varphi = 45$ для УМЗ сплава. Кованные заготовки термообработаны по режиму: отжиг при 980°C/1 час выдержки, старение при 720°C/8 часов, охлаждение с печью до 620°C, выдержка при 620°C при суммарной продолжительности старения не менее 18 часов. При этом стандартная температура обработки сплава на твердый раствор может варьироваться в пределах: 941-1010°C±14°C [7].

Механические свойства на растяжение определяли при 650°C и комнатной температуре на универсальном динамометре "INSTRON-1185" с использованием плоских образцов, с размером рабочей части 5 мм х 2 мм х 15 мм. Длительную прочность определяли при испытании образцов с размерами рабочей части диаметром 3 мм х 18 мм на установке ATS 2330. Усталостную прочность определяли на испытательной машине Schenck HYDROPULS PSA 10 при испытании образцов с размерами рабочей части диаметром 4 мм х 25 мм по схеме растяжение-растяжение. Испытания образцов проводили при частоте 10 Гц и напряжениях 910 и 696 МПа для

сравнения с известными результатами [7] на промышленном сплаве.

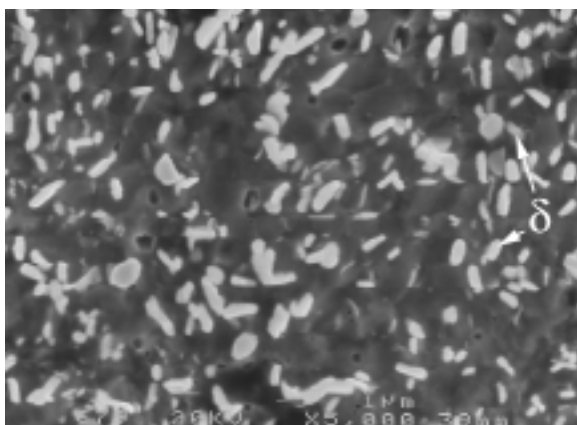
Микроструктурные исследования проведены с использованием оптического микроскопа Olympus GX51 и сканирующего микроскопа (СЭМ) JXA-6400.

3. Результаты и их обсуждение

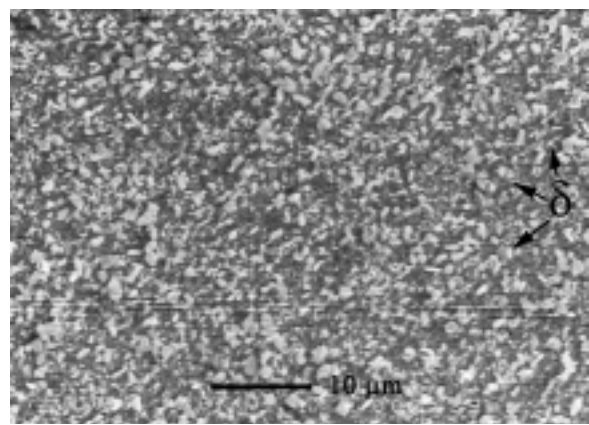
При ВИК в результате деформации при высоких температурах γ'' -фаза преобразуется в орторомбическую δ -фазу. После такой обработки с понижением температуры до 800°C и 575°C микроструктура исследуемого сплава представляет собой дуплексный $\gamma+\delta$ сплав, изображенный, соответственно, на Рис. 1а и 1б. Средний размер зерен фаз был, соответственно: 1 мкм и 0,1 мкм. Пластины δ -фазы с некогерентными границами равномерно распределены в структуре.

Механические свойства сплава подвергнутого все-сторонней ковке с различным размером зерен γ и δ фаз показаны в таблице 1. Свойства исследуемого дуплексного сплава, приведены в сравнение с КЗ сплавом, подвергнутым упрочняющей термической обработке. Прочность МЗ сплава ниже, а пластичность выше в 1,5 раза по сравнению с КЗ сплавом, подвергнутым термической обработке. УМЗ сплав показал повышение прочности $\geq 1,5$ раза при снижении пластичности.

Исследование поверхности изломов растянутых образцов показало, что при малом увеличении поверхность излома имеет зоны сдвигового разрушения (Рис. 2а), характерные хрупкому материалу [9], а при большом увеличении излом ямочный, субмикрометрического масштаба (Рис. 2б), характерный для наноструктурных материалов [10].



а)



б)

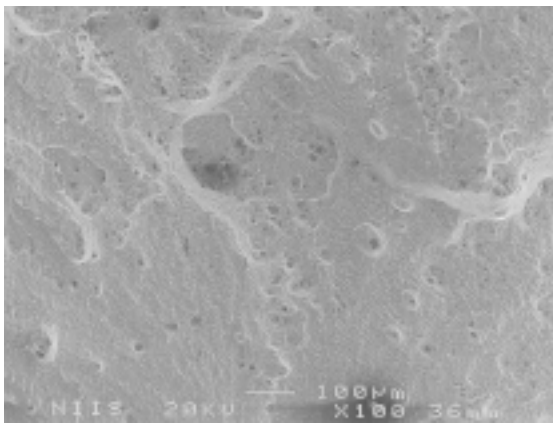
Рис. 1. Микроструктура сплава Inconel 718 после ВИК со средним размером зерен: (а)-1 мкм; (б)-0,08 мкм, СЭМ.

Таблица 1

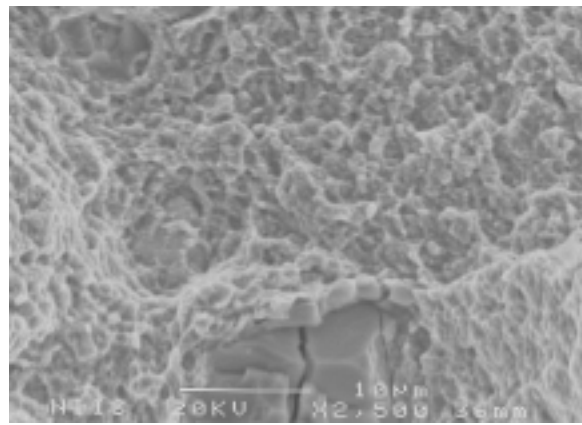
Механические свойства при комнатной температуре сплава Inconel 718 подвергнутого ВИК.

| Средний размер зерен фаз, мкм | Фазы | Временное сопротивление разрыву, МПа | Условный предел текучести, МПа | δ , % | ψ , % |
|-------------------------------|---------------------|--------------------------------------|--------------------------------|--------------|------------|
| - | $\gamma+\gamma''^a$ | ≥ 1276 | ≥ 1034 | ≥ 12 | ≥ 15 |
| 1 [6] | $\gamma+\delta$ | 1184 | 920 | 21,9 | 22,2 |
| 0,3 [6] | $\gamma+\delta$ | 1560 | 1300 | 5,1 | 11,0 |
| 0,08 [6] | $\gamma+\delta$ | 1920 | 1845 | 4,8 | 6,1 |

^a после упрочняющей термической обработки по Аэрокосмической спецификации на материал AMS5662 [7].



а)



б)

Рис. 2. Фотографии поверхности изломов УМЗ сплава ($d = 0,08$ мкм) при различных увеличениях.

При ВИК в сплаве Inconel 718 выделяется большое количество мелких частиц δ -фазы по границам γ зерен, которые благоприятно сказываются на сверхпластических свойствах этого сплава [4]. При этом уменьшение среднего размера зерен γ и δ фаз повышает прочностные свойства сплава при комнатной температуре более чем в 1,5 раза по сравнению со стандартными требованиями.

Исследование образцов с МЗ и УМЗ структурами после стандартной термической обработки показало, что в обоих состояниях формируется однородная структура со средним размером зерен 4-5 мкм. В структуре видна не растворившаяся глобулярная зернограницная δ -фаза (Рис. 3а, б), объемная доля которой составляет 2,9% для сплава с МЗ структурой после термической обработки и 3,3% для УМЗ сплава.

Механические свойства при комнатной температуре сплавов после ВИК и термической обработки, представлены в таблице 2. Уменьшение среднего размера зерен γ фазы до 4 мкм и присутствие δ фазы приводит к увеличению временного сопротивления разрыву на 15% и условного предела текучести на 5% при комнатной температуре с тем же уровнем пластических свойств.

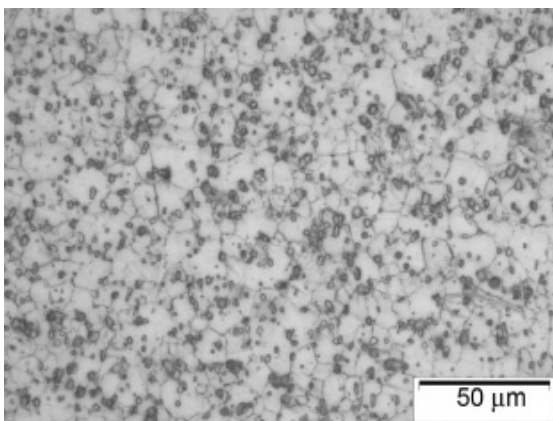
Сравнительные усталостные испытания при комнатной температуре термообработанных сплавов показали, что образец МЗ сплава на базе 10^6 циклов не разрушился, а образцы из МЗ и УМЗ сплавов на базе 10^5 циклов превышают свойства КЗ сплава более чем в 1,7 раза. Исследование разрушенных образцов после усталостных

испытаний показало, что поверхность излома имеет ямочный вид, характерный для пластичных материалов (Рис. 4а, б).

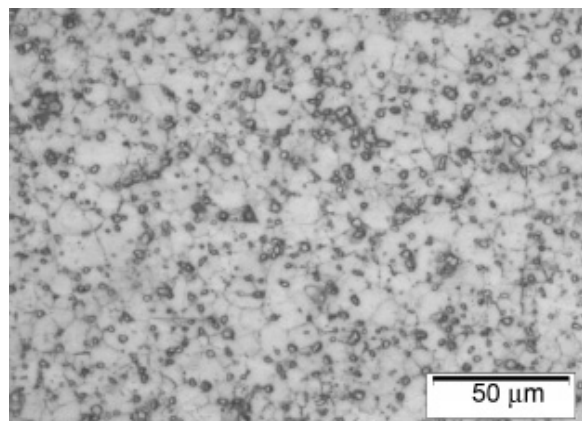
Результаты исследования на длительную прочность представлены в Таблице 3. Показано, что при температуре 650°C с уменьшением среднего размера зерен γ -фазы уменьшается длительная прочность и повышается пластичность. Указанные свойства получены при напряжении 710 МПа, что несколько выше, чем указано в спецификации на материал (689 МПа) [7].

В исследуемом сплаве при проведении ВИК выделяется большое количество зернограницной δ -фазы, причем при понижении температуры деформации ее объемная доля увеличивается. После проведения высокотемпературного отжига (980°C) по стандартному режиму в структуре осталось некоторое количество не растворившейся зернограницной δ -фазы, которая сдерживала рост γ зерен. В результате этого исходные МЗ и УМЗ структуры после термической обработки сохранили тенденцию различия размера зерен. Исследование механических свойств сплава после термической обработки показало, что при уменьшении среднего размера зерен γ -фазы наблюдалось повышение временного сопротивления разрыву и условного предела текучести при комнатной температуре и некоторого снижения длительной прочности (Табл. 2, 3).

Температура полного растворения δ фазы в зависимости от плавки сплава колеблется от 980 до 1010°C. Та-



а)



б)

Рис. 3. Микроструктура сплава Inconel 718 после ВИК и термической обработки (ТО): (а) – МЗ структура+ТО; (б) – УМЗ структура+ТО

ким образом, с одной стороны формирование в сплаве МЗ или УМЗ структуры, посредством ВИК, способствует сверхпластической деформации сплава при низких температурах. С другой стороны, варьируя температурой в пределах стандартной термической обработки, раство-

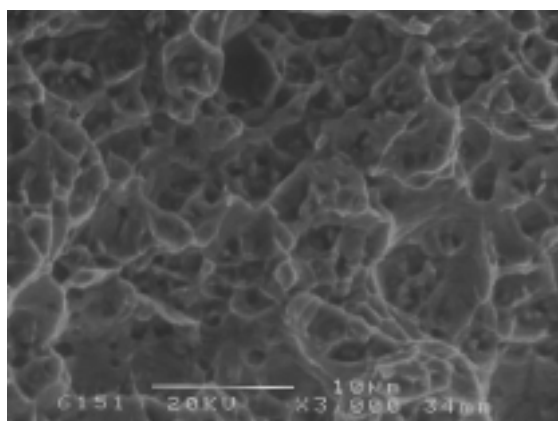
ряя δ фазу и затем, выделяя γ'' фазу, можно получить из УМЗ структуры различные размеры зерен γ фазы с наличием или без выделений δ фазы. Причем большее растворение δ фазы будет приводить к большему размеру γ зерен и большему объему упрочняющих выделений

Таблица 2

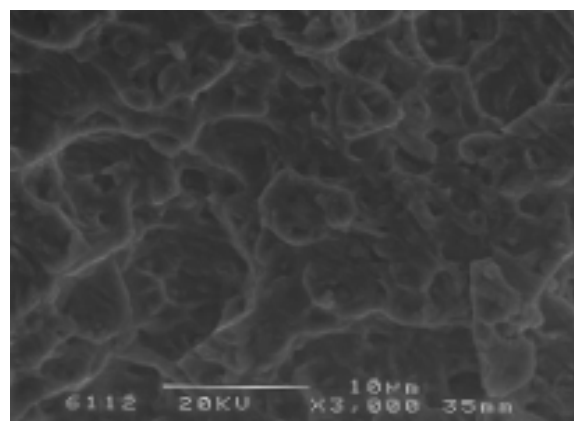
Механические свойства сплава Inconel 718 после ВИК и ТО

| Состояние | Временное сопротивление разрыву, МПа | Условный предел текучести, МПа | δ , % | ψ , % | Средний размер зерен γ фазы, мкм | Усталостная прочность | |
|------------|--------------------------------------|--------------------------------|--------------|--------------|---|-----------------------|-------------------------------|
| | | | | | | МПа | К о л - в о циклов |
| AMS5662[7] | $\geq 1276/1000^a$ | $\geq 1034/862$ | $\geq 12/12$ | $\geq 15/15$ | - | - | - |
| КЗ+ТО [11] | 1428/1176 | 1180/976 | 19/18 | 20/32 | 11-22 | 910 696 | 10^5 10^6 |
| МЗ+ТО | 1488/1169 | 1234/995 | 17/23 | 23/45 | 5 | 910 696 | $>1.7 \times 10^5$ $>10^6$ |
| УМЗ+ТО | 1520/1164 | 1252/993 | 19/21 | 35/42 | 4 | 910 | $>1.7 \times 10^5$ |

^a при комнатной температуре / 650°C;
^б при среднем размере зерен 20 мкм [7].



а)



б)

Рис. 4. Фотографии поверхности изломов образцов после усталостных испытаний: а) МЗ структура +ТО, б) УМЗ структура +ТО

Таблица 3

Длительная прочность при 650°C сплава Inconel 718 после ВИК и ТО.

| Состояние | Средний размер зерен γ -фазы, мкм | Напряжение, МПа | Время, час | δ , % | ψ , % |
|-----------|--|-----------------|------------|--------------|------------|
| AMS 5662 | - | 689 | ≥ 23 | ≥ 4 | - |
| КЗ+ТО | 11-22 | 710 | 48,5 | 17,7 | 23,4 |
| МЗ+ТО | 5 | | 29,8 | 20,2 | 61,0 |
| УМЗ+ТО | 4 | | 27,0 | 25,3 | 73,5 |

γ'' фазы при старении. Это, несомненно, повлечет за собой изменение свойств сплава.

4. Выводы

1. Показано, что с уменьшением размера зерен γ фазы до 4 мкм термически обработанного сплава Inconel 718 временное сопротивление разрыву при комнатной температуре повышается на 15% с сохранением уровня длительной прочности.

2. Испытания на усталость при комнатной температуре термообработанных образцов из сплава Inconel 718 показали, что мелкозернистый сплав на базе 10^5 циклов более чем в 1,7 раза превышает свойства крупнозернистого сплава.

Литература

1. R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.M. Imaev. Russian Physics Journal. **51**, 492 (2008).
2. Sh. Mukhtarov, V. Valitov and N. Dudova, in: E.A. Loria (Ed.),

- Superalloys 718, 625, 706, and Various. Derivatives. 507 (2005).
3. M.W. Mahoney, in: E.A. Loria (Ed.), Superalloys 718 - metallurgical and applications. 391 (1989).
4. V.A. Valitov, O.A. Kaibyshev, Sh.Kh. Mukhtarov, B.P. Bewlay, M.F.X. Gigliotti. Materials Science Forum. **357-359**, 417 (2001).
5. Y. Huang, T.G. Langdon. J. Mater. Sci. **42**, 421 (2007).
6. Sh.Kh. Mukhtarov. Effect of grain size on the Superplastic behavior of a nanostructured nickel-based superalloy. // Mater. Sci. Forum. **633-634**, 569 (2010).
7. [http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20 alloy%20 718.pdf](http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20718.pdf)
8. Sh.Kh. Mukhtarov, V. Valitov, M.F.X. Gigliotti, PR Subramanian, J.S. Marte, N. Dudova. Mater. Sci. Forum. **584-586**, 458 (2008).
9. M.Kh. Rabinovich and M.V. Markushev. Journal of Materials Science. **31**, 4997 (1996).
10. K.S. Kumar, S. Suresh, M.F. Chisholm, J.A. Horton, P. Wang. Acta Materialia. **51**, 387 (2003).
11. L.M. Bernshtein, A.P. Matevosian, V.S. Sandler. Deformation and properties of aerospace material technique – Moscow. Metallurgiya. (1982), 376 p. (in Russian) [Деформация и свойства материалов для авиационной и космической техники. / Л.М. Бернштейн, А.П. Матевосьян, В.С. Сандлер - М.: Металлургия, 1982, 376 с.]