

Формирование ультрамелкозернистой структуры в никелевом сплаве ЭП741НП при горячей деформации в $(\gamma+\gamma')$ - области

А. А. Ганеев[†], В. А. Валитов

[†]artem@imsp.ru.

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

Исследовано влияние деформационно-термической обработки (ДТО) в $(\gamma+\gamma')$ — области на микроструктуру порошкового никелевого сплава ЭП741НП. Показано, что предварительный гетерогенизирующий отжиг (ГО) в результате увеличения размера и расстояния между выделениями γ' -фазы при неизменном размере γ -зерен приводит к снижению уровня напряжений течения на 10—15%. Обнаружено, что при деформации на 70% при низких температурах (t_s - 185÷285°C) деформация локализуется в полосах, ориентированных под углом 45° к оси сжатия, что приводит к образованию глубоких трещин на боковой поверхности деформированных образцов. В микроструктуре образцов, деформированных при более высоких температурах, деформация развивалась намного более однородно по объему материала, что способствовало формированию частично рекристаллизованной структуры. Показано, что рост температуры деформации приводит к увеличению объемной доли рекристаллизованных зерен. Повышение температуры деформации и проведение деформации дробно, с промежуточными отжигами при температуре деформации, приводит к снижению трещинообразования. Методом EBSD было показано, что островки нерекристаллизованных участков представляют собой структуру матричного типа с развитой субструктурой. Установлено, в процессе ДТО при t_s - 45÷25°C в результате развития рекристаллизационных процессов, сопровождающихся преобразованием когерентных межфазных γ/γ' границ в некогерентные, происходит преобразование крупнозернистой матричной структуры в микродуплексную. Обнаружено, что параметрами полученной микроструктуры можно управлять, изменяя температуру деформации и температуру предварительного ГО. Размер γ -зерен в микродуплексе увеличивается с ростом температуры деформации, но при этом уменьшается объемная доля γ' -фазы. Размер частиц γ' -фазы, формируемый в результате ГО, увеличивается с повышением температуры начала такой обработки.

Ключевые слова: порошковый никелевый сплав, одноосное сжатие, термическая обработка, микродуплекс

Ultrafine grained structure formation in nickel-based superalloy EP741NP during hot deformation in the $(\gamma+\gamma')$ — phase field

A. A. Ganeev, V. A. Valitov

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

The effect of thermomechanical treatment within $(\gamma+\gamma')$ — phase field on microstructure of the powder nickel-based superalloy EP741NP was investigated. It was shown, that preliminary heterogeneous annealing (HA) leads to decrease in a flow stress by 10—15% due to an increase size and distance between γ' particles at the constant size of γ -grain. Localization of deformation in bands oriented at 45° to the axis of compression was observed during compression to the strain 70% at low temperatures (t_s - 185÷285°C). This resulted to a deep cracks on the samples surface. The microstructure investigation of samples subjected compression showed that the deformation was developed homogeneously at higher temperatures. This effected on formation of partially recrystallized structure. The temperature rising results in to an increase of recrystallized grains volume fraction. Increasing the deformation temperature and carrying out deformation fractional, with intermediate annealing at the deformation temperature, leads to reduction of cracking. EBSD method had shown that unrecrystallized zones were a matrix type structure with developed substructure. The recrystallization processes occurred during thermomechanical treatment at t_s - 45÷25 °C leading to transformation of a coarse-grained matrix structure into microduplex one that was accompanied by transformation of coherent γ/γ' boundaries into incoherent ones. It was revealed, that the parameters of formed microstructure can be controlled by temperature of deformation and preliminary HA. The size of microduplex γ -grains increases and the volume fraction of γ' -phase decreases with temperature rise of thermomechanical treatment. The size of forming after HA γ' -phase particles, grows with an increase of HA start temperature.

Keywords: P/M nickel-based superalloy, uniaxial compression, heat treatment, microduplex

Введение

В настоящее время методы порошковой металлургии широко используется в России и за рубежом для производства высоколегированных жаропрочных никелевых сплавов, применяемых для изготовления деталей газотурбинных двигателей [1,2]. Однако наличие таких дефектов, как окисленные границы гранул, поры и неметаллические включения, часто сохраняющихся после обычно применяемого при компактировании гранул горячего изостатического прессования (ГИП), приводит к уменьшению характеристик кратковременной и длительной высокотемпературной прочности. Фактором, ограничивающим применение порошковых материалов является и сложность управления микроструктурой, в частности, размером зерен матричной γ -фазы и упрочняющей γ' -фазы, которые в значительной степени определяются исходным размером гранул и практически не зависят от ГИП. Для снижения отрицательного влияния дефектов уменьшают размер гранул, совершенствуют методы контроля и очистки от примесей. Другим, более универсальным способом повышения механических свойств порошковых сплавов является включение в технологический процесс изготовления детали горячей деформации. Результаты, подтверждающие повышение механических свойств после горячей деформации гранулируемого сплава ЭП741НП были получены ранее в работах [3,4]. В этой связи представляет практический интерес достижение в сплаве ЭП741НП в результате горячей деформации мелкой или ультрамелкозернистой структуры микродуплексного типа, которая бы позволила реализовать в этом сплаве эффект сверхпластичности [5]. Сверхпластическая обработка предполагает развитие диффузионных процессов по границам зерен и может быть полезна не только при проведении формообразующих операций, но и для устранения (нивелирования отрицательного влияния) отмеченных выше микроструктурных дефектов, характерных для материалов, полученных компактированием гранул.

Настоящая работа посвящена исследованию влияния режимов предварительного отжига и горячей деформации в ($\gamma+\gamma'$) — области на формирование мелкозернистой структуры типа микродуплекс в порошковом никелевом сплаве ЭП741НП.

Материалы и методики исследований

В качестве материала исследования использовали промышленный порошковый сплав ЭП741НП, полученный с помощью ГИП. Энергодисперсионный анализ показал следующий химический состав (в вес. %): Ni — основа, Cr — 9,5, Ti — 1,8, Al — 5,3, Mo — 4,1, Nb — 2,7, Co — 16, W — 5,9. Кроме того, согласно [3], в состав ЭП741НП входят: Hf — 0,3, В — 0,044, С — 0,05, Ce — 0,01, Mg < 0,01, Zr — 0,008 (вес. %).

Горячую деформацию проводили на цилиндрических образцах размером $\varnothing 10 \times 15$ мм по схеме одноосного сжатия (осадки) в изотермических условиях при температурах на $10 \div 285^\circ\text{C}$ ниже температуры полного растворения

γ' -фазы (t_s). Для улучшения деформируемости сплава перед деформацией был проведен гетерогенизирующий отжиг (ГО) по режиму: выдержка 1 час при температуре $t_s = 85^\circ\text{C}$, далее охлаждение со скоростью $25^\circ\text{C}/\text{час}$ до 850°C . После осадки на 70% в температурном диапазоне $t_s = 60 \div 285^\circ\text{C}$ на боковой поверхности образцов наблюдалось образование трещин. В связи с этим было решено увеличить температуру нагрева при ГО до $t_s = 10^\circ\text{C}$, т. к. укрупнение γ' -фазы и увеличение расстояния между частицами оказывает положительное влияние на деформируемость [6]. Первый режим ГО обозначен далее как ГО1, второй — как ГО2. Кроме того, для улучшения деформируемости образцов осадку проводили дробно в интервале температур $t_s = 10 \div 45^\circ\text{C}$ с промежуточными отжигами при температуре деформации в течение 1 часа. Степень деформации при одной осадке составляла 30%, суммарная степень деформации (после 3 осадок с промежуточными отжигами) — 65%. Далее под термином ДТО понимается дробная осадка с промежуточными отжигами. Начальная скорость деформации была выбрана в интервале $10^{-2} \div 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Деформированные образцы разрезали вдоль диаметра и изучали микроструктуру попечного сечения. Параметры микроструктуры — размер зерен/частиц γ - и γ' -фазы, расстояние между частицами, объемную долю γ' -фазы, определяли в центральной части деформированных образцов; объемную долю рекристаллизованных зерен оценивали металлографически.

Результаты и обсуждение

В исходном состоянии сплав имел крупнозернистую структуру, образовавшуюся в результате спекания порошка в процессе ГИП (рис.1a), средний размер зерен γ -фазы составил $d = 50 \pm 5 \text{ мкм}$. По границам и в теле γ -зерен наблюдались выделения γ' -фазы (рис.1b). Внутризеренная γ' -фаза была распределена равномерно и была когерентна γ -зернам матрицы, о чем свидетельствует полосчатый контраст типа Муара на межфазной границе (рис.1b).

В табл.1 приведено сравнение параметров микроструктуры до и после ГО1 и ГО2. Металлографическим методом было установлено, что и после ГО1 и после ГО2

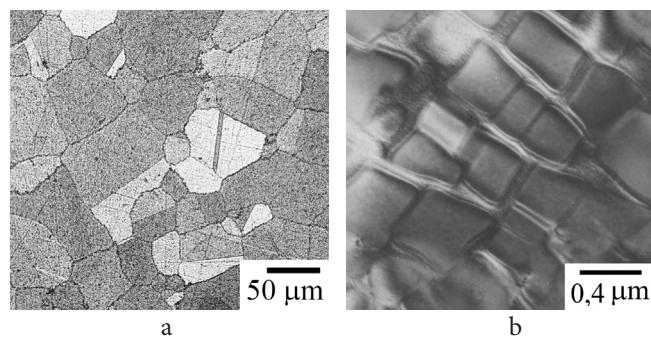


Рис. 1. Микроструктура сплава ЭП741НП в исходном состоянии: (а) зерна γ -матрицы, (б) крупные внутризеренные выделения γ' -фазы.

Fig. 1. Microstructure of EP741NP at the initial state: (a) γ -grain matrix, (b) large intragranular γ' particles.

Таблица 1. Влияние ГО на параметры микроструктуры ЭП741НП
Table 1.

Состояние	d_{γ} , мкм	$d_{\gamma'}$, мкм	$\lambda_{\gamma'}$, мкм	$V_{\text{об круп.}\gamma'}$, %
State (heat treatment)	Size of γ' -grain, μm	Size of γ' particles, μm	Distance between γ' particles, μm	Vol. percent of large γ' particles, %
Исх. Initial	50±5	0,4±0,1	0,10	58±3
ГО1 HA1	50±5	0,5±0,1	0,25	40±3
ГО2 HA2	50±5	1,3±0,2	0,8	57±3

размер γ -зерен (d_{γ}) не изменился по сравнению с исходным, т. к. ГО1 и ГО2 проводили при температуре ниже температуры растворения γ' -фазы и границы зерен были стабилизированы зернограницочными выделениями γ' -фазы. После ГО1 объемная доля γ' -фазы ($V_{\text{об круп.}\gamma'}$) визуально уменьшилась за счет выделения дисперсной γ' -фазы, которая видна на рис.2а в виде «ряби» между крупными выделениями. Анализ тонкой микроструктуры показал, что ГО привел к увеличению расстояния между выделениями γ' -фазы ($\lambda_{\gamma'}$) за счет коагуляции и коалесценции частиц γ' -фазы, причем наиболее значительное увеличение $\lambda_{\gamma'}$ и размеров частиц γ' -фазы ($d_{\gamma'}$) наблюдается после ГО2. Появившиеся дислокации несответствия на межфазной γ/γ' границе свидетельствуют о потере когерентности на границе матрицы и γ' -фазы.

Анализ кривых напряжение-деформация, полученных при осадке, показал, что и ГО1 и ГО2 приводят к снижению уровня напряжения течения на 12...15% по сравнению с уровнем напряжений при осадке сплава в исходном состоянии.

Исследование микроструктуры осаженных образцов показало, что несмотря на положительное влияние ГО1 на механические свойства, различий в формирующейся микроструктуре после деформации по сравнению с деформацией в исходном состоянии обнаружено не было, что связано, скорее всего, с небольшими размерными различиями в параметрах микроструктуры после ГО1 и исходным состоянием. При одностадийной осадке на 70% при низких температурах ($t_s=185-285^{\circ}\text{C}$) деформация локализовалась в полосах, ориентированных под 45° к оси сжатия (рис.3а), что приводило к появлению глубоких трещин на боковой поверхности деформированных образцов. В микроструктуре образцов, деформированных однократно при более высоких температурах ($t_s=60-135^{\circ}\text{C}$), деформация и процессы рекристаллизации развивались намного более однородно и формировалась частично рекристаллизованная микроструктура (рис. 3б). Увеличение температуры деформации ($t_{\text{деф}}$) приводит к увеличению объемной доли рекристаллизованных зерен ($V_{\text{рекр.}}$). Так, после однократной деформации на 70% $V_{\text{рекр.}}$ увеличивается от 30% при $t_{\text{деф}}=t_s=135^{\circ}\text{C}$ до 50% при $t_{\text{деф}}=t_s=60^{\circ}\text{C}$.

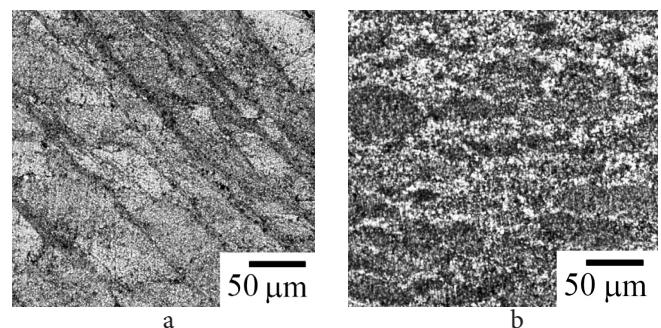


Рис. 3. Микроструктура сплава ЭП741НП после однократной осадки образцов (после ГО1) на 70% при температуре (а) $t_s = 285^{\circ}\text{C}$, (б) $t_s = 60^{\circ}\text{C}$.

Fig. 3. Microstructure of EP741NP given one-stage compression (after HA1) to 70% at the temperature: (a) $t_s = 285^{\circ}\text{C}$, (b) $t_s = 60^{\circ}\text{C}$.

боких трещин на боковой поверхности деформированных образцов. В микроструктуре образцов, деформированных однократно при более высоких температурах ($t_s=60-135^{\circ}\text{C}$), деформация и процессы рекристаллизации развивались намного более однородно и формировалась частично рекристаллизованная микроструктура (рис. 3б). Увеличение температуры деформации ($t_{\text{деф}}$) приводит к увеличению объемной доли рекристаллизованных зерен ($V_{\text{рекр.}}$). Так, после однократной деформации на 70% $V_{\text{рекр.}}$ увеличивается от 30% при $t_{\text{деф}}=t_s=135^{\circ}\text{C}$ до 50% при $t_{\text{деф}}=t_s=60^{\circ}\text{C}$.

Для образцов, предварительно подвергнутых ГО2, проведение деформации дробно с промежуточными отжигами в сочетании с повышением температуры деформации способствует увеличению объемной доли рекристаллизованных зерен до 75% при $t_{\text{деф}}=t_s=25^{\circ}\text{C}$. Однако дальнейшее повышение температуры приводит к резкому росту γ -зерен. При $t_{\text{деф}}=t_s=25^{\circ}\text{C}$ размер γ -зерен составил $d_{\gamma}=7\pm1$ мкм, а при $t_{\text{деф}}=t_s=10^{\circ}\text{C}$ — $d_{\gamma}=69\pm8$ мкм и формируется структура, близкая к матричной. Размер γ' -фазы в рекристаллизованной области в основном зависит от размера крупной γ' -фазы, сформировавшейся перед деформацией.

Анализ тонкой микроструктуры показал наличие полосчатого контраста на межфазной границе, что характерно для высокоугловых границ. EBSD анализ под-

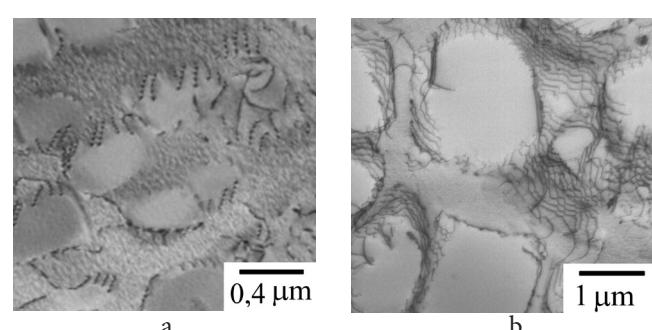


Рис. 2. Внутризеренная γ' -фаза в сплаве ЭП741НП после (а) ГО1 и (б) ГО2.

Fig. 2. Intragranular γ' precipitate of EP741NP given (a) HA1 and (b) HA2.

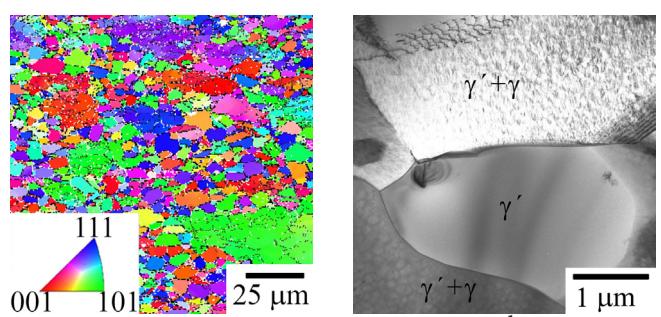


Рис. 4. Микроструктура сплава ЭП741НП после дробной осадки образцов (после ГО2) на суммарную степень деформации 65% при температуре $t_s = 25^{\circ}\text{C}$.

Fig. 4. Microstructure of EP741NP (after HA2) given three-stage compression to the total strain 65% at the temperature $t_s = 25^{\circ}\text{C}$.

твердили наличие высокоугловых границ в рекристаллизованной области (рис.4а).

Полученные результаты свидетельствуют о том, что в процессе ДТО происходит формирование мелкозернистой структуры, состоящей из зерен γ -матрицы и сконцентрированных выделений γ' -фазы, имеющих преимущественно некогерентные высокоугловые γ/γ' -границы (рис.4б). Такую структуру, как известно [6], называют микродуплексной. Методом EBSD было показано, что островки нерекристаллизованных участков представляют собой структуру матричного типа с развитой субструктурой (рис.4а).

Таким образом, применение предварительного высокотемпературного гетерогенизационного отжига в сочетании с дробной деформацией с промежуточными отжигами в интервале температур $t_s = 45 \div 25^\circ\text{C}$ позволяет сформировать в порошковом сплаве ЭП741НП преимущественно мелкозернистую структуру микродуплексного типа. Размер γ -зерен в микродуплексной структуре зависит от температуры деформации, а размер γ' -фазы — от термической обработки перед деформацией (гетерогенизационного отжига). Такая микроструктура может быть полезна в технологических процессах, основанных на эффекте сверхпластичности, например, при изготовлении дисков газотурбинных двигателей [6]. Как отмечалось, проведение ДТО и последующей сверхпластической обработки благоприятно скажется на механических свойствах и надежности в целом детали, изготовленной из порошкового сплава ЭП741НП.

Заключение

Установлено, что предварительный гетерогенизационный отжиг обеспечивает коагуляцию и коалесценцию частиц γ' -фазы, а последующая ДТО, включающая в себя дробную горячую деформацию с промежуточными отжигами в интервале температур $t_s = 45 \div 25^\circ\text{C}$, приводит к формированию в порошковом сплаве ЭП741НП преимущественно рекристаллизованной мелкозернистой структуры типа микродуплекс. Обнаружено, что параметрами полученной микроструктуры можно управлять, изменяя температуру деформации и температуру предварительного гетерогенизационного отжига. Размер γ -зерен в микродуплексе повышается с ростом температуры деформации, а размер γ' -фазы — с увеличением температуры предварительного гетерогенизационного отжига. Разработанные режимы деформационно-термической обработки порошкового сплава ЭП741НП могут

быть использованы для устранения дефектов, свойственных материалам, приготовленным компактированием гранул, а полученный мелкозернистый материал может быть дальше использован в технологических процессах, основанных на эффекте сверхпластичности.

Благодарности. Настоящая работа была выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований № 13-08-12200/14 и Федеральная целевая программа «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014—2020 годы» (соглашение № 14.604.21.0091 от 30.04.2014).

Acknowledgements. This work was supported by the grant of Russian foundation for basic research № 13-08-12200 and Federal targeted programme “Investigation and Development in Focal Areas of the Research and Technology Center of Russia for 2014-2020” (Agreement №14.604.21.0091).

Литература / References

1. Ch. T. Sims, N. S. Stoloff, W. C. Hagel. Superalloys II: High temperature materials for aerospace and industrial power. M. Metallurgija. (1995) 384 p. (in Russian) [Ч. Т. Симс, Н. С. Столофф, У.К. Хагель. Суперсплавы II: Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. М. Металлургия. (1995) 384 с.]
2. Y. A. Nozhnitskij, Technology of Light Alloys. 4, 13—20 (2007). (in Russian) [Ю. А. Ножницкий. Технология легких сплавов. 4, 13—20 (2007).]
3. S. A. Kononov, A. S. Perevozov, B. A. Kolachev. Metals. 5, 86—89 (2007). (in Russian) [С. А. Кононов, А. С. Перевозов, Б. А. Колачев. Металлы. 5, 86—89 (2007).]
4. D. D. Vaulin, O. N. Vlasova, L. B. Ber, E. B. Kachanov, O. G. Ukolova. Technology of Light Alloys. 4, 32—42 (2009). (in Russian) [Д.Д. Ваулин, О.Н. Власова, Л.Б. Бер, Е.Б. Качанов, О.Г. Уколова. Технология легких сплавов. 4, 32—42 (2009).]
5. V. A. Valitov. Letters on Materials. 3 (1), 50—55 (2013). (in Russian) [В. А. Валитов. Письма о материалах. 3 (1), 50—55 (2013).]
6. O. A. Kaibyshev, F. Z. Utyashev. Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming. Futurepast. Arlington, Virginia. USA (2005). 386 p.