

# Microstructure and compression properties at 1000–1200°C of heat resistant nickel base superalloys heavily alloyed with $\gamma'$ -forming elements

R. I. Zainullin<sup>1</sup>, A. A. Ganeev<sup>2</sup>, R. V. Shakhov<sup>2</sup>, A. V. Logunov<sup>3</sup>,

Sh. Kh. Mukhtarov<sup>†,2</sup>, V. M. Imayev<sup>2</sup>

<sup>†</sup>shamilm@imsp.ru

<sup>1</sup>Ufa State Aviation Technical University, 12 K. Marx St., Ufa, 450077, Russia

<sup>2</sup>Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, 39 S. Khalturin St., Ufa, 450001, Russia

<sup>3</sup>PJSC “UEC-Saturn”, 163 Lenina Av., Rybinsk, 152903, Russia

Experimental nickel base superalloys heavily alloyed with  $\gamma'$ -forming and substitution elements, have been studied in the present work from the viewpoint of their potential use as materials for manufacturing of isothermal die unit and milling tool intended for hot working of the most heat resistant nickel base superalloys at temperatures of 1100–1200°C. As the reference alloy, the heat resistant superalloy based on the intermetallic  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al) phase having the composition near the same as the Russian superalloy VKNA-4 was also taken. The microstructure examination of the new nickel base superalloys revealed a high volume fraction ( $\geq 70\%$ ) of the  $\gamma'$ -phase. At that in one of the superalloys primary coarse  $\gamma'$ -phase not dissolving at heating up to 1350°C caused by excessive alloying with  $\gamma'$ -forming elements was detected. The compression tests have demonstrated that the novel nickel base superalloys showed higher yield strength values in the temperature range of 1000–1200°C as compared with those of the reference alloy based on the intermetallic  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al)-phase. For instance the novel nickel base superalloys had the yield strength values at 1200°C as high as 165 and 140 MPa against 110 MPa obtained for the  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al) based superalloy. The comparison with the literature data also confirmed that the new superalloys had higher or comparable yield strength values in the temperature range of 1000–1200°C as compared to known VKNA superalloys. The performed work showed that the experimental nickel base superalloys can potentially be used for manufacturing of die and roll-forming tool intended for forming at 1100–1200°C the most heat resistant nickel base superalloys applied for producing discs for gas turbine engines.

**Keywords:** nickel base superalloy,  $\gamma'$  phase, heat treatment, microstructure, mechanical properties.

УДК: 669.295

# Микроструктура и механические свойства на сжатие при температурах 1000–1200°C жаропрочных никелевых сплавов с высоким содержанием $\gamma'$ -образующих элементов

Зайнуллин Р. И.<sup>1</sup>, Ганеев А. А.<sup>2</sup>, Шахов Р. В.<sup>2</sup>, Логунов А. В.<sup>3</sup>,

Мухтаров Ш. Х.<sup>†,2</sup>, Имаев В. М.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К. Маркса, 12, Уфа, 450077, Россия

<sup>2</sup>Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. С. Халтурина, 39, Уфа, 450001, Россия

<sup>3</sup>ПАО «ОДК-Сатурн», пр. Ленина, 163, Рыбинск, 152903, Россия

В работе изучались экспериментальные сплавы на основе никеля, высоколегированные  $\gamma'$ -образующими элементами и элементами замещения, с точки зрения потенциального использования в качестве инструментальных материалов для изотермического штампового блока и раскатных роликов раскатного стана, предназначенных для деформационной обработки наиболее жаропрочных никелевых сплавов при температурах 1100–1200°C. Для сравнения был взят также известный сплав на основе интерметаллидной фазы  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al), близкий по составу к сплаву VKNA-4. Изучение микроструктуры экспериментальных никелевых сплавов обнаружило высокую объемную долю ( $\geq 70\%$ )  $\gamma'$ -фазы, причем в одном из сплавов из-за избыточного содержания  $\gamma'$ -образующих элементов присутствовала крупная

первичная  $\gamma'$ -фаза, которая не растворялась при температурах нагрева вплоть до 1350°C. Эксперименты на сжатие показали, что новые никелевые сплавы имеют более высокие значения предела текучести в интервале температур 1000–1200°C, чем сплав на основе интерметаллидной фазы  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al). Так, при температуре 1200°C предел текучести экспериментальных никелевых сплавов оказался 165 и 140 МПа против 110 МПа для сплава на основе интерметаллидной фазы  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al). Сравнение с литературными данными также подтвердило, что новые сплавы имели сравнимый или превосходящий предел текучести в интервале температур 1000–1200°C в сравнении с известными ВКНА-сплавами. Выполненная работа показала, что экспериментальные сплавы потенциально могут быть использованы для изготовления штампового инструмента и раскатных роликов для формообразования при 1100–1200°C наиболее жаропрочных никелевых сплавов, используемых для изготовления дисков для газотурбинного двигателя.

**Ключевые слова:** жаропрочный никелевый сплав,  $\gamma'$ -фаза, термическая обработка, микроструктура, механические свойства.

## 1. Введение

Жаропрочные никелевые сплавы широко используются в качестве конструкционных материалов в газотурбинных двигателях и аналогичных наземных энергетических установках. Для повышения энергоэффективности таких установок разрабатывают новые сплавы, способные работать при повышенных температурах эксплуатации и повышенных нагрузках [1–3]. Детали ответственного назначения из жаропрочных никелевых сплавов, изготовленных литьем или с помощью гранульных технологий, как правило, подвергают многоступенчатой термической и последующей деформационной обработке горячим прессованием, ковкой или раскаткой. Цель деформационной обработки заключается в устранении дендритной ликвации, измельчении микроструктуры за счет рекристаллизационных процессов и, одновременно, придании формы, близкой к форме конечной детали. В частности, решение указанных задач актуально при разработке технологии изготовления сложнопрофильных дисков для газотурбинного двигателя из наиболее жаропрочных никелевых сплавов, таких как СДЖС-15, ВВ751П и др. Температура горячей деформационной обработки таких сплавов достигает 1100–1200°C [3–5]. Использование молибденового штампового инструмента и защитной атмосферы [1] является возможным, но довольно затратным подходом. Предпочтительным является применение в качестве штампового инструмента жаропрочного сплава, который бы не зависел от защитной атмосферы и был бы пригоден для использования в качестве материала штампового инструмента или роликов раскатного стана. ВКНА-сплавы на основе интерметаллидной фазы  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al) [6, 7], разработанные в ВИАМ — возможные кандидаты на роль такого штампового инструмента или роликов раскатного стана, поскольку обладают стабильной структурой и не требуют при эксплуатации защитной атмосферы. Однако эти сплавы имеют относительно низкие значения предела текучести при температурах ниже 1000°C; кроме того, известные сложности могут возникать при изготовлении массивных штамповых инструментов из ВКНА-сплавов.

Настоящая работа посвящена сравнительному исследованию микроструктуры и механических свойств на сжатие экспериментальных высоколегированных никелевых сплавов, предполагаемых для использования в качестве материала штампового инструмента при тем-

пературах 1000–1200°C. Полученные свойства были сравнены со свойствами сплава, близкого по составу к сплаву ВКНА-4. Данная работа является продолжением ранее выполненной работы [8].

## 2. Материалы и методики эксперимента

В качестве материалов исследования были взяты 3 сплава, обозначенные как сплав 1, 2 и 3. Слитки сплавов были изготовлены с помощью вакуумно-индукционной плавки. Номинальный состав сплава 1 был идентичен сплаву ВКНА-4: Ni-9Al-7Co-5Cr-2.5Mo-2W-1.2Zr (Hf) (все составы указываются в вес.%) [6, 7]. Номинальные составы экспериментальных никелевых сплавов: Ni-13.5(Al, Ti, Nb, Ta)-25.5(Co, Cr, W, Mo, Re) (сплав 2) и Ni-14(Al, Ta)-30.7(Co, Cr, W, Hf) (сплав 3). Реальные составы сплавов, определенные с помощью энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа, незначительно отличались от номинальных составов. Сплавы 2 и 3 содержали повышенное количество  $\gamma'$ -образующих элементов (Al, Ti, Nb, Ta) и элементов замещения (Co, Cr, W, Mo, Re). Кроме указанных элементов, во всех сплавах содержался углерод в количестве 0.14–0.18 вес.%, в сплаве 2 — Zr, La, Ce, Y, В в количестве 0.1 вес.%, а в сплаве 3 — Ce, Zr и В в количестве 0.06 вес.%.

Перед испытаниями на сжатие сплав 1, имевший уже в литом состоянии стабильную микроструктуру и состоящий в основном из  $\gamma'$ -фазы (на основе Ni<sub>3</sub>Al), термической обработке не подвергали. Никелевые сплавы 2 и 3 перед испытаниями на сжатие подвергали термической обработке, включавшей в себя гомогенизационный отжиг, обработку на твердый раствор и старение. Для этого методом пробных закалок сначала определяли температуру полного растворения  $\gamma'$ -фазы ( $T_s$ ). Для сплава 2 даже при нагреве до 1350°C в структуре сплава сохранялась крупная первичная  $\gamma'$ -фаза. Для сплава 3 температура полного растворения  $\gamma'$ -фазы составила  $T_s \approx 1260^\circ\text{C}$ . Термическая обработка сплава 2 включала в себя гомогенизационный отжиг, обработку на твердый раствор при 1290°C с медленным охлаждением в печи от 1290 до 1260°C с последующим охлаждением на воздухе и двухступенчатым старением при 1050 и 950°C. Для сплава 3 термическая обработка включала в себя гомогенизационный отжиг, обработку на твердый раствор при 1250°C с охлаждением на воздухе и двухступенчатое старение при 1000 и 880°C.

Из слитка сплава 1 в исходном состоянии и из термообработанных состояний сплавов 2 и 3 были вырезаны образцы  $\varnothing 8 \times 12$  мм. Образцы испытывали на сжатие в интервале температур 1000–1200°C с начальной скоростью деформации  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  до степени деформации около 10%. По кривым напряжение-деформация определяли условный предел текучести ( $\sigma_{0.2}$ ). По результатам испытаний для всех трех сплавов были построены кривые зависимости истинного напряжения от истинной деформации.

Микроструктурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме вторичных (SE) и обратно-рассеянных (BSE) электронов. Для изучаемых сплавов с помощью энергодисперсионного микрорентгеноспектрального (EDS) анализа были выполнены также измерения химического состава сплавов. Для каждого сплава измерения проводили от 10 участков общей площадью около  $1.2 \times 10^6 \text{ мкм}^2$ . Перед изучением микроструктуры поверхность образцов подвергали механической и кратковременной электролитической полировке.

### 3. Результаты и обсуждение

На Рис. 1 представлены электронно-микроскопические (BSE) изображения микроструктуры сплавов в состояниях перед испытаниями на сжатие. Микроструктура сплава 1 (Рис. 1а, б) состояла из колоний со средним размером около 100 мкм, представляющих собой эвтектическую смесь фаз  $\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al}) + \gamma$ , образовавшихся в результате эвтектического превращения  $L \rightarrow \gamma' + \gamma$ . Содержание  $\gamma'$ -фазы, согласно данным [6, 7], составляла 85–90 об.%. По границам колоний наблюдались карбиды. Их светлый контраст обусловлен повышенным содержанием в них тяжелых элементов (W и Mo). Объемная доля карбидов составляла 1–1.5%.

В сплаве 2 после термической обработки наблюдалась крупная  $\gamma$ -фаза с размером зерен  $\sim 1$  мм и крупная первичная  $\gamma'$ -фаза размером 20–300 мкм, занимающая около 15 об.%. (Рис. 1с). Объемная доля  $\gamma'$ -фазы составляла более 70%. Крупная первичная  $\gamma'$ -фаза, вероятно

всего, образовалась в результате перитектической реакции  $L_{\text{нерав.}} + \gamma \rightarrow \gamma'$ , где  $L_{\text{нерав.}}$  — неравновесная жидкость, сохранившаяся при перитектической температуре [9–12]. В микроструктуре обнаружались также карбиды и топологически плотноупакованные (ТПУ) фазы, их объемная доля составляла 1–1.5%. Светлые сильно дисперсные карбиды выделились в результате старения. Размер выделившихся при охлаждении частиц  $\gamma'$ -фазы находился в диапазоне 0.2–1 мкм (Рис. 1с, д).

В сплаве 3 после термической обработки размер  $\gamma$  зерен находился в диапазоне 100–500 мкм, наблюдалась небольшая объемная доля, не более 5%, первичной нерастворившейся  $\gamma'$ -фазы размером 1–5 мкм и незначительное количество светлых карбидов, чья объемная доля не превышала 1 об.%. Размер выделившейся при охлаждении вторичной  $\gamma'$ -фазы составлял около 0.2 мкм. Объемная доля  $\gamma'$ -фазы составляла около 70% (Рис. 1е, ф).

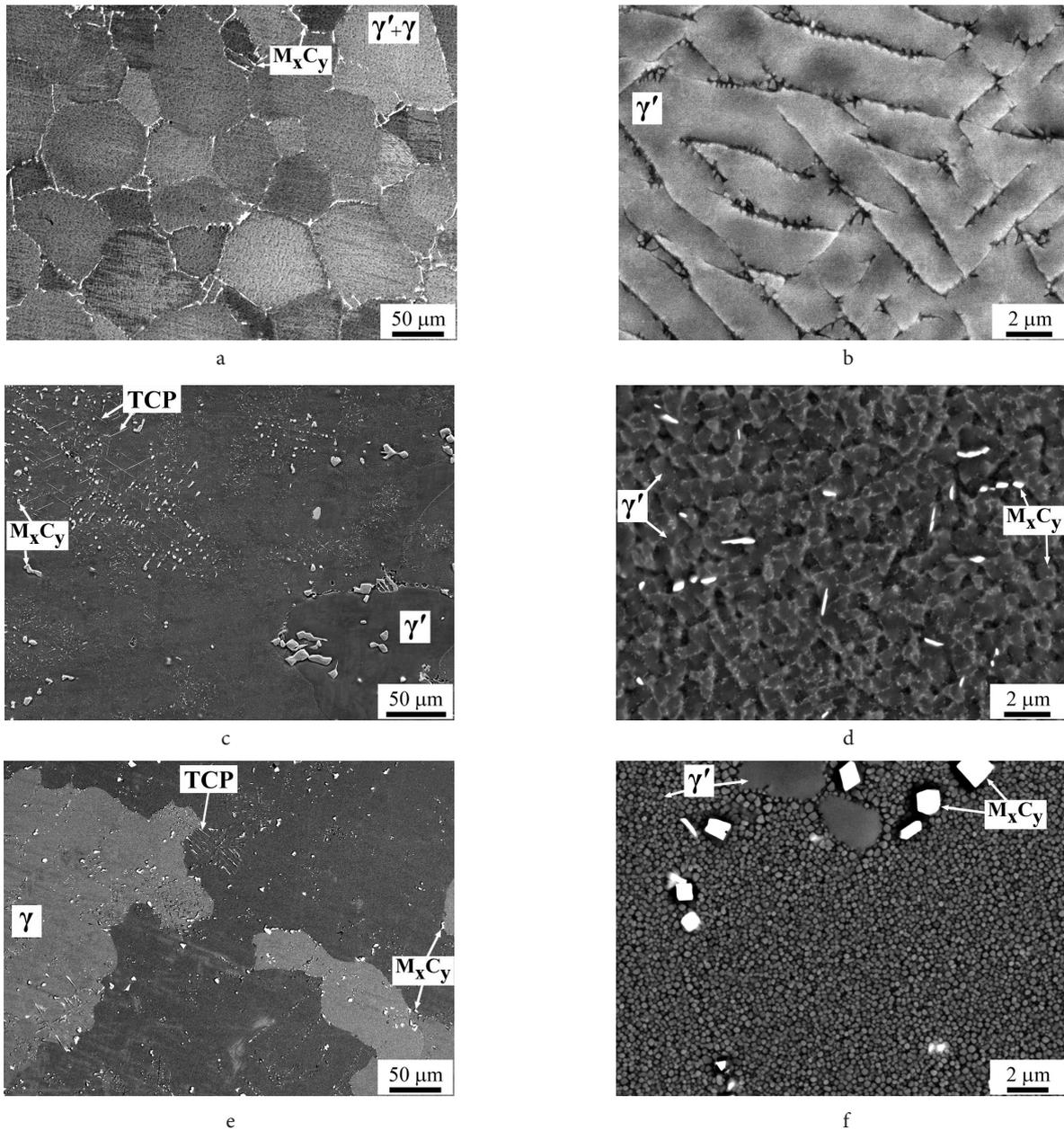
На Рис. 2 представлены кривые истинное напряжение-деформация, полученные в результате испытаний на сжатие образцов сплавов. С повышением температуры испытания напряжение течения сплавов снижалось. Из сравнения сплавов между собой видно, что напряжения течения сплавов 2 и 3 значительно превышают напряжения течения, полученные для сплава 1 при всех температурах испытания. Напряжения течения сплавов 2 и 3 оказались близки между собой. Сплавы 1 и 3 продемонстрировали более стабильные напряжения течения, слабо меняющиеся со степенью деформации, в сравнении со сплавом 2. По-видимому, это связано с более стабильной микроструктурой сплавов 1 и 3.

В Табл. 1 представлены данные по пределу текучести сплавов в исследованном диапазоне температур в сравнении с другими известными жаропрочными сплавами. При 1000°C наибольшие значения предела текучести имели сплавы 2, 3 и ВКНА-1ВУ. Другие сплавы имели сравнимый предел текучести со сплавом СДЖС-15 в отожженном состоянии или ниже и, следовательно, использование указанных сплавов в качестве штампового материала или материала роликов для раскатки дисков из сплава СДЖС-15 при 1000°C может привести к быстрому изнашиванию инструмента. С повышением

**Табл. 1.** Температурная зависимость предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ) исследуемых сплавов в сравнении с другими жаропрочными сплавами.  
**Table 1.** The temperature dependence of the yield strength ( $\sigma_{0.2}$ ) of the alloys under study in comparison with other heat resistant superalloys.

Жаропрочные никелевые сплавы и сплавы типа ВКНА на основе фазы $\text{Ni}_3\text{Al}$ Nickel base superalloys and the VKNA alloys based on the $\text{Ni}_3\text{Al}$ phase	Температура испытания, °C Test temperature, °C			
	1000	1100	1150	1200
Сплав 1 / Alloy 1	482	296	206	110
Сплав 2 / Alloy 2	724	422	250	165
Сплав 3 / Alloy 3	705	360	234	140
ЖС6У / ZhS6U [13]	510	298	-	-
ВКНА-4 / VKNA-4 [6]	290	215	-	115
ВКНА-1В / VKNA-1V [6]	430	350	-	185
ВКНА-1ВУ / VKNA-1VU [6]	575	430	-	145
ВКНА-4У / VKNA-4U [6]	430	370	-	150
ВКНА-25 / VKNA-25 [6]	510	370	-	170
СДЖС-15 / SDZhS-15 [3]*	471	198	107	45

\*Свойства для сплава СДЖС-15 приведены после отжига.



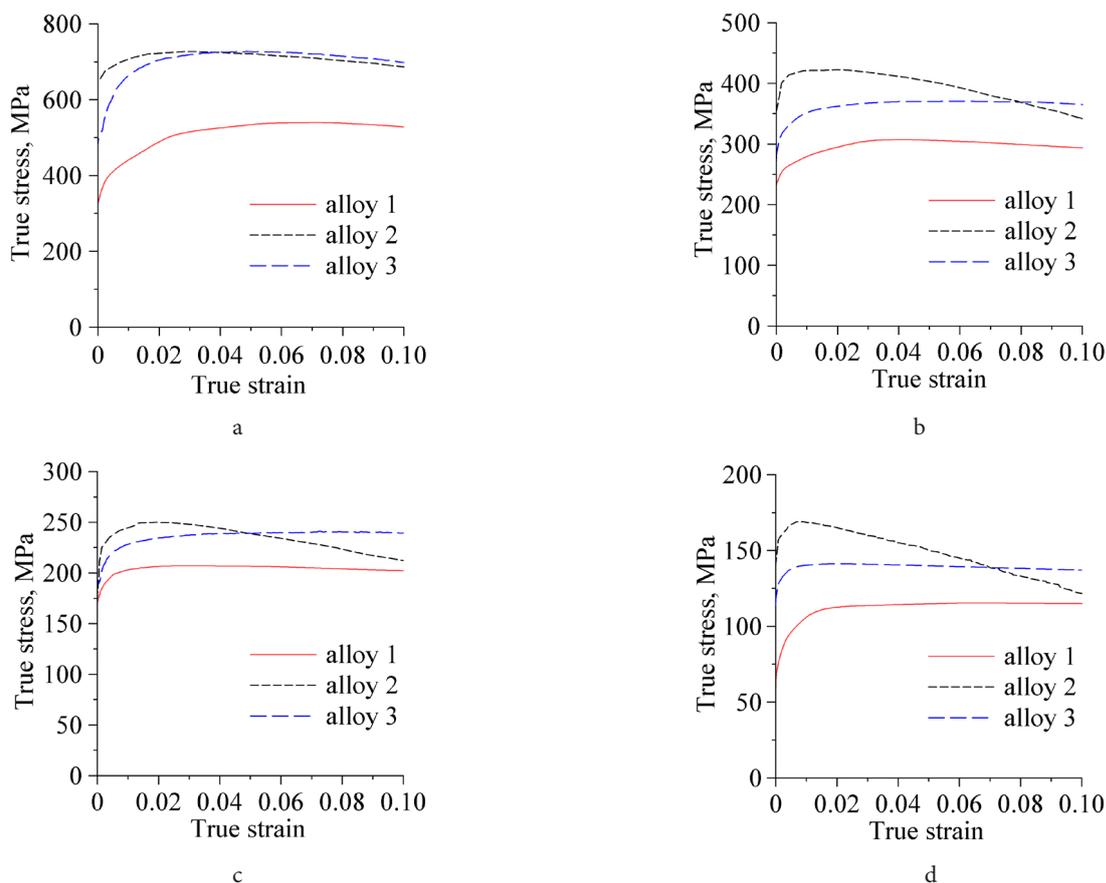
**Рис. 1.** Электронно-микроскопические (BSE) изображения микроструктуры сплавов: сплав 1 в состоянии поставки (a, b), сплавы 2 и 3 после упрочняющей термической обработки (c, d) и (e, f). Стрелки указывают на  $\gamma'$ -фазу,  $\gamma$ -фазу, крупную первичную  $\gamma'$ -фазу, карбиды ( $M_xC_y$ ) и ТПУ фазы.

**Fig. 1.** BSE images of the superalloys: alloy 1 in the as-received condition (a, b), alloys 2 and 3 in the heat treated conditions (c, d) and (e, f). The arrows show  $\gamma'$ -phase,  $\gamma$ -phase, coarse primary  $\gamma'$ -particles, carbides ( $M_xC_y$ ) and TCP phases.

температуры до 1100–1200°C разница в пределе текучести, с одной стороны, СДЖС-15, с другой стороны сплавов 2, 3, ВКНА-(1В, 1ВУ, 4У и 25) становилась значительной, а значит, возможно их применение в качестве штампового инструмента и материала роликов. Если выбирать между указанными сплавами, более предпочтительными, по-видимому, являются сплавы 2 и 3, поскольку изготовление из них массивного штампового инструмента или роликов может быть облегчено в сравнении с изготовлением аналогичного инструмента из интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$ . Сравнивая сплавы 1–3 между собой и с другими сплавами типа ВКНА, можно сделать заключение,

что использование интерметаллидных сплавов на основе  $\gamma'(Ni_3Al)$ -фазы не дает заметных преимуществ с точки зрения величины предела текучести во всем интервале температур 1000–1200°C по сравнению со сплавами 2 и 3.

Таким образом, новые экспериментальные сплавы 2 и 3 показали довольно конкурентоспособные значения предела текучести в интервале температур 1000–1200°C в сравнении с известными жаропрочными сплавами, в частности, сплавами на основе интерметаллидной  $\gamma'(Ni_3Al)$ -фазы типа ВКНА. Это было достигнуто за счет повышенного содержания  $\gamma'$ -образующих элементов (Al, Ti, Nb и Ta) и элементов замещения (Co, Cr, W, Mo, Re).



**Рис. 2.** (Color online) Зависимости истинного напряжения от истинной деформации при испытаниях на сжатие образцов сплавов 1, 2 и 3: 1000°C (a), 1100°C (b), 1150°C (c), 1200°C (d).

**Fig. 2.** (Color online) Dependencies of the true stress on the true strain obtained as a result of compression tests of the alloy samples: 1000°C (a), 1100°C (b), 1150°C (c), 1200°C (d).

#### 4. Заключение

Экспериментальные жаропрочные никелевые сплавы (сплавы 2 и 3) были разработаны как потенциальные материалы для изготовления штампового инструмента и роликов раскатного стана для деформационной обработки наиболее жаропрочных никелевых сплавов в интервале температур 1000–1200°C. Сплав 2 содержал избыточное количество  $\gamma'$ -образующих элементов и элементов замещения, что привело к образованию крупной первичной  $\gamma'$ -фазы, нерастворимой при температурах нагрева до 1350°C, и топологически плотноупакованных фаз. В более экономно легированном сплаве 2 температура полного растворения  $\gamma'$ -фазы составила 1260°C. Оба экспериментальных сплава показали предел текучести на сжатие при 1000–1200°C, сопоставимый с пределом текучести сплавов типа ВКНА или превосходящий его. Выполненная работа показывает, что сплавы 2 и 3 потенциально могут быть использованы для изготовления штампового инструмента и роликов для раскатного стана для формообразования в изотермических условиях наиболее жаропрочных никелевых сплавов при температурах 1100–1200°C.

*Благодарности / Acknowledgements.* Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН

(№АААА-А17-117041310215-4). Экспериментальные исследования были выполнены на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием ИПСМ РАН. / The work was supported by the State Assignment of the Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences (No. АААА-А17-117041310215-4). The work was performed using the facilities of the shared services centre «Structural and Physical-Mechanical Studies of Materials» at the Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences.

#### Литература/References

1. R.C. Reed. The superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge University Press (2006) 372 p. [Crossref](#)
2. M.C. Kushan, S.C. Uzgur, Y. Uzunonot, F. Diltemiz. Recent Advances in Aircraft Technology. InTech Rijeka, Croatia (2012) p. 75. [Crossref](#)
3. Sh.Kh. Mukhtarov, V.M. Imayev, A.V. Logunov, Yu.N. Shmotin, A.M. Mikhailov, R.A. Gaisin, R.V. Shakhov, A.A. Ganeev, R.M. Imayev. Mater. Sci. & Technol. 35 (13), 1605 (2019). [Crossref](#)
4. K. Sahithya, I. Balasundar, P. Pant, T. Raghu. J. Alloys Compd. 821, 153455 (2020). [Crossref](#)

5. A. A. Ganeev, V. A. Valitov, F. Z. Utyashev, V. M. Imaev. *The Physics of Metals and Metallography*. 120 (4), 442 (2019). (in Russian) [А. А. Ганеев, В. А. Валитов, Ф. З. Утяшев, В. М. Имаев. *Физика металлов и металловедение*. 120 (4), 442 (2019).] [Crossref](#)
6. E. N. Kablov, O. G. Ospennikova, O. A. Bazyleva. *Vestnik MGТУ im N. E. Baumana. Ser. Mashinostroenie*. SP2, 13 (2011). (in Russian) [Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, О. А. Базылева. *Вестник МГТУ им. Н. Э. Баумана. Сер. Машиностроение*. SP2, 13 (2011).]
7. K. B. Povarova, N. K. Kazanskaya, V. P. Buntushkin, V. G. Kostogryz, V. G. Bakharev, V. I. Mironov, O. A. Bazyleva, A. A. Drozdov, I. O. Bannykh. *Russian metallurgy (Metally)*. 3, 269 (2003). (in Russian) [К. Б. Поварова, Н. К. Казанская, В. П. Бунтушкин, В. Г. Костогрыз, В. Г. Бахарев, В. И. Миронов, О. А. Базылева, А. А. Дроздов, И. О. Банных. *Металлы*. 3, 269 (2003).]
8. R. I. Zainullin, A. A. Ganeev, R. V. Shakhov, A. V. Logunov, Sh. Kh. Mukhtarov, V. M. Imaev. *Letters on Materials*. 9 (4), 490 (2019). [Crossref](#)
9. J. Schramm. *Z. Metallkd.* 33, 347 (1941).
10. I. Ansara, N. Dupin, H. L. Lukas, B. Sundman. *J. Alloys Compd.* 247, 20 (1997). [Crossref](#)
11. E. B. Chabina, N. V. Petrushin, M. B. Bronfin, L. A. Dyachkova. *Russian metallurgy (Metally)*. 3, 85 (1994). (in Russian) [Е. Б. Чабина, Н. В. Петрушин, М. Б. Бронфин, Л. А. Дьячкова. *Металлы*. 3, 85 (1994).]
12. E. N. Kablov, O. G. Ospennikova, O. A. Bazyleva. *Dvigatel*. 4 (70), 22 (2010). (in Russian) [Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, О. А. Базылева. *Двигатель*. 4 (70), 22 (2010).]
13. O. G. Ospennikova. *Razrabotka nauchnykh osnov sozdaniya novogo pokoleniya liteinykh jaroprochnykh nanostrukturirovannykh nikelovykh splavov ponizhennoi plotnosti s trebuемым kompleksom mekhanicheskikh svoystv: Dissertacija na soiskanie stepeni doktora tehniceskikh nauk. Moscow (2018) 321 p.* (in Russian) [О. Г. Оспенникова. *Разработка научных основ создания нового поколения литейных жаропрочных наноструктурированных никелевых сплавов пониженной плотности с требуемым комплексом механических свойств: Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. Москва (2018) 321 с.*]